

**LUIZ FELIPE SOARES**

**RESISTÊNCIA DE UNIÃO ENTRE UM CIMENTO RESINOSO E UMA  
CERÂMICA ALUMINIZADA SUBMETIDA A DIFERENTES  
TRATAMENTOS DE SUPERFÍCIE**



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

**Orientador: Prof. Dr. Maximiliano Piero Neisser**

**São José dos Campos**

**2003**

Apresentação gráfica e normalização de acordo com:

BELLINI, A. B.; SILVA, E. A. **Manual para elaboração de monografias: estrutura do trabalho científico.** São José dos Campos: FOJSC/UNESP, 2002. 82p.

SOARES, L. F. **Resistência de união entre um cimento resinoso e uma cerâmica aluminizada submetida a diferentes tratamentos de superfície.** 2003. 91f. Dissertação (Mestrado em Odontologia Restauradora, Área de concentração em Prótese) – Faculdade de Odontologia de São José dos Campos, Universidade Estadual Paulista, São José dos Campos, 2003.

**DEDICO ESTE TRABALHO:**

*À minha mãe Anadir Valandro: seu otimismo e serenidade souberam trazer de volta o amor e o carinho de nossa família.*

*À vó Thereza Cervi Valandro ("in memoriam") pelo exemplo de perseverança e dedicação a nossa família.*

*Aos meus irmãos Elmar Soares, Julio César e Fernando Valandro Soares e Joceana Soares Sperotto, companheiros e amigos leais.*

*À minha esposa Karla Zanini Kantorski: seu amor, sua ternura e dedicação à família que constituímos me fizeram seguir pelos caminhos mais corretos. A eternidade nos espera.*

*À minha filha Graciana: sua esperança e alegria de criança, sua compreensão e amor me permitiram entender a vida como sinônimo de felicidade.*

*À minha querida e amada família Valandro, fonte inesgotável de amizade e lealdade.*

*"É com o coração que se vê corretamente,  
o fundamental é invisível aos olhos".*

## **AGRADECIMENTOS ESPECIAIS**

Ao meu Orientador Professor Dr. **Maximiliano Piero Neisser**: pouco ou nada se conquista sem o apoio de pessoas leais e competentes. Sua seriedade e seu exemplo de competência científica a serviço da Ciência Brasileira me permitiram evoluir neste momento fundamental para meu futuro acadêmico. Muito obrigado de coração pela oportunidade.

Ao Professor Adj. **Marco Antonio Bottino**: seu exemplo de ousadia e perseverança complementou minhas expectativas de crescimento intelectual e como ser humano. Ser como o Prof. Bottino é impossível, mas seus exemplos estão explícitos àqueles que desejam seguir uma atividade acadêmica e científica de sucesso. Meus sinceros e eternos agradecimentos.

## AGRADECIMENTOS

À Faculdade de Odontologia de São José dos Campos – Universidade Estadual Paulista “Julio de Mesquita Filho” através de sua digníssima Diretora Professora Tit. **Maria Amélia Máximo de Araújo**.

Ao Programa de Pós-graduação em Odontologia Restauradora, Área de Concentração em Prótese, dessa Faculdade pela importante oportunidade concedida.

Aos Professores do Programa de Pós-graduação em Odontologia Restauradora dessa Faculdade pela contribuição na minha formação acadêmica e científica.

Aos colegas da Disciplina de Prótese Dental da Universidade Federal de Santa Maria – RS, Professores Doutores **Leticia Jacques, Claudio Figueiró, Henrique Hollweg, Kátia Braun, Paulo Afonso Burmann, Amália Moncada, Lucia Mozzaquatro e Manoel Antonio Pimenta** por me permitirem a execução deste curso de pós-graduação, conduzindo as atividades acadêmicas que seriam de minha competência.

Ao Prof. Dr. **Ney Mugida Mutti** pelo grande incentivo para a vida acadêmica.

Ao Prof. Dr. **Antonio Roberto Bisogno**, digníssimo Chefe do Depto de Odontologia Restauradora da UFSM, por sempre me ajudar quando assim solicitado.

Aos meus colegas de Pós-graduação da Área de Concentração Prótese, CDs **Fabiola Pessoa Pereira Leite, Osvaldo Daniel Andreatta Filho e Angela Guidini Lopes** pela eterna amizade, coleguismo e convívio nestes momentos de crescimento humano e acadêmico.

Aos meus colegas de Pós-graduação da Área de Concentração em Odontologia Restauradora, CDs **Ana Raquel Benetti, André Luiz Cervantes Jorge, Caio Gorgulho Zanet, Carolina Baptista Miranda, Fabiana Ballete de Cara Araújo, Flavia Cristo Rausher, Julio Tadashi Murakami, Karen Cristina Kazue Yui, Luciana Keiko Shintone, Luzia Sakaguti Umetsubo, Márcia Maciel Menezes, Marcos Paulo Nagayassu, Silvia Helena Barbosa, Viviane Regina Côas** pela amizade nestes dois anos de pós-graduação.

Ao meu fiel companheiro e colega Prof. Dr. **André Mallmann**.

Ao Prof. Dr. **Roberto Scotti** do *Corso de Odontoiatria e Protesi Dentaria da Alma Mater Studiorum Università di Bologna (Bolonha, Itália)*, pela oportunidade de evoluir cientificamente com seu grupo de pesquisa.

Aos amigos de pós-graduação **Leonardo Buso, Denise Oyafuso, Elza Costa, Vanessa Ccahuana Valquez, Rander Pereira Avelar, Edson Hilgert, Alessandro Gonçalves, Domicio da Silva Neto, Arlindo Castro Filho, Ilda Bondioli, Marilise Carvalho**, pela fraterna convivência.

Aos amigos incentivadores Prof. Dr. **Eduardo Mylashita** e Prof. Dr. **Marcos Koiti Itinoche**.

Ao Prof. Dr. **Renato Sussumu Nishioka** pela amizade, confiança e pelas importantes oportunidades oferecidas durante o curso de pós-graduação.

Ao meu especial e eterno amigo Dr. **Marco Cícero Bottino**.

Ao casal de amigos Dr. **Gustavo N. Dotto** e Dra. **Patrícia Pasquali Dotto**.

Ao Prof. Dr. **Ivan Balducci**, pela amizade e fundamental contribuição na análise estatística.

À **Sra. Lea** pela amizade e contribuição na execução das etapas experimentais do estudo.

Às secretárias do Depto de Materiais Odontológicos e Prótese dessa Faculdade **Eliane Wenzel, Suzana Cristina de Oliveira, Maria Inês Moreira dos Santos e Nilza Maria Teixeira**, pelo apoio incondicional na condução deste trabalho.

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

Ao Instituto de Química da Universidade Estadual Paulista (Campus de Araraquara) por conceder o MEV, especialmente ao Seu **Sebastião** pelo excelente trabalho técnico na obtenção das micro-fotografias.

Ao TPD **Luis Kiyan** por permitir acesso e utilização de seu Laboratório de Prótese.

À Diretora Técnica de Serviços de Biblioteca e Documentação **Ângela de Brito Bellini**, da Faculdade de Odontologia de São José dos Campos – UNESP, pelas correções normativas.

À **Fundação de Amparo à Pesquisa de Estado de São Paulo (FAPESP) – Processo nº 2001/13978-1**, pelo apoio financeiro concedido à pesquisa.

A todos os professores e funcionários da Faculdade de Odontologia de São José dos Campos – UNESP pela sincera amizade.

## SUMÁRIO

LISTA DE FIGURAS.....	08
LISTA DE QUADRO E TABELAS.....	10
LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS.....	11
RESUMO.....	12
1 INTRODUÇÃO.....	13
2 REVISÃO DE LITERATURA.....	16
2.1 Resistência de união a cerâmicas.....	16
2.1 Ensaios de resistência de união – cisalhamento, tração e microtração.....	34
3 PROPOSIÇÃO.....	46
4 MATERIAIS E MÉTODO.....	47
5 RESULTADOS.....	55
6 DISCUSSÃO.....	61
6.1 Considerações sobre os resultados de resistência de união.....	61
6.2 Considerações sobre metodologia.....	70
7 CONCLUSÕES.....	77
8 REFERÊNCIAS.....	78
APÊNDICES.....	86
ABSTRACT.....	90

## LISTA DE FIGURAS

FIGURA 1 - Bloco cerâmico.....	48
FIGURA 2 - Desenho esquemático da divisão dos blocos em três porções.....	48
FIGURA 3 - Desenho esquemático dos blocos de cerâmica e resina composta cimentados.....	51
FIGURA 4 - Desenho esquemático do bloco fixado na base metálica.	51
FIGURA 5 - Desenho esquemático da secção do bloco (A); três fatias obtidas (B).....	52
FIGURA 6 - Desenho esquemático da secção das fatias (A); cp utilizados para o ensaio (B); formato do cp (C).....	52
FIGURA 7 - Paquímetro adaptado para o ensaio.....	53
FIGURA 8 - Média e desvios padrões dos dados de resistência de união (MPa).....	56
FIGURA 9 - Cerâmica do grupo 1 ( $Al_2O_3$ ). Observar a fixação das partículas de $Al_2O_3$ (MEV - 2000x).....	57
FIGURA 10 - Cerâmica do grupo 2 (Sistema Rocatec). Constata-se que as partículas de sílica se fixaram na superfície cerâmica (MEV - 2000x).....	57
FIGURA 11 - Cerâmica do grupo 3 (Sistema CoJet). Constata-se o mesmo padrão microscópico que o Sistema Rocatec (MEV - 2000x).....	58

FIGURA 12 - Mapeamento da sílica depositada na superfície cerâmica pelos sistemas triboquímicos (MEV – 1000x).	58
FIGURA 13 - Amostra do grupo $Al_2O_3$ após o ensaio de microtração (MEV – 100x e 5000x).....	59
FIGURA 14 - Amostra do grupo Rocatec após ter submetido ao ensaio de microtração (MEV – 100x e 5000x).....	59
FIGURA 15 - Amostra do grupo CoJet após o ensaio de microtração (MEV – 100x e 5000x).....	59
FIGURA 16 - Amostras dos grupos $Al_2O_3$ (A), Rocatec (B) e CoJet (C) após o ensaio de microtração (MO - 50x).....	60

## LISTA DE QUADRO E TABELAS

Quadro 1 - Métodos de tratamento de superfície.....	47
Quadro 2 - Nome comercial, composição e fabricante do cimento resinoso Panavia F.....	50
Tabela 1 - Análise de variância dos valores de resistência de união..	55
Tabela 2 - Médias de resistência de união (MPa) e desvios padrões (MPa) dos grupos experimentais e valor crítico para contraste.....	56
Tabela 3 - Grupo 1: Microjateamento com Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> .....	87
Tabela 4 - Grupo 2: Sistema Rocatec.....	88
Tabela 5 - Grupo 3: Sistema CoJet.....	89
Tabela 6 - Teste de aderência à curva normal: Valores originais.....	90

## LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

$\mu\text{m}$  = micrometro

$^{\circ}\text{C}$  = grau Celsius

$\text{Al}_2\text{O}_3$  = óxido de alumínio

e.g. = por exemplo

g = grama

$\text{Kg}/\text{cm}^2$  = kilograma força por centímetro quadrado

min = minuto

mm = milímetro

$\text{mm}.\text{min}^{-1}$  = milímetro por minuto

$\text{mm}^2$  = milímetro quadrado

MPa = mega Pascal

s = segundo

AFL = ácido fluorídrico

ASTM = American Society for Testing and Materials

Bis-GMA = Bisfenol Glicidil Metacrilato

CAD/CAM = Computer Aided Designing / Computer Aided Machining

cp = amostra ou corpo-de-prova

FEA = análise de elementos finitos

MDP ou monômeros-fosfatos = 10-methacryloyloxydecyl-dihydrogen-phosphate

MEV = microscópio eletrônico de varredura

MO = microscópio óptico

MPS =  $\gamma$ -methacryloxypropyltrimethoxysilane

SOARES, L. F. **Resistência de união entre um cimento resinoso e uma cerâmica aluminizada submetida a diferentes tratamentos de superfície.** 2003. 91f. Dissertação (Mestrado em Odontologia Restauradora, Área de concentração em Prótese) – Faculdade de Odontologia de São José dos Campos, Universidade Estadual Paulista, São José dos Campos, 2003.

### RESUMO

Este estudo avaliou a resistência de união entre um cimento resinoso e uma cerâmica submetida a três tratamentos de superfície. Foram confeccionados cinco blocos cerâmicos (Procera AllCeram), com dimensões de 6mm X 6mm X 15mm. Cada bloco foi seccionado em três porções (6mm X 6mm X 5mm). Os quinze blocos obtidos foram duplicados em resina composta (W3D Master) e a superfície cerâmica foi polida com lixas nº 600, 800 e 1200. Os blocos divididos em três grupos experimentais: Grupo 1 – Jateamento com  $Al_2O_3$  110 $\mu$ m; Grupo 2 – Sistema Rocatec: Rocatec-Pre + Rocatec-Plus + Rocatec-Sil; Grupo 3 – Sistema CoJet: jateamento com partículas especiais de sílica 30 $\mu$ m + ESPE-Sil. Os blocos cerâmicos foram cimentados aos de resina composta com o cimento resinoso Panavia F, conforme as instruções do fabricante, sob carga de 750g por 10min. Os blocos cimentados foram armazenados (água destilada/37°C/7 dias) e seccionados em dois eixos, x e y, com disco diamantado sob refrigeração, obtendo-se corpos-de-prova (n=30) com  $0,6 \pm 0,1$ mm<sup>2</sup> de área adesiva. Cada cp foi fixado em um paquímetro adaptado para o teste de microtração e o ensaio realizado (velocidade: 1mm.min<sup>-1</sup>) em máquina de ensaio universal (EMIC DL-1000). Os dados obtidos foram submetidos à análise de variância e teste de Tukey. Os valores médios de resistência de união (MPa) foram: Grupo 1 –  $12,70 \pm 2,6$ ; Grupo 2 –  $17,06 \pm 3,9$ ; Grupo 3 –  $18,52 \pm 4,72$ . G2 e G3 apresentaram resistência de união estatisticamente maior que G1. Não houve diferença estatística significativa entre G2 e G3 (p<0,05).

**PALAVRAS-CHAVE:** Resistência à tração; cerâmica; óxido de sílica; cimentos resinosos.

## 1 INTRODUÇÃO

A odontologia restauradora tem sido modificada em diversos aspectos que parecem instituir novas regras às técnicas restauradoras indiretas. Desde que McLean & Hughes<sup>45</sup> (1965) introduziram uma nova proposta de sistema cerâmico, com a adição de alumina ( $Al_2O_3$ ) às cerâmicas convencionais, a reabilitação oral adotou um rumo promissor no sentido das restaurações estéticas livres de metal comumente conhecidas por *metal-free*.

O sistema cerâmico para infra-estrutura Procera AllCeram é constituído por alta quantidade de alumina (99,9% de  $Al_2O_3$ ) densamente sinterizada. Após sua manufatura, é possível observar, sob microscopia, a distinta compactação dessas partículas sem qualquer porosidade (ANDERSSON & ODÉN<sup>2</sup>, 1993). Assim, tem-se um tipo de substrato resistente à ação de ácidos (AWLIYA et al.<sup>5</sup>, 1998).

Esse sistema cerâmico *metal-free* tem se mostrado próspero clinicamente conforme estudos de Odén et al.<sup>50</sup> (1998), que acompanharam 97 restaurações desse material durante 5 anos, verificando taxa de sucesso de 95%. No que se refere às propriedades mecânicas, tem sido observado comportamento diferenciado deste sistema cerâmico em detrimento às cerâmicas feldspáticas, leucíticas e a base de dissilicato de Lítio (WAGNER & SHU<sup>75</sup>, 1996; WHITE et al.<sup>78</sup>, 1996; GIORDANO<sup>25</sup>, 2000; ITINOCHE<sup>32</sup>, 2002). Isto têm favorecido sua indicação para coroas totais, coroas parciais *onlay/overlay*, facetas laminadas, bem como para próteses fixas livres de metal, mesmo que alguns autores relatem insegurança quanto à cimentação adesiva (HAGER et al.<sup>28</sup>, 2001).

Embora as características mecânicas tenham tido e merecido investigações, a fim de abranger as indicações clínicas dos sistemas cerâmicos *metal-free*, uma preocupação evidente diz respeito à compatibilidade de união das cerâmicas aluminizadas à estrutura dental.

Pospiech et al.<sup>60</sup> (1996) propuseram um novo desenho de preparo para prótese fixa adesiva em dentes anteriores (preparos parciais), ressaltando a importância de uma abordagem adesiva segura na cimentação definitiva, especialmente quanto ao tratamento da superfície interna da cerâmica aluminizada. Kern & Strub<sup>35</sup> (1998) avaliaram durante 5 anos 17 próteses adesivas (preparos sem retenção mecânica) em In-Ceram Alumina. Para a cimentação adesiva, a superfície interna da cerâmica foi tratada com o sistema Rocatec associado ao sistema adesivo Panavia EX. A união gerada entre a cerâmica assim tratada, o cimento Panavia EX e o esmalte condicionado pelo ácido fosfórico foi classificada como clinicamente estável. Hager et al.<sup>26</sup> (2001) descreveram a técnica de facetas laminadas com o sistema cerâmico Procera Allceram, quando também ressaltam a necessidade de cuidados nos procedimentos de cimentação adesiva ao se executar preparos com pouca retentividade.

Atualmente, o processo de união das cerâmicas feldspáticas (baseadas em sílica e baixo conteúdo de alumina) aos sistemas adesivos (agente de união e cimentos resinosos) parece estar bem estabelecido, visto que a união é proporcionada pelo condicionamento com ácido fluorídrico, potencializada pelo agente silano. Ambos têm a propriedade de aumentar a molhabilidade do cimento (LU et al.<sup>43</sup>, 1992; PHOENIX & SHEN<sup>56</sup>, 1995), facilitando o contato desses cimentos na superfície cerâmica. Além disso, o silano desempenha função de ligação entre a sílica contida na cerâmica e a matriz orgânica dos cimentos resinosos através de uniões siloxanas (HORN<sup>30</sup>, 1983; HAYAKAWA et al.<sup>28</sup>, 1992; LU et al.<sup>43</sup>, 1992; SÖDERHOLM & SHANG<sup>67</sup>, 1993; AIDA et al.<sup>1</sup>, 1995;

JARDEL et al.<sup>33</sup>, 1999; BARGHI<sup>6</sup>, 2000; DELLA BONA et al.<sup>18</sup>, 2000; BOTTINO et al.,<sup>9</sup> 2001).

Entretanto, nem o condicionamento com ácido fluorídrico ou sulfúrico, nem a silanização, têm sido eficazes em proporcionar união entre cerâmicas aluminizadas com baixo conteúdo de sílica aos cimentos resinosos. Estudos têm comprovado esta ineficácia, a curto e longo prazo, pela incapacidade desses ácidos degradarem a superfície compacta da cerâmica com alto conteúdo de alumina (KERN et al.<sup>40</sup>, 1991; PAPE et al.<sup>53</sup>, 1991; SORENSEN et al.<sup>68</sup>, 1991; KRAIVIXIEN-VONGPHANTUSET et al.<sup>42</sup>, 1992; ISIDOR et al.<sup>31</sup>, 1995; AWLIYA et al.<sup>5</sup>, 1998; DÉRAND & DÉRAND<sup>19</sup>, 2000; MADANI et al.<sup>44</sup>, 2000; ÖZCAN et al.<sup>52</sup>, 2001).

O jateamento de sílica (silicatização) aparece como um promissor tratamento de superfície de cerâmicas aluminizadas. Mesmo tendo conhecimento que alguns trabalhos científicos já tenham sido conduzidos (AWLIYA et al.<sup>5</sup>, 1998; BLIXT et al.<sup>8</sup>, 2000; FRIEDERICH & KERN<sup>23</sup>, 2002), entendemos, criticamente, que os métodos de ensaio para avaliar a resistência de união empregados nestas pesquisas, especialmente o de cisalhamento, têm sido discutidos e até revogados por limitações inerentes ao próprio ensaio, colocando em dúvida seus resultados (DeHOFF et al.<sup>15</sup>, 1995; KITASAKO et al.<sup>41</sup>, 1995; VERSLUIS et al.<sup>74</sup>, 1997; CARDOSO et al.<sup>11</sup>, 1998; SCHREINER et al.<sup>62</sup>, 1998; SUDSANGIAM & VAN NOORT<sup>69</sup>, 1999). Assim, fundamentados na literatura científica, nos propusemos avaliar a resistência de união, usando o ensaio de microtração, entre um cimento resinoso e a cerâmica Procera AllCeram submetida a diferentes tratamentos de superfície.

## 2 REVISÃO DE LITERATURA

### 2.1 Resistência de união a cerâmicas

McLean & Hughes<sup>45</sup> (1965) desenvolveram uma nova classe de material cerâmico com matriz vítrea reforçada pelo acréscimo de cristais de alumina ( $Al_2O_3$ ). Os resultados de avaliações clínicas e ensaios mecânicos mostraram que esta nova cerâmica alcançou valores de resistência transversa duas vezes maior que os sistemas cerâmicos tradicionais (feldspáticos). Com este método de reforço, os autores recomendaram o emprego deste sistema em próteses unitárias.

Guggenberger<sup>25</sup> (1989) introduziu o método de deposição de sílica na superfície pelo sistema Rocatec em ligas metálicas, que seguia os seguintes procedimentos: a) microjateamento com  $Al_2O_3$  110 $\mu$ m a 2,5 bars de pressão a 10mm de distância por 13s [Rocatec-Pre]; b) deposição de sílica pelo microjateamento com partículas de sílica sob pressão de 5 bars a 10mm de distância por 13s [Rocatec-Plus]; c) aplicação de agente silano [Rocatec-Sil]. O autor relatou como principal vantagem a rapidez na execução do tratamento e a observação visual direta da camada silicatizada e concluiu que esse método proporcionou maiores valores de união que o microjateamento convencional com  $Al_2O_3$  (110 $\mu$ m ou 250 $\mu$ m).

A resistência á tração entre a cerâmica aluminizada infiltrada de vidro In-Ceram e cimentos resinosos foi investigada por Kern et al.<sup>40</sup> (1991). Cilindros da cerâmica foram divididos em: Grupo 1 – microjateamento com  $Al_2O_3$  110 $\mu$ m + cimento Panavia EX; Grupo 2 – sistema Rocatec + Panavia EX; Grupo 3 – ácido sulfúrico 70% por 120s + Panavia EX; Grupo 4 - microjateamento com  $Al_2O_3$  110 $\mu$ m + silano Rocatec-Sil + adesivo Estic-bond + cimento resinoso a base de Bis-GMA Microfil-Pontic; Grupo 5 - sistema Rocatec + Estic-bond + Microfil-Pontic;

Grupo 6 - ácido sulfúrico 70% por 120s + Estic-bond + Microfil-Pontic. Os grupos foram subdivididos em três subgrupos de acordo com o tempo de armazenagem (37°C) e ciclagem térmica (TC: 5°C - 37°C - 55°C): a) um dia sem TC; b) 30 dias + 15.000 TC; c) 150 dias + 75.000 TC. Realizado o ensaio de tração (2mm.min<sup>-1</sup>), foram registrados os seguintes valores (N/mm<sup>2</sup>): 1a = 49,4; 1b = 50,4; 1c = 46,2; 2a = 46,6; 2b = 47,1; 2c = 42,7; 3a = 18,5; 3b = 0,0; 3c = 0,0; 4a = 6,1; 4b = 9,4; 4c = 2,0; 5a = 18,2; 5b = 23,9; 5c = 11,6; 6a = 10,2; 6b = 0,0; 6c = 0,0. Os autores concluíram que as amostras microjateadas e cimentadas com o cimento resinoso com monômeros-fosfato Panavia EX obtiveram maiores e estáveis resistências de união que os demais grupos (3, 4, 5 e 6). As amostras unidas com o cimento resinoso Microfil-Pontic apresentaram melhores resistências de união à cerâmica silicatizada (sistema Rocatec) e o tratamento com ácido sulfúrico 70% não promoveu união estável.

Pape et al.<sup>53</sup> (1991) avaliaram a capacidade de união da cerâmica In-Ceram a superfície de esmalte vestibular de incisivos centrais usando o ensaio de cisalhamento. Além de amostras em cerâmica aluminizada infiltrada de vidro In-Ceram, foram confeccionadas blocos constituídos da mistura entre pó de alumina (In-Ceram) e pó da cerâmica com médio teor de alumina Vitadur N. A superfície destes blocos foi condicionada com ácido fluorídrico (tempo de 2,5, 5, 10, 15 ou 20min). Segundo os autores, os métodos de condicionamento propostos não foram suficientes para promover união aceitável à cerâmica In-Ceram.

Sorensen et al.<sup>69</sup> (1991) avaliaram a resistência ao cisalhamento entre cerâmica – resina composta. Amostras de cerâmica feldspática, feldspática reforçada com leucita e aluminizada foram confeccionadas e assim tratadas: a) controle sem tratamento; b) somente silano; c) ácido fluorídrico 20% por 3min; d) ácido fluorídrico 20% por 3min + silano. Seguiu-se a aplicação do cimento resinoso com auxílio de uma matriz cilíndrica (diâmetro – 3,65mm), armazenagem (sete dias – 37° C), termociclagem (1000x – 5°C/55°C) e execução do ensaio. Os valores de

resistência evidenciaram a ineficácia da ação do ácido sobre cerâmica com 30% de alumina (Hi-Ceram core), apesar de melhorar a resistência de união na cerâmica com 10% de alumina (Vitadur-N). Os autores concluíram que: o ácido fluorídrico aumentou a resistência de união de porcelanas feldspáticas e porcelanas com baixo e médio conteúdo de alumina; porcelanas com alta quantidade de alumina são resistentes ao condicionamento ácido; o silano não proporcionou aumento na resistência de união.

A resistência de união entre resina composta e cerâmica foi verificada por Hayakawa et al.<sup>28</sup> (1992), em função de três métodos de condicionamento da cerâmica (Jelenko): a – polimento; b – ácido fosfórico por 60s; c – ácido fluorídrico por 60s e aplicação de diferentes silanos, seguidos do agente de união e da resina composta. Realizado o ensaio de cisalhamento, foi possível constatar que, para os silanos Laminabond e Optec Silane, o condicionamento com ácido fluorídrico não foi necessário, pois os silanos geraram uniões de tipo siloxanas com os grupos OH da cerâmica.

A influência de tratamentos de superfície sobre a resistência de união entre a cerâmica In-Ceram e cimento resinoso Dicor MGC foi estudada por Kraivixien-Vongphantuset et al.<sup>42</sup> (1992). Amostras da cerâmica foram confeccionadas e tratadas com os seguintes métodos: Grupo 1) ácido fluorídrico modificado por 5min + agente silano (Rocatec-Sil); Grupo 2) ácido fluorídrico modificado por 5min + silano (Caulk); Grupo 3) Sistema Rocatec; Grupo 4) Microjateamento com  $Al_2O_3$  e agente silano (Rocatec-Pre e Sil). Realizada a termociclagem (200 ciclos, 5°C-55°C) e o ensaio de cisalhamento, foram registrados os seguintes valores médios ( $Kg/cm^2$ ): G1 – 69,9; G2 – 77,5; G3 – 123,1; G4 – amostras falharam antes do teste. Conforme a verificação estatística, o tratamento com Rocatec proporcionou os maiores valores de resistência de união entre In-Ceram e cimento resinoso, quando comparado com os métodos tradicionais.

Lu et al.<sup>43</sup> (1992) se propuseram avaliar a resistência de união de cerâmica Vitadur-N a cimentos resinosos. Os tratamentos de superfície empregados foram: o ácido fluorídrico 2%; aplicação de agente silano; o ácido fluorídrico + silano; grupo controle sem tratamento. A análise estatística mostrou que o mais alto valor foi obtido com a cerâmica atacada por ácido e silanizada. Sob MEV, o ácido fluorídrico permitiu a formação de microtubos e poros interconectados, que, juntamente com o agente silano, efetivam a união da cerâmica aos sistemas adesivos. Os autores concluíram que: a resistência à fratura da cerâmica pode ser melhorada com esses procedimentos; a função do silano é promover um aumento na molhabilidade do agente união sobre a superfície cerâmica, bem como, unir-se quimicamente com a fase cristalina da cerâmica e com a orgânica do compósito.

Neikes et al.<sup>48</sup> (1992) avaliaram o efeito de tratamentos de superfície e agentes silanos sobre a resistência à tração entre um cimento resinoso a base de Bis-GMA e a cerâmica In-Ceram. Para tanto, discos da cerâmica foram confeccionados e tratados: G1) Microjateamento com  $\text{Al}_2\text{O}_3$  110 $\mu\text{m}$ ; G2) Sistema Rocatec; G3) Microjateamento com  $\text{Al}_2\text{O}_3$  110 $\mu\text{m}$  + Microfil pontic; G4) Sistema Silicoater MD + Microfil pontic, e unidos entre si com cimento resinoso. Depois dos cp terem sido subdivididos conforme o tempo de armazenagem (um, trinta, 150 dias) em saliva artificial a 37°C, foram termociclados (250x / 37°C - 5°C - 37°C - 55°C) e ensaiados sob tração. Os valores obtidos (MPa) foram: Grupo 1 – 3,4  $\pm$  1,1 (um dia), as outras amostras descolaram com 29 dias; Grupo 2 – 34,1  $\pm$  7,1 (um dia), 32,4  $\pm$  6,0 (trinta dias) e 38,7  $\pm$  6,3 (150 dias); Grupo 3 – 6,1  $\pm$  1,0 (um dia), 9,4  $\pm$  3,0 (trinta dias) e 2,0  $\pm$  2,4 (150 dias); Grupo 4 – 28,3  $\pm$  5,2 (um dia), 22,1  $\pm$  3,5 (trinta dias) e 15,0  $\pm$  3,9 (150 dias). O grupo 2 foi estatisticamente superior aos grupos 1, 3 e 4 que foram semelhantes entre si. Os autores concluíram que somente o sistema Rocatec estabilizou a união cimento resinoso e cerâmica In-Ceram.

O sistema cerâmico para infra-estrutura com alto conteúdo de alumina (99,9% de  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) densamente sinterizada (Procera AllCeram) foi descrito por Andersson & Odén<sup>2</sup> (1993): inicialmente o troquel-mestre foi escaneado e digitalizado (CAD – Scanner Procera), as imagens foram interpretadas pelo programa e uma fresa monitorada por computador (Sistema CAD/CAM) usinou outro modelo com aumento de 12% a 20% em relação ao troquel-mestre, com o propósito de compensar a contração da alumina durante o seu processamento. Sobre o troquel duplicado, o pó altamente puro de alumina (99,9% de  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) foi aplicado e submetido ao processo de compactação sob alta pressão, eliminando os poros entre as partículas de alumina. Esta infra-estrutura ainda foi submetida à sinterização durante 1 hora a temperatura de 1550°C. A resistência média à flexão da cerâmica foi de  $601 \pm 73\text{MPa}$ . Sob microscopia, observaram alta compactação das partículas de alumina, sem qualquer porosidade entre elas. Os autores concluíram que este sistema cerâmico pode ser empregado como infra-estruturas personalizadas para implantes unitários, bem como, em procedimentos protéticos convencionais. Ainda ressaltaram que as características examinadas do material, tais como, resistência à flexão, densidade e tamanho de partículas foram enquadradas nas exigências requeridas pela norma ISO 6474-1981 para implantes e materiais cerâmicos baseados em alumina.

Kern & Thompson<sup>36</sup> (1994) empregaram a análise química por espectroscopia (ESCA) para avaliar superficialmente a cerâmica In-Ceram, após submetê-la a diversos tratamentos: (POL) abrasão com ponta diamantada; (SB) microjateamento com  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ; (RO) cobertura de sílica com o sistema Rocatec - microjateamento com  $\text{Al}_2\text{O}_3$  110 $\mu\text{m}$  a 2,5 bars de pressão, 10mm de distância [Rocatec-Pre], deposição de sílica pelo microjateamento com partículas de sílica [Rocatec-Plus] e aplicação de agente silano [Rocatec-Sil]; (MD) deposição térmica de sílica - Silicoater MD. Depois dos tratamentos, o agente silano MPS foi aplicado em todas as amostras. Conforme a análise ESCA, as proporções

silica/alumina de cada tratamento foram: POL – 0,17; SB – 0,07; RO – 4,28; MD – 5,61. Pelo fato do microjateamento ser constituído somente de partículas de alumina, a taxa de sílica na superfície foi insignificante. Quando o silano foi aplicado, novas proporções foram registradas: SB com silano – 0,13; RO com silano – 2,66; MD com silano – nada de alumina detectado. O decréscimo da relação Si/Al no RO – silano em relação ao RO sugeriu que o MPS não se uniu à alumina, mas se concentrou sobre a camada de sílica depositada previamente (Rocatec-Plus). Estes achados explicam por que o microjateamento não tem proporcionado altas e estáveis resistências de união, que são obtidas pela deposição de sílica e silanização.

A perda de volume, micromorfologia e mudanças na composição de superfície da cerâmica In-Ceram condicionada por diferentes métodos foram averiguadas por Kern & Thompson<sup>37</sup> (1994), empregando o microjateamento com partículas de  $Al_2O_3$  110 $\mu$ m, o sistema Rocatec e o sistema Silicoater MD (microjateamento com  $Al_2O_3$  + deposição pirolítica de sílica). O sistema Rocatec (Rocatec-Plus) causou um aumento estatisticamente significativo na taxa de sílica (4,5% para 19,7%), que foi diminuída para 15,8% após ter sido limpo ultrassonicamente, sugerindo alto poder de fixação das partículas de sílica remanescentes e significativa compatibilidade adesiva com o agente silano (Rocatec-Sil). O aumento no conteúdo de sílica (6,74%) foi menos significativo para o sistema Silicoater MD. Analisando a presença de sílica em relação ao óxido de lantânio (componente da fase vítrea do In-Ceram), constatou-se que ao executar o jateamento com Rocatec-Plus houve aumento no conteúdo de sílica e diminuição no de vidro, comprovando a silicatização superficial. Os autores inferiram que o sistema Rocatec aumentou o conteúdo de sílica na superfície, fornecendo uma base para união química do silano. O sistema Silicoater MD aumentou discretamente a taxa de sílica, comparado ao microjateamento com  $Al_2O_3$ .

Aida et al.<sup>1</sup> (1995) avaliaram a resistência de união entre resina composta e cerâmica (Laminabond Porcelain Masking) sob vários tratamentos da superfície cerâmica: a) Polimento; b) ácido fosfórico por 60s (K-etchant, Kuraray); c) condicionamento b associado a limpeza ultrassônica; d) ácido fluorídrico por 60s; e) condicionamento d + ultrassom. Estes grupos ainda foram subdivididos segundo o emprego de três agentes silanos: solução experimental  $\gamma$ -methacryloxypropyl trimethoxysilane 2% ( $\gamma$ -MPTS/EtOH); Porcelain Liner M e Tokuro Ceramic Primer. As amostras tratadas foram analisadas sob espectroscopia infravermelha para mensurar a composição superficial. Seguiu a aplicação do agente de união e resina composta, e execução do ensaio de cisalhamento. Os resultados mostraram que a resistência de união nas amostras silanizadas com Porcelain e Tokuro não foram influenciados pela ação do ácido, o qual contribuiu para aumento da resistência quando o silano  $\gamma$ -MPTS/EtOH foi usado. Portanto, para que esse último silano se tornasse efetivo foi fundamental a retenção micromecânica gerada pelo ácido fluorídrico, o que não aconteceu nos outros dois silanos, que obtiveram alta resistência independente do ácido. Conforme estes resultados, os estudiosos concluíram que a formação de uniões do tipo siloxanas contribuiu efetivamente para a adesão entre porcelana e resina composta; maior rugosidade de superfície foi gerada pelo ácido fluorídrico.

A proposta do estudo de Isidor et al.<sup>31</sup> (1995) foi avaliar a resistência de união entre cimentos resinosos e a cerâmica In-Ceram submetida aos seguintes tratamentos: a) microjateamento com  $Al_2O_3$  50 $\mu$ m ou 250 $\mu$ m (pressão de 3,6 bars); b) Silicoup: condicionamento a + aplicação dos produtos A + B do sistema; c) Silicoater MD: condicionamento a + limpeza da superfície com Siliclean e secagem, aplicação de uma camada de Sililink (óxido de sílica -  $SiO_2$ ) submetida a temperatura programada pelo sistema e aplicação de silano Siliseal; d) ácido sulfúrico 70% por 2min; e) abrasão com instrumentos especiais

antes da infiltração do vidro. Após, os blocos cerâmicos foram cimentados com cimento resinoso Twinlook (Bis-GMA) ou cimento resinoso contendo monômeros-fosfato (Panavia EX), sob carga constante. Após o ensaio de tração ter sido realizado, os blocos foram novamente cimentados e ensaiados. Estatisticamente, os mais altos valores de resistência de união foram conseguidos com os grupos Silicoater MD / Twinlook (23,9 MPa) e microjateamento com  $Al_2O_3$  / Panavia EX (22,0 MPa). As amostras microjateadas com  $Al_2O_3$  250 $\mu$ m obtiveram maior resistência que as microjateadas com  $Al_2O_3$  50 $\mu$ m. Os autores concluíram que a resistência de união obtida com a cerâmica In-Ceram associada ou com Silicoater MD / Twinlook ou com microjateamento com  $Al_2O_3$  / Panavia EX, foi similar a resistência adesiva conseguida com porcelanas feldspática condicionadas com ácido fluorídrico e agente silano.

A resistência da união entre cerâmica In-Ceram (80% de alumina e 5% de sílica) e cimentos resinosos foi estudada por Kern & Thompson<sup>38</sup> (1995), frente a tratamentos da superfície cerâmica e termociclagem/armazenagem. Para tanto, amostras de cerâmica (discos com 6mm de diâmetro) foram submetidos aos seguintes tratamentos, após terem sido microjateadas (JAT) com partículas de  $Al_2O_3$  110 $\mu$ m (pressão 2,5 bars, por 14s, distância de 10mm): G1) JAT + cimento resinoso Twinlook (base de Bis-GMA); G2) JAT + silano + Twinlook; G3) sistema Rocatec (Rocatec-Pre, Plus e Sil) + Twinlook; G4) JAT + sistema Silicoater MD + silano Siliseal + Twinlook; G5) JAT + cimento Panavia EX; G6) JAT + cimento Panavia TPN-S ou 21. Um cilindro de acrílico com 3,3mm de diâmetro e 15mm de altura foi preenchido com resina composta auto-polimerizável. Passado 8min, este conjunto foi unido à cerâmica com os cimentos citados, sob carga de 750g, seguindo remoção dos excessos e fotopolimerização. Posteriormente, os 6 grupos foram dispostos em três subgrupos, conforme o tempo de armazenagem (37°C) e termociclagem entre 5°C-55°C (TC): um dia sem TC (1d); trinta dias com 7.500 TC (30d); 150 dias com 37.500 TC (150d), e sujeitos ao ensaio de tração. A

resistência de união (MPa) do grupo 1 decresceu significativamente depois de trinta dias, descolando espontaneamente aos 150 dias (1d - 26,75; 30d - 2,34; 150d - 0,0); o grupo 2 mostrou menor redução com o passar do tempo (1d - 35,42; 30d - 14,11; 150d - 3,11); o grupo 3 desenvolveu a mais alta e estável resistência de união (1d - 48,35; 30d - 49,49; 150d - 49,85); o grupo 4 obteve estabilidade até 30 dias, decaindo aos 150 dias (1d - 46,86; 30d - 44,15; 150d - 11,97); o grupo 5 gerou resistência estável (1d - 54,09; 30d - 48,19; 150d - 41,67); o grupo 6 decresceu substancialmente aos 150 dias, apesar de ter sido semelhante estatisticamente aos valores do grupo 3 e 5 (1d - 59,67; 30d - 38,54; 150d - 35,75). O modo de falha nos grupos 3 (Rocatec), 5 (Panavia EX) e 6 (Panavia 21), considerando os três tempos, foi totalmente coesivo no cimento. Os bons resultados nos grupos 5 e 6 foram atribuídos aos monômeros-fosfato MDP contido nos cimentos Panavia EX e Panavia 21, sendo a redução de resistência atribuída a degradação do cimento e não pelo enfraquecimento da união. Os autores concluíram que a durabilidade da união a In-Ceram somente foi obtida pela combinação da deposição sílica (Rocatec) com cimentos resinosos a base de Bis-GMA ou associando microjateamento de  $Al_2O_3$  110 $\mu$ m com cimento resinoso baseado em monômeros-fosfato. Ainda sugeriram o emprego destes métodos em cerâmicas com baixo teor de sílica, tais como, aluminizadas/compactadas (Procera), aluminizadas reforçadas com zircônia (In-Ceram Zircônia) e alumina-magnésio (In-Ceram Spinnel).

Phoenix & Shen<sup>56</sup> (1995) investigaram o efeito de tratamentos de superfície sobre o ângulo de contato ou molhabilidade de uma porcelana feldspática. A análise de ângulo de contato dinâmico e microscopia eletrônica de varredura foram empregadas para caracterizar o efeito dos seguintes tratamentos: a) controle sem tratamento; b) jateamento com partículas de  $Al_2O_3$  50 $\mu$ m; c) fluor amônio; d) fluor fosfato acidulado; (5) ácido fluorídrico. Os autores concluíram que os tratamentos químico e mecânico proporcionaram aumento da área superficial para

adesão bem como aumento na energia de superfície (molhamento). Inferiu-se que o aumento da área superficial e da molhabilidade pode significar melhor capacidade de união de cimentos resinosos a cerâmicas feldspáticas.

Awliya et al.<sup>5</sup> (1998) investigaram a resistência ao cisalhamento entre cerâmica Procera AllCeram e cimento resinoso. Para tanto, cp da cerâmica foram fabricados e a superfície foi submetida aos seguintes tratamentos: G1 – ácido fluorídrico 9,6% por 2min; G2 – microjateamento com  $Al_2O_3$  50 $\mu$ m por 15s; G3 – abrasão com ponta diamantada e ácido fosfórico 37% por 2min; G4 – nenhum tratamento (grupo controle). Após o agente silano Enforce Silane Coupling Agent ter sido aplicado por 1min na superfície cerâmica, o cimento resinoso Enforce dual-cure foi manipulado, aplicado na superfície e fotopolimerizado. As amostras foram armazenadas por sete dias (100% de umidade a temperatura ambiente) e ensaiadas (0,5mm.min<sup>-1</sup>). Sob microscopia, a ação da ponta diamantada provocou um padrão de abrasão que sugeriu retenção micromecânica pela remoção de partículas superficiais de alumina. Esse padrão microscópico ficou menos evidente nas amostras microjateadas e não foi observado na cerâmica tratada com ácido fluorídrico. A resistência de união do grupo 2 (11,99 MPa) foi estatisticamente superior a resistência obtida pelos outros três grupos (G1 - 5,38 MPa; G3 - 9,13 MPa; G4 - 6,66 MPa). Os autores concluíram que o microjateamento constituiu-se no tratamento mais efetivo para a cerâmica Procera AllCeram. Justificaram a ineficácia do ácido fluorídrico pelo fato da alumina ser resistente a ação desse ácido, não sofrendo degradação química. Ainda comentaram que a função do silano não foi promover união química do Procera ao cimento, tal como ocorre em cerâmicas feldspáticas, mas de aumentar a molhabilidade cimento resinoso e promover interação mais íntima entre esse e a superfície cerâmica.

Kern & Wegner<sup>39</sup> (1998) estudaram a resistência de união entre cimentos resinosos e a cerâmica de zircônia parcialmente

estabilizada com óxido de ítrio (YPSZ). Amostras da cerâmica YPSZ (94,9% de óxido de zircônia + 5,1% de óxido de ítrio) foram fabricadas e após terem sido microjateados (JAT) com partículas de  $Al_2O_3$  110 $\mu$ m (pressão - 2,5 bars; distância - 10mm) e lavadas ultrassonicamente (3min) em isopropanol 96%, os seguintes grupos foram constituídos: G1) SAND – união com o cimento resinoso Twinlook; G2) SIL – silanização da superfície com ESPE-Sil + Twinlook; G3) ROC – Sistema Rocatec + Twinlook; G4) KEV – Sistema Kevloc – Kevloc primer foi aplicado por 2min, seguido do Kevloc bond (resina *urethane*) e da termo-ativação + Twinlook; G5) PAN – cimento Panavia EX; 6) PAN21 – cimento Panavia 21; G7) DYR – cimento Dyract-Cem. Um tubo acrílico com 3,3mm de diâmetro e 15mm de altura foi preenchido com resina composta auto-polimerizável (Clearfil FII). Depois de 8min, o cilindro foi cimentado na cerâmica sob carga de 750g. Posteriormente, os sete grupos foram subdivididos em três subclasses, em função do tempo de armazenagem (37°C) e termociclagem entre 5°C – 55°C (TC): três dias de armazenagem sem TC (3d); 150 dias de armazenagem + 37.500 TC (150d). Além do ensaio de tração (2mm.min<sup>-1</sup>), foi estudado o modo de falha das amostras (MEV – 30x). Os seguintes valores de resistência de união (MPa) foram registrados: SAND 1d – 14,0; SAND 150d – 0,0; SIL 3d – 15,1; SIL 150d – 0,0; ROC 3d – 29,2; ROC 150d – 12,8; KEV 3d – 39,2; KEV 150d – 0,0; PAN 3d – 48,8; PAN 150d – 39,8; PAN21 3d – 47,1; PAN21 150d – 37,4; DYR 3d – 31,6; DYR 150d – 4,3. Os maiores valores estatisticamente significantes foram obtidos com a cerâmica microjateada e cimentada com Panavia EX ou 21 (cimentos resinosos com monômeros-fosfato), e, embora tenha havido decréscimo de 17% nos valores em 150 dias, não foi significativo. A totalidade das amostras dos grupos PAN e PAN21 falharam coesivamente no cimento, independente das idades de ensaio. Portanto, a diminuição dos valores desses grupos não foi creditada ao enfraquecimento da união, mas em função da mudança das propriedades mecânicas dos cimentos Panavia EX e Panavia 21. As falhas no grupo

ROC foram 86% adesivas. Os autores concluíram que somente os cimentos resinosos contendo monômeros-fosfato desenvolveram estabilidade da união à cerâmica YPSZ microjateada.

Rosenstiel et al.<sup>60</sup> (1998) realizaram uma revisão da literatura a respeito das características e propriedades de agentes cimentantes. Descreverem que o cimento Panavia 21 está classificado como um cimento resinoso à base de Bis-GMA com monômeros-fosfato. As partículas inorgânicas correspondem a 77% em peso.

Para avaliar a resistência ao cisalhamento entre a cerâmica Procera AllCeram e diferentes agentes cimentantes, Blixt et al.<sup>8</sup> (2000) elaboraram amostras da cerâmica e as dividiram em três grupos de acordo com tratamento de superfície: Grupo 1 – limpeza com solução de etanol 95%; Grupo 2 – microjateamento com  $Al_2O_3$  110 $\mu$ m (pressão - 2,8 bar / 13s; Grupo 3 – Sistema Rocatec. Assim, as amostras foram cimentadas sobre cubos da cerâmica utilizando os cimentos fosfato de zinco Phosphacap (PHOS), cimentos ionoméricos Ketac-Cem (KET) e Vitremer (VITR), e resinoso Dual-Cement (DUAL), sob carga de 5 Kg / 10min. Depois da armazenagem de todos os cp (37°C em saliva artificial / 48 h.), o ensaio de cisalhamento foi realizado, assim como, o estudo do modo de falha. Os resultados de resistência (MPa) foram: G1 – PHOS = 3,2; KET = 4,2; VITR = 4,3; DUAL = 3,3; G2 – PHOS = 4,2; KET = 12,9; VITR = 2,6; DUAL = 1,6; G3 – PHOS = 4,6; KET = 9,6; VITR = 13,7; DUAL = 36,2. Estatisticamente, as amostras tratadas pelo sistema Rocatec e cimentadas com o cimento Dual-Cement obtiveram os mais altos valores. A alta resistência gerada pelo sistema Rocatec / Dual-Cement foi justificado pelo princípio químico-físico desse tratamento, o qual emprega dois jateamentos ( $Al_2O_3$  + sílica), criando uma superfície quimicamente ativa para união ao agente silano (Rocatec-Sil). Os autores afirmaram a superioridade do sistema Rocatec apesar de sugerirem mais investigações.

O objetivo de estudo de Della Bona et al.<sup>18</sup> (2000) foi investigar a hipótese que a resistência de união entre resina composta e cerâmicas termo-injetadas é controlada pela micro-estrutura da cerâmica e pelo condicionamento de superfície. Para tanto, blocos das cerâmicas IPS Empress (feldspática reforçada por leucita [E1]) e IPS Empress 2 (dissilicato de lítio [E2]) foram confeccionados e divididos em grupos: Grupo 1 – E1 + ácido fluorídrico 9,6% (HF) por 2min; Grupo 2 – E1 + flúor-fosfato-acidulado 4% (ATF) por 2min; Grupo 3 – E1 + silano (S) por 5min; Grupo 4 – E1 + HF + S; Grupo 5 – E1 + APF + S. Os blocos da cerâmica E2 foram divididos da mesma forma: Grupo 6 – igual ao grupo 1; Grupo 7 – igual ao grupo 2; Grupo 8 – igual ao grupo 3; Grupo 9 – igual ao grupo 4; Grupo 10 – igual ao grupo 5. Após aplicação do adesivo e resina composta, cp com área de aproximadamente 0,85mm<sup>2</sup> foram obtidos e aleatoriamente escolhidos para cada grupo (n=20). O ensaio de microtração foi realizado com o dispositivo Bencor Multi-T (0,5mm.min<sup>-1</sup>). Sob análise de microscopia, complementada pelo mapeamento por Raios-X, foi revelado que todos os cp falharam coesivamente na zona adesiva. As seguintes ponderações foram descritas pelos autores: a resistência à microtração foi afetada pela micro-estrutura da cerâmica e pelo tratamento de superfície, considerados fatores controladores do processo de retenção micromecânica; a resistência adesiva da cerâmica E2 foi maior que da cerâmica E1 e a silanização potencializou a união; o teste de microtração foi considerado um indicador confiável da qualidade adesiva entre cerâmica e resina composta, visto que todas as falhas ocorreram na zona adesiva; sugeriram que os estudos de avaliação de resistência adesiva sejam acompanhados de interpretação do modo de falha, a fim de evitar conclusões irreais e inconsistentes.

Frankenberger et al.<sup>22</sup> (2000) propuseram um novo sistema de reparo de restaurações metalo-cerâmicas e *metal-free*, denominado Sistema CoJet (3M/ESPE): a) CoJet-Sand - microjateamento de partículas de sílica 30µm ácido-modificado associado a partículas de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, sob

pressão de 30 psi (2,06 bars) a 10mm de distância; b) aplicação do agente silano (ESPE-Sil) por 30s. Três tipos de sistemas cerâmicos sem metal (2 feldspáticas, 1 feldspática reforçada por Leucita) e outra cerâmica associada a liga metálica foram empregadas. Cada grupo foi subdividido em dois subgrupos: a) sistema CoJet-Sand / ESPE-Sil; b) ácido fluorídrico 5% por 60s / ESPE-Sil. Os resultados mostraram que o sistema CoJet proporcionou valores superiores estatisticamente em comparação ao tratamento com ácido fluorídrico. Duas razões justificaram os resultados: a) a superfície rugosa gerada pelo microjateamento de partículas de sílica promoveu aumento na molhabilidade do agente de união, facilitando a interpenetração nas microrretenções; b) promoveu uma união química entre resina composta, silano e superfície coberta de sílica, considerado o fator mais importante no processo de união. Além disso, foi declarado que, tal como o sistema Rocatec, o CoJet-Sand criou uma camada de sílica na cerâmica pela velocidade de impacto na superfície. Os autores concluíram que o processo de silicatização da superfície cerâmica e/ou metálica com o CoJet-Sand associado ao silano (ESPE-Sil) representou uma alternativa simplificada (um passo) e eficiente para reparos de restaurações *metal-free* e metalo-cerâmicas, comparado com o método tradicional com ácido fluorídrico.

A proposta de Wegner & Kern<sup>76</sup> (2000) foi avaliar a estabilidade da resistência da união entre cerâmica de zircônia parcialmente estabilizada com óxido de ítrio (YPSZ) e sistemas adesivos. Amostras da cerâmica foram manufaturadas e depois de terem sido microjateados (JAT) com partículas de  $Al_2O_3$  110 $\mu$ m (pressão - 2,5 bars, distância - 10mm, tempo - 13s), foram divididas em grupos: G1) SAND - união com o cimento resinoso Twinlook; G2) SIL - silanização da superfície (ESPE-Sil) + Twinlook; G3) ROC - Sistema Rocatec + Twinlook; G4) KEV - Sistema Kevloc + Twinlook; G5) PAN - cimento Panavia EX; G6) PAN21 - cimento Panavia 21; G7. DYC - cimento Dyract-Cem. Um tubo acrílico (diâmetro - 3,3mm; altura - 15mm) foi

preenchido com uma resina composta e o mesmo foi cimentado sobre a cerâmica (carga – 750g). Posteriormente, os sete grupos foram subdivididos em dois subgrupos, segundo o tempo de armazenagem (água destilada 37°C) e termociclagem entre 5°C – 55°C (TC): três dias de armazenagem sem TC (3d); dois anos de armazenagem + 37.500 TC (2a). O ensaio de tração (2mm.min<sup>-1</sup>) foi executado e o modo de falha das amostras verificado. Os valores de resistência de união (MPa) obtidos foram: SAND 3d – 14,2; SAND 2a – 0,0; SIL 3d – 13,9; SIL 2a – 0,0; ROC 3d – 29,0; ROC 2a – 15,8; KEV 3d – 37,9; KEV 2a – 0,0; PAN 3d – 49,7; PAN 2a – 39,8; PAN21 3d – 46,0; PAN21 dois anos – 44,2; DYR três dias – 31,6; DYR dois anos – 3,1. As resistências estatisticamente mais altas foram conseguidas com os grupos 5 e 6 (cimentos resinosos com monômeros-fosfato), e apesar de ter sido observado decréscimo dos valores em dois anos, a redução não foi significativa, sendo relacionada à degradação dos cimentos (falhas coesivas no cimento). Além disso, os autores especularam que os monômeros-fosfato desses cimentos podem apresentar uniões químicas MDP aos óxidos de zircônia e alumínio. Concluíram que apenas os cimentos Panavia EX e 21 desenvolveram uniões estáveis a cerâmica YPSZ microjateada e que em estudos de resistência adesiva é fundamental avaliar o comportamento da união em longo prazo.

Jedynakiewicz & Martin<sup>34</sup> (2001) descreveram que a reação química básica entre agente silano e porcelana é obtida pela reação do  $\gamma$ -methacryloxypropyltrimethoxy-silane ( $\gamma$ -MPS) com óxido de silício. Para os autores, a silicatização de substratos consiste na deposição de camadas de óxido de silício (SiO<sub>(x)</sub>) sobre a superfície. Um agente silano bifuncional deve ser aplicado para promover união química com o óxido de silício (componente inorgânico) e com resinas (componente orgânico) – o grupo metacrilato do silano está disponível para ligações cruzadas com o grupo metacrilato dos materiais resinosos. O processo de silicatização, segundo os autores, torna-se desnecessário em cerâmicas

que já apresentam óxido de silício em sua estrutura química, como em cerâmicas feldspáticas e leucíticas.

Investigar o efeito do tratamento de superfície da cerâmica In-Ceram sobre a resistência ao cisalhamento entre cerâmica e agentes cimentantes foi o objetivo do estudo de Özcan et al.<sup>52</sup> (2001). Amostras da cerâmica foram confeccionadas e divididas em três grupos: G1 – ácido fluorídrico 5% / 90s; G2 – microjateamento com  $Al_2O_3$  110 $\mu$ m por 14s, sob 2,5 bars de pressão e a distância de 10mm (Rocatec-Pre); G3 – sistema Rocatec. Cada grupo foi ainda subdividido em quatro categorias, de acordo com o agente cimentante: Panavia 21 (PAN), Dyract Cem (DYR), Variolink (VAR) e Sonocem (SON). Os procedimentos adesivos foram facilitados por um cilindro de teflon (5mm de diâmetro e 5mm de altura) que restringia a área adesiva. Assim, o sistema adesivo e o cimento correspondente foram aplicados e o conjunto colocado em um dispositivo de cimentação (750g). Após, as amostras foram armazenadas por 24 horas (37°C), termocicladas (5°C – 55°C / 5000x) e submetidas ao ensaio (1mm.min<sup>-1</sup>). A análise estatística dos dados [MPa] (G1 – [PAN = 5,5; DYR = 3,4; VAR = 1,2; SON = 1,4]; G2 – [PAN = 12,9; DYR = 10,2; VAR = 0,9; SON = 1,9]; G3 – [PAN = 21,35; DYR = 13,9; VAR = 24,7; SON = 21,5]) mostrou que os maiores valores foram conseguidos com as amostras silicizadas (sistema Rocatec). Dentro do grupo 3 (Rocatec), as amostras cimentadas com PAN, VAR e SON foram consideradas semelhantes e superiores aquelas unidas com DYR. Diante disso, os autores consideraram o sistema Rocatec como o tratamento que proporciona união mais confiável entre a cerâmica In-Ceram aos cimentos resinosos (PAN, VAR e SON), em relação ao tratamento com ácido fluorídrico e ao microjateamento com  $Al_2O_3$ .

Friederich & Kern<sup>23</sup> (2002) avaliaram a durabilidade da união entre uma cerâmica aluminizada densamente sinterizada e sistemas adesivos. Amostras da cerâmica em forma de discos foram obtidas e todas, exceto as do grupo OP, foram polidas e microjateadas (JAT) com

partículas de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  110 $\mu\text{m}$  (pressão - 2,5 bars, distância - 10mm, tempo - 13s). Após, as amostras foram divididas em grupos: G1) ST – união com o cimento a base de Bis-GMA Twinlook; G2) SST – silanização da superfície (ESPE-Sil) + Twinlook; G3) SRST – Sistema Rocatec + Twinlook; G4) SP – cimento Panavia 21; G5) OP – sem microjateamento + Panavia 21. A resina composta Clearfil Core preencheu um tubo acrílico e, após 8min, esse tubo foi cimentado sobre a cerâmica, sob carga de 750g (área adesiva = 8,04mm<sup>2</sup>). Posteriormente, os 15 grupos foram subdivididos em dois subgrupos, conforme o tempo de armazenagem (água destilada 37°C) e termociclagem entre 5°C – 55°C (TC): três dias de armazenagem (3d); 37.500 TC. O ensaio de tração (2mm.min<sup>-1</sup>) foi executado e o modo de falha das amostras verificado. Os dados (MPa) obtidos foram: ST + 3d – 19,7; ST + TC – 0,0; SST + 3d – 18,0; SST + TC – 0,0; SRST + 3d – 20,3; SRST + TC – 0,0; SP + 3d – 50,3; SP + TC – 45,9; OP + 3d – 25,0; OP + TC – 0,0. O uso de cimento resinoso contendo monômeros-fosfato com a cerâmica microjateada (grupo SP) resultou em resistência de união estável e estatisticamente maior que os outros grupos. Todas as amostras deste grupo falharam de modo coesivo no cimento. Estes dados sugeriram que o cimento Panavia 21 pode apresentar união química a óxidos de alumínio por meio dos monômeros MDP. A deposição de sílica (grupo SRST) não gerou uma união estável com o cimento a base de Bis-GMA e a maioria das falhas de união foram adesivas.

Soares et al.<sup>65</sup> (2002) avaliaram a resistência à microtração de um cimento resinoso à cerâmica In-Ceram Alumina. Seis blocos cerâmicos e 6 blocos de resina composta (Clearfil APX, Kuraray) com dimensões de 6mm X 6mm X 5mm foram confeccionados, a superfície cerâmica foi polida e os blocos foram divididos em três grupos conforme o tratamento superficial: G1 – Microjateamento com  $\text{Al}_2\text{O}_3$  110 $\mu\text{m}$ ; G2 – Sistema Rocatec; G3 – Sistema CoJet: jateamento com partículas de sílica 30 $\mu\text{m}$  (CoJet-Sand) + ESPE-Sil. Os blocos cerâmicos foram

cimentados aos de resina composta com o cimento Panavia F (Kuraray Co) conforme as instruções do fabricante, sob carga de 750g / 10min. As amostras foram armazenadas (água destilada/37°C/7 dias) e seccionadas em dois eixos, x e y, obtendo cp com  $0,8 \pm 0,1\text{mm}^2$  de área adesiva (n=20). Os cp foram fixados em dispositivo adaptado para o teste de microtração e tracionados (velocidade:  $1\text{mm}\cdot\text{min}^{-1}$ ) em máquina de ensaio universal. A análise estatística dos dados [MPa] (G1: 17,77; G2: 31,33; G3: 33,33) mostrou que os grupos 2 (Rocatec) e 3 (CoJet) não diferiram entre si, mas foram maiores que o grupo 1 ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ).

Wegner et al.<sup>77</sup>, (2002) avaliaram a resistência de união entre uma cerâmica de zircônia parcialmente estabilizada com óxido de ítrio (YPSZ) e sistemas adesivos. Todas as amostras cerâmicas foram microjateadas (JAT) com partículas de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  110 $\mu\text{m}$  (pressão - 2,5 bars, distância - 10mm, tempo - 13s) e divididas em grupos: G1) PF - cimentação com Panavia F; G2) C - cimentação com EBS Multi bonding / Compolute; G3) CR1 - Sistema Rocatec + EBS Multi bonding / Compolute; G4) CR2 - Rocatec Zircônia (experimental) + Rocatec-Sil + EBS Multi bonding / Compolute; G5) CT - Targis Link + EBS Multi bonding / Compolute. Após cimentação de um tubo acrílico (diâmetro - 3,3mm; altura - 15mm) preenchido com uma resina composta, as amostras foram novamente separadas em função da armazenagem (água destilada / 37°C) e termociclagem entre 5°C - 55°C (TC): Condição A - três dias de armazenagem sem TC; Condição B: 31 dias de armazenagem sem TC; Condição C: 37.500 TC em 31 dias; Condição D: 150 dias sem TC; Condição E: 150 dias + 37.000 TC. O ensaio de tração ( $2\text{mm}\cdot\text{min}^{-1}$ ) foi executado e o modo de falha das amostras verificado. Os resultados mostraram que nem o sistema Rocatec experimental para Zircônia nem o sistema Rocatec convencional geraram resistência de união estável. Analisando os modos de falha, os autores deduziram que a armazenagem em água e a termociclagem afetaram a estrutura do próprio cimento resinoso - a diminuição da resistência de união dos grupos C,

CR1 e CR2 pode ter sido causado pela diminuição da resistência à tração do cimento.

Bottino et al.\* (2003) avaliaram a resistência à microtração entre um cimento resinoso e a cerâmica In-Ceram Zircônia Block (Cerec inLab). Foram obtidos doze blocos da cerâmica com dimensões de 6mm X 6mm X 5mm, os quais foram duplicados em resina composta (Clearfil APX, Kuraray). A superfície cerâmica foi polida e assim tratada: Grupo 1 – microjateamento com  $Al_2O_3$  110 $\mu$ m; Grupo 2 – Sistema Rocatec: Rocatec Pré + Rocatec-Plus + Rocatec-Sil; Grupo 3 – Sistema CoJet: CoJet Sand + ESPE-Sil. Cada bloco cerâmico foi cimentado ao bloco correspondente de resina com o cimento Panavia F (Kuraray Co), sob carga de 750g. Os blocos cimentados foram armazenados em água destilada (37°C / 7 dias) e seccionados em dois eixos, x e y, obtendo-se cp com  $1 \pm 0,1mm^2$  de área adesiva (n=30). Cada cp foi fixado com adesivo cianoacrilato em paquímetro adaptado para o teste de microtração realizado em máquina de ensaio universal (EMIC), à velocidade de  $1mm.min^{-1}$ . A análise estatística dos dados [MPa] (G1: 15,15; G2: 23,02; G3: 26,81) mostrou que os grupos 2 (Rocatec) e 3 (CoJet) não diferiram entre si, mas apresentaram maiores valores médios de resistência de união que o grupo 1.

## **2.2 Ensaíos de resistência de união – cisalhamento, tração e microtração**

Van Noort et al.<sup>72</sup> (1989) estudaram a distribuição de tensões na interface dentina - adesivo - resina composta, segundo diferentes parâmetros experimentais dos ensaios de cisalhamento e tração, empregando a análise de elementos finitos. Justificaram o estudo

---

\* BOTTINO et al. Microtensile Bond Strength between Zirconia Ceramic and Resin Cement: Effect of Ceramic Surface Treatment. J Dent Res, sp. Iss., 2003 (Aprovado para publicação).

ao constatarem incoerências dos resultados de resistência de união á dentina entre os referidos ensaios. Os resultados apontaram uma distribuição não uniforme de tensões na interface, que se modificou conforme a alteração na geometria do teste. Os autores registraram alguns fatores importantes para a variabilidade dos valores de resistência, especialmente no ensaio de cisalhamento: modo de aplicação de força, módulo de elasticidade da resina composta, presença de excessos (*flash*) de adesivo. Concluiu-se que as discordâncias nos valores de resistência entre os estudos são justificadas pela ausência de padronização e insuficiente esclarecimento dos detalhes dos ensaios, limitando as comparações entre estudos. Os autores sugeriram que os testes sejam acompanhados por análise de distribuição de tensões para uma interpretação confiável dos resultados de resistência.

Van Noort et al.<sup>73</sup> (1991) avaliaram o efeito da geometria interfacial local sobre a medida de resistência da união dentina – resina composta sob tração, utilizando o método de elementos finitos. Dois grupos foram constituídos: a) sobre a dentina foi aplicado o *primer* e o adesivo que permaneceu com uma camada de 50µm. Após, o compósito foi aplicado com um molde, deixando um excedente de adesivo na interface (*flash*); b) seguiu-se o mesmo processo do grupo A, apenas não foi deixado excesso de adesivo na união. Os resultados mostraram que a resistência adesiva foi significativamente afetada pelo método de aplicação de adesivo (Grupo A: 6,9 MPa, Grupo B: 3,10 MPa). Constataram que o padrão de tensão local para o Grupo A foi localizado ao redor da interface resina composta – adesivo (33,74 MPa). Na análise micrográfica (SEM) observou-se que o início da falha coincidiu onde havia excesso de adesivo na interface compósito – adesivo. Por conseguinte, a resistência registrada poderia ser mais da união compósito – adesivo que da dentina – adesivo. Concluíram que a negligência na aplicação do adesivo pode produzir excessos na interface e desenvolver resultados inconsistentes de resistência à tração.

Oilo<sup>51</sup> (1993) fez uma revisão dos vários fatores relacionados aos testes de resistência de união que podem estar contribuindo para variações nos resultados entre pesquisas. Três condições experimentais foram consideradas muito influentes na variabilidade: tipo de teste, a qualidade do substrato dental e as condições de armazenagem. Quanto ao teste de tração, considerou como problema principal manter o alinhamento das partes unidas durante o ensaio; o teste de cisalhamento foi tratado como crítico, pois com facilidade pode transformar-se em teste de dobramento ou clivagem. O autor concluiu que as variações de resistência obtidas entre os pesquisadores são muito grandes e que uma padronização das condições experimentais (método de ensaio, tipo e qualidade de dentina, preparação das amostras, armazenagem) são fundamentais para a interpretação e comparação dos estudos.

Sano et al.<sup>61</sup> (1994) estudaram a relação entre a área de superfície de união e a resistência adesiva à tração (dentina – resina composta). Para tanto, parte da superfície oclusal de molares foi seccionada. Aplicaram-se os sistemas adesivos (Clearfil Liner Bond 2 e Scotchbond MP) e logo a resina composta ou ionômero de vidro (sem adesivo prévio) com 3 a 5mm de altura. Este conjunto foi seccionado paralelamente ao longo eixo do dente, obtendo-se vários cp que ainda foram desgastados na zona adesiva, formando uma curva ou estrangulamento (formato de haltere). O formato da interface foi retangular com dimensões de 0,5 x 0,5mm (área de  $\pm 0,25\text{mm}^2$ ) e 4 x 3mm (área de  $\pm 12\text{mm}^2$ ). Para o ensaio, as amostras foram fixadas com adesivo cianoacrilato no dispositivo de ensaio Bencor Multi-T ( $1\text{mm}\cdot\text{min}^{-1}$ ). Os resultados mostraram uma relação inversa entre a área de união e a resistência adesiva, associando altas resistências com áreas menores. Com o adesivo Clearfil LB 2, os cp com áreas maiores que  $7,17\text{mm}^2$  tiveram falhas coesivas na dentina; os cp com áreas entre  $7,17$  e  $2,31\text{mm}^2$  exibiram falhas mistas; a maior parte dos cp com áreas menores que  $2,31\text{mm}^2$  mostraram rompimento adesivo. Segundo os autores, esses

eventos podem ser justificados pela maior quantidade de defeitos e maiores tensões em áreas maiores, gerando valores menores de resistência. Os mesmos também citam a teoria de Griffith (1920), cuja hipótese diz que a resistência à tração de materiais decresce com o aumento do tamanho da amostra. Diante dos resultados, os autores sugeriram o emprego de cp com áreas adesivas entre 1,6 e 1,8mm<sup>2</sup> pelo fato de induzirem falhas adesivas na união, serem mais exeqüíveis tecnicamente e proporcionarem menor variabilidade dos valores de resistência.

A proposta do estudo de Della Bona & Van Noort<sup>16</sup> (1995) foi questionar a validade dos testes de resistência ao cisalhamento entre resina composta e cerâmica ao relatarem maior incidência de fraturas coesivas que adesivas. Para tanto, confeccionaram amostras de cerâmica e resina composta com geometria e área adesiva idênticas. Foram constituídos três grupos: Grupo A – um cilindro de resina composta foi fixado sobre uma base de cerâmica; Grupo B – colagem de um cilindro de cerâmica sobre outro de resina composta; Grupo C – um cp inteiro de resina composta (sem interface). Empregaram o teste de cisalhamento e análise de elementos finitos (FEA) para verificar a distribuição de tensões na união. Os resultados mostraram que os valores de resistência de união no grupo A foram significativamente menores que os dos grupos B e C, sendo semelhantes entre si. No grupo A, ocorreram fraturas adesivas e coesivas na cerâmica em iguais proporções. As falhas no grupo B foram 80% coesivas na resina composta, e no grupo C, todas foram coesivas na base de resina composta. Na FEA, o padrão de distribuição de tensões não foi homogênea, desenvolvendo tensões máximas próximo do ponto de aplicação de carga. O estudo mostrou a vulnerabilidade do ensaio de cisalhamento, visto que resultados diferentes foram obtidos em amostras com geometria e interface idênticas. Devido à incidência de muitas falhas coesivas no material de base e pela distribuição desigual de tensões, os autores interpretaram que a resistência de união foi governada pela

resistência à tração dos materiais de base (resina composta e cerâmica), limitando a avaliação da resistência de união de dois materiais.

DeHoff et al.<sup>15</sup> (1995) estudaram o efeito dos valores de módulo de elasticidade dos materiais, espessura do adesivo e modo de aplicação de carga sobre a distribuição de tensões no teste de cisalhamento, mediante a análise de elementos finitos. Observaram alta concentração de tensões de tração próximo à aplicação da carga. As tensões excederam a própria resistência coesiva da dentina, justificando as falhas coesivas neste substrato em ensaios de cisalhamento. As tensões de cisalhamento somente foram registradas a  $\pm 0,3\text{mm}$  do ponto de aplicação de carga na interface, sendo que houve registro de tensões de compressão na extremidade oposta da aplicação da carga. Diante da distribuição não uniforme de tensões na interface adesiva em ensaios de cisalhamento, os autores concordam que é pouco provável que esse método possa render informações confiáveis acerca de uma união e que, mesmo com padronização, é presumível que os valores de resistência de união deverão variar entre diferentes laboratórios de pesquisa devido à sensibilidade técnica do teste.

A investigação de Kitasako et al.<sup>41</sup> (1995) teve como objetivo comparar os ensaios de cisalhamento e tração da união entre cimentos adesivos e substrato dental humano ou bovino, segundo normas da ISO. Sobre esses substratos foram aplicados o sistema adesivo e o cimento, utilizando uma matriz de vinil para delimitar a área adesiva. Especialmente para o teste de tração, um bloco de resina composta fixado a uma argola foi cimentado ao substrato. Os resultados apontaram maiores variações nos valores de resistência ao cisalhamento entre os grupos que no teste de tração. Os investigadores consideraram praticamente impossível evitar os excessos de cimento na interface e sua influência na resistência e criticaram o teste de cisalhamento pela dificuldade em padronizar a posição da lâmina para carga, que induz momento flexor na interface e grande desvio-padrão dos resultados.

Similarmente no teste de tração, observaram problemas na aplicação de força perpendicular à união. Na análise de modo de falha nas amostras submetidas aos ensaios de tração, a resina tendeu permanecer fixada na periferia da área adesiva, enquanto no cisalhamento foi observada que a mesma permanecia na interface em forma de meia-lua, com maior quantidade na porção oposta à aplicação de carga, provavelmente pela concentração ou distribuição irregular de tensões. Os autores sugerem que outros estudos de análise de elementos finitos sejam conduzidos a fim de determinar uma metodologia padronizada universalmente.

As limitações dos testes de resistência de união foi objeto de discussão por Pashley et al.<sup>54</sup> (1995) em um artigo de revisão, quando abordaram a influência das variações de substrato dentinário, condicionamento ácido, modo de armazenagem, bem como, o método de avaliação de resistência. Quando se referem aos ensaios, exploraram a hipótese que o teste de microtração (área adesiva  $\pm 1\text{mm}^2$ ), desenvolvido por Sano et al.<sup>66</sup>, em 1994, constitui-se o modelo experimental mais confiável, pois contempla as seguintes vantagens: maior quantidade de falhas adesivas da interface; altas resistências adesivas poderão ser medidas sem que haja rompimento coesivo; permite estudo de resistências adesivas regionais no dente; prove menor variabilidade dos resultados; possibilita análise de pequenas áreas; facilita estudo do modo de falha sob MEV.

A hipótese da relação inversa entre resistência à tração e área adesiva e diferenças nas resistências regionais foram verificadas por Shono et al.<sup>63</sup> (1997). Dois sistemas adesivos e resina composta foram empregados em diferentes regiões de esmalte em terceiros molares. Este conjunto foi seccionado em cp, considerando diferentes áreas da superfície adesiva ( $0,5 \pm 0,2\text{mm}^2$ ;  $1,0 \pm 0,2\text{mm}^2$ ;  $1,5 \pm 0,2\text{mm}^2$ ;  $2,0 \pm 0,2\text{mm}^2$ ;  $2,5 \pm 0,2\text{mm}^2$ ;  $3,0 \pm 0,2\text{mm}^2$ ), medidas com microscópio de medição. Os cp foram fixados no dispositivo Bencor Multi-T com cianoacrilato e submetidos ao ensaio a velocidade de  $1,0\text{mm}\cdot\text{min}^{-1}$ . Esse

aparato garantiu a passividade do cp e aplicação de tensões puras de tração. Foi confirmado a hipótese que a diminuição da área interfacial gera maiores valores de resistência. Valores de áreas próximas de  $1\text{mm}^2$  não apresentaram diferenças significantes nos valores de resistência de união. Nos cp com áreas adesivas menores, a maioria das falhas de união foi adesiva, entretanto, nos cp com as menores áreas ( $0,5\text{mm}^2$ ), foram observadas falhas predominantemente coesivas na resina composta, devido que os valores de resistência atingiram a resistência à tração da mesma. A hipótese da relação inversa entre área adesiva e resistência à tração em esmalte confirmada nesta investigação, que corroborou com a teoria em dentina (Sano et al., 1994), sinaliza para uma hipótese que não é substrato – dependente. Este fenômeno é explicado pela melhor distribuição de tensões em menores áreas adesivas durante o ensaio de microtração, bem como, pela provável menor quantidade de defeitos ou bolhas no adesivo. Foi recomendado o emprego de amostras com área adesiva de  $1,0\text{mm}^2$  devido a facilidade técnica e menor desvio-padrão dos valores de resistência de união.

Versluis et al.<sup>74</sup> (1997) discutiram as razões da incidência de falhas do tipo coesiva em dentina nos ensaios de cisalhamento. Para tanto, foi desenvolvido um modelo experimental teórico (elementos finitos) que permitiu classificar quantitativa e qualitativamente as tensões na interface dentina – adesivo – resina composta. Este modelo virtual foi comparado com um experimento paralelo de resistência ao cisalhamento, analisando também o modo de fratura. No cruzamento dos resultados obtidos, foi confirmado que as fraturas coesivas em dentina aconteceram em decorrência do método de teste, que desenvolve tensões não uniformes na interface. A simulação indicou que os valores de resistência ao cisalhamento podem não representar a real resistência de união, pois parecem estar regidos mais em função da resistência coesiva da dentina que a adesão.

Cardoso et al.<sup>11</sup> (1998) avaliaram três tipos de ensaio de resistência de união: microtração, cisalhamento e tração convencional. A superfície oclusal de molares foi removida e os sistemas adesivos e resina composta foram aplicados. Para o ensaio de microtração, foram obtidos cp retangulares com área adesiva de  $0,25\text{mm}^2$  ( $0,5\text{mm} \times 0,5\text{mm}$ ), que foram fixados com cianoacrilato no aparato de ensaio e submetidos a tração (velocidade:  $0,5\text{mm}\cdot\text{min}^{-1}$ ). Os cp para os outros dois testes apresentavam área adesiva circular de  $7,06\text{mm}^2$ . Os resultados mostraram que os valores de resistência à microtração (média: 31,69 MPa) foram maiores estatisticamente que os valores obtidos nos testes de cisalhamento (9,68 MPa) e tração (6,85 MPa). O coeficiente de variação foi menor na microtração (33,67%) que os outros dois métodos (tração: 57,81%; cisalhamento: 52,48%).

Chadwick et al.<sup>13</sup> (1998) investigaram a validade dos ensaios de cisalhamento da união entre cerâmica e resina composta. Após terem confeccionado os cp, empregando a cerâmica Matchmaker e três sistemas de união, realizaram o ensaio ( $0,5\text{mm}\cdot\text{min}^{-1}$ ). Diante da incidência significativa de falhas coesivas na própria cerâmica (56 de 60 amostras), foi sugerido que o teste empregado refletiu mais as propriedades mecânicas da cerâmica que da própria união adesiva, que estava sob investigação. Os autores concluíram que a resistência de união entre cerâmica e resina composta obtida com os ensaios de cisalhamento não expressam a verdadeira força de união.

Dickens et al.<sup>20</sup> (1998) realizaram um estudo comparativo entre ensaios que avaliam a resistência de união de sistemas adesivos à dentina, a fim de estabelecer uma possível correlação entre esses ensaios. O método de microtração (Sano et al.<sup>66</sup>, 1994) e dois de cisalhamento foram avaliados. Os autores concluíram que os dados obtidos com o ensaio de microtração não se correlacionaram com os dados de cisalhamento.

Phrukkanon et al.<sup>57</sup> (1998) estudaram a influência da área da superfície adesiva na resistência á microtração e ao micro-cisalhamento. Parte da superfície oclusal de molares foi removida e após os mesmos foram seccionados longitudinalmente: uma metade para o ensaio de tração, outra para o de cisalhamento (amostras pareadas). A superfície oclusal foi polida e os sistemas adesivos eram aplicados (3mm de resina composta). Os blocos de dentina – resina foram fatiados em cp de secção quadrada e desgastados na zona adesiva, obtendo-se cp de secção circular com áreas de 1,1mm<sup>2</sup>, 1,5mm<sup>2</sup> e 3,1mm<sup>2</sup> para ambos os ensaios. Os cp foram fixados em um dispositivo passivo (somente para tração) e ensaiados sob tração e cisalhamento a velocidade de 1mm.min<sup>-1</sup>. Os resultados mostraram que os valores de resistência adesiva dos cp com área de 1,1mm<sup>2</sup> e 1,5mm<sup>2</sup> foram semelhantes entre si e mais altos que aqueles de 3,1mm<sup>2</sup>, indicando que a resistência adesiva foi dependente da área. A maioria do modo de falha dos cp submetidos à microtração foi adesiva, sendo menos freqüente no teste de cisalhamento (maioria - falhas coesivas em meia-lua). O padrão de falha nos cp com área de 1,1mm<sup>2</sup> e 1,5mm<sup>2</sup> sob tração foi 70% adesivo. Os autores relataram que, embora os valores de resistência tenham sido semelhantes entre os dois métodos, o teste de cisalhamento gera distribuição irregular de tensões na união, comprovadas pelo modo de falha coesivo; os cp de secções menores permitiram uma distribuição mais regular de tensões na interface e menores defeitos na união, induzindo falhas adesivas.

O efeito do formato e da área da interface adesiva sobre a resistência à microtração foi estudado por Phrukkanon et al.<sup>58</sup> (1998). Para isto, o terço oclusal de dentes molares foi seccionado e, após, os mesmos foram divididos longitudinalmente: uma metade para os cp cilíndricos, outra para os cp de formato retangular. Os sistemas adesivos foram aplicados (bloco de compósito - 3mm de altura) e o conjunto foi seccionado em diversos cp, observando que: os cp cilíndricos foram usinados na zona adesiva, até obter secção circular (formato de

ampulheta); nos cp retangulares, a zona adesiva foi reduzida em secção retangular (formato de haltere). Ambos formatos apresentaram mesmas áreas ( $1,1\text{mm}^2$ ,  $1,5\text{mm}^2$  e  $3,1\text{mm}^2$ ). As amostras foram acopladas em dispositivo e ensaiadas ( $1\text{mm}\cdot\text{min}^{-1}$ ). Os resultados mostraram que: não houve diferença estatística entre os cp com secção circular e retangular; os valores médios dos cp com  $1,1\text{mm}^2$  e  $1,5\text{mm}^2$  foram semelhantes entre si e maiores que os cp com  $3,1\text{mm}^2$ . Na análise de elementos finitos, os cp com áreas menores distribuíram mais uniformemente as tensões na interface que os cp com maiores áreas, autenticadas pela incidência de falhas adesivas. Concluíram que os cp com áreas de  $1,1\text{mm}^2$  e  $1,5\text{mm}^2$  comportaram-se de forma semelhante no que diz respeito à resistência de união, modo de falha e distribuição de tensões, e que o formato dos cp tem insignificante influência.

Schreiner et al.<sup>62</sup> (1998) realizaram um estudo comparativo entre a resistência à microtração e ao cisalhamento. A superfície oclusal de terceiros molares foi seccionada 2mm abaixo das cúspides e, após a aplicação do adesivo e da resina composta, os dentes foram fixados com cianoacrilato em uma base e cortados no sentido longitudinal em fatias com 1mm de espessura. A região da interface dentina – resina foi usinada até que fosse obtida uma área retangular de  $1,7 \pm 0,1\text{mm}^2$ . Os cp foram fixados com adesivo cianoacrilato em um dispositivo de ensaio e submetidos ao teste a velocidade de  $0,5\text{mm}\cdot\text{min}^{-1}$ . Para o teste de cisalhamento foram empregados cp cilíndricos com 3,4mm de diâmetro. Os valores de resistência obtidos no teste de microtração foram significativamente maiores que os valores no de cisalhamento. No exame de modo de falha, as amostras submetidas ao cisalhamento produziram mais falhas coesivas em dentina e compósito que na microtração (91% de rompimento adesivo). Comparando os resultados entre grupos e métodos diferentes, nenhuma diferença entre os sistemas adesivos foi constatada no cisalhamento, enquanto que na microtração foi possível detectar diferenças entre eles, demonstrando a superioridade desse último método

em avaliar a real capacidade de união de sistemas adesivos, assim como, melhor diferenciar os diferentes grupos.

Pashley et al.<sup>55</sup> (1999) relataram como principais aplicações do ensaio de microtração: a possibilidade de medir a resistência adesiva de diferentes regiões dentais, tais como: dentina coronária, dentina radicular externa, diferentes porções dos condutos radiculares; comparar dentina afetada x dentina esclerosada x dentina normal; avaliar a durabilidade da união. Concluíram que o método de microtração oferece: versatilidade que não pode ser obtida com os métodos tradicionais de avaliação de resistência de união; o formato das amostras não tem influência na resistência; o teste de microtração prove melhor diferenciação das resistências de união dos grupos.

Shono et al.<sup>64</sup> (1999) desenvolveram uma versão alternativa a metodologia do ensaio de microtração proposto originalmente por Sano et al.<sup>66</sup> em 1994 (amostras em formato de ampulheta). Nesta nova técnica, o esmalte oclusal dos dentes foi removido e o sistema adesivo / resina composta foram aplicados. Cada dente foi seccionado verticalmente obtendo-se uma fatia da porção mediana com espessura de 1mm, que foi novamente recortada em cortes de 1mm, resultando em cp retangulares com dimensões de 1mm x 1mm x 8mm (área adesiva de  $\pm 1\text{mm}^2$ ). Para execução do ensaio, cada cp foi fixado com adesivo cianoacrilato no aparato Bencor Multi-T, que foi acoplado na máquina de ensaio universal para executar o ensaio. Conforme a análise estatística dos dados, os autores ponderaram que esta proposta de configuração de cp *non-trimming* resultou em valores de resistência semelhante ao trabalho de Sano et al.<sup>66</sup> (1994). Entenderam ainda que a distribuição de tensões na interface adesiva pode ter sido similar ao trabalho original, tendo em vista os resultados parecidos.

Cesar et al.<sup>12</sup> (2001) investigaram a influência de diferentes configurações de amostras na resistência à microtração. Os seguintes fatores foram analisados: esp – espessura das amostras (0,5; 1,0; 2,0;

3,0; 4,0mm); larg – largura (1,0; 2,0mm); lad – modo de apreensão das mesmas (1 ou 2 lados). O comprimento foi constante de 10mm. Depois de realizado os ensaios de microtração (velocidade de  $0,2\text{mm}\cdot\text{min}^{-1}$ ) e os resultados de resistência (MPa) terem sido analisados estatisticamente, foi observado que: a resistência diminuía quando a espessura foi aumentada (esp 0,5mm = 84,5; esp 1mm = 80,95; esp 4,0mm = 34,95); as amostras com largura de 2mm ou mais obtiveram menores valores de resistência (esp 1mm / larg 1mm = 83,15 MPa; esp 1mm / larg 2mm = 78,7 MPa; esp 2mm / larg 1mm = 77,7 MPa; esp 2mm / larg 2mm = 62,4 MPa; esp 4mm / larg 1mm = 52,3 MPa; esp 4mm / larg 2mm = 35,5 MPa); as amostras fixadas em ambos lados apresentaram maiores valores de resistência que aqueles apreendidos por 1 lado, exceto para as amostras com espessura de 0,5 e 1,0mm (0,5mm / 1 lad = 84,05 MPa; 0,5mm / 2 lad = 84,9 MPa; 1,0mm / 1 lad = 80,25 MPa; 1,0mm / 2 lad = 81,65 MPa; 4,0mm / 1 lad = 31,9 MPa; 4,0mm / 2 lad = 56,0 MPa).

### **3 PROPOSIÇÃO**

Esse estudo avaliou a hipótese que os sistemas de deposição de sílica na superfície cerâmica produzem valores de resistência de união maiores que o tratamento com jateamento de  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , considerando a união entre uma cerâmica aluminizada e um cimento resinoso contendo monômeros-fosfato.

## 4 MATERIAL E MÉTODO

O teste de microtração foi utilizado para avaliar a resistência de união entre o cimento resinoso Panavia F (Quadro 2) e a cerâmica aluminizada densamente sinterizada Procera AllCeram<sup>®</sup> (Nobel Biocare, Estocolmo, Suécia), submetida a três tratamentos superficiais (Quadro 1).

Quadro 1 - Métodos de tratamento de superfície

Grupos	Tratamentos de superfície	N° de blocos cerâmicos	N° de corpos-de-prova
G1	Microjateamento com Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	5	30
G2	Sistema Rocatec	5	30
G3	Sistema CoJet	5	30

### 4.1 Obtenção dos blocos cerâmicos Procera AllCeram<sup>®</sup>

Foi usinado um padrão de resina acrílica com dimensões de 6mm de espessura, 6mm de altura e 15mm de comprimento (Figura 1).

Este foi escaneado e digitalizado segundo o programa computadorizado do sistema (Tecnologia CAD/CAM – Scanner Procera). As imagens obtidas foram enviadas via internet ao centro de processamento Procera (Suécia), onde o seguinte procedimento técnico foi seguido para construção da cerâmica (ANDERSSON & ODÉN<sup>2</sup>, 1993; ANDERSON et al.<sup>3</sup>, 1998; BRUNTON et al.<sup>10</sup>, 1999):

- a) outro modelo foi reproduzido com fresa específica mediada por computador (Sistema CAD/CAM). O modelo apresentou maiores dimensões (12% a 20%) em relação à matriz de acrílico, para compensar a contração de sinterização da alumina;
- b) o modelo fresado foi duplicado em gesso específico;

- c) sobre o molde obtido, o pó de alumina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$  - 99,9%) foi aplicado e submetido ao processo de compactação sob alta pressão, que minimiza a presença de poros entre as partículas de alumina;
- d) o pó compactado foi submetido à sinterização durante 1 hora a temperatura de  $1550^\circ\text{C}$ .

Cinco blocos cerâmicos (Figura 1) foram obtidos para a execução dos ensaios de resistência à microtração. Outras amostras foram utilizadas para serem analisadas sob MEV quanto ao padrão micro-morfológico gerado pelos tratamentos de superfície.



FIGURA 1 - Bloco cerâmico.

#### 4.2 Controle de qualidade dos blocos cerâmicos

Todos os blocos foram analisados superficialmente sob microscopia óptica e, internamente, por meio de verificação radiográfica para observar possíveis falhas internas. A presença de defeitos determinaria a exclusão do estudo.

Os blocos cerâmicos foram divididos em três porções menores ( $6\text{mm} \times 6\text{mm} \times 5\text{mm}$ ), obtendo-se quinze blocos que foram divididos de forma pareada nos três grupos experimentais (cinco por grupo), conforme a Figura 2. Assim, cada grupo recebeu um bloco menor proveniente de bloco maior.



FIGURA 2 - Desenho esquemático da divisão dos blocos em três porções.

Após, os blocos foram regularizados e a superfície de cimentação polida em politriz empregando lixas d'água de granulações nº 600, 800 e 1200.

#### **4.3 Obtenção dos blocos de resina composta**

Cada bloco cerâmico foi moldado com silicona de adição de consistência pesada (Express, 3M/ESPE, Minnessota, EUA – Lote: 7312). Após, a resina composta W3D Master (Wilcos, Petrópolis, Brasil – Lote: 02902) foi condensada em camadas de 2mm e fotopolimerizada por 40s (XL 3000, 3M/ESPE, Minnessota, EUA) até o preenchimento do molde, obtendo-se um bloco de polímero para cada bloco cerâmico.

#### **4.4 Tratamento de superfície**

A superfície dos blocos cerâmicos, previamente determinada e preparada, foi assim tratada:

- a) tratamento 1 ( $Al_2O_3$ ) – jateamento (Micro-Etcher - Danville Inc., Danville, EUA) com partículas de  $Al_2O_3$  (granulação de  $110\mu m$ ), com ângulo de incidência perpendicular e a distância de 10mm da superfície, durante 20s com pressão de 2,8 bars;
- b) tratamento 2 (ROC) – Sistema Rocatec (3M/ESPE, Minnessota, EUA – Lote: 363) – jateamento com partículas de  $Al_2O_3$   $110\mu m$  a distância de 10mm e perpendicular a superfície, durante 20s com pressão de 2,8 bars (Rocatec-Pre). Seguiu-se o jateamento com partículas de  $Al_2O_3$   $110\mu m$  contendo partículas especiais de sílica (Rocatec-Plus), seguindo o mesmo procedimento de jateamento empregado para Rocatec-Pre. Por fim, aplicou-se o agente silano Rocatec-Sil, aguardando-se 5min (GUGGENBERGER<sup>25</sup>, 1989; KERN & THOMPSON<sup>37</sup>, 1994);
- c) tratamento 3 (CoJet) – Sistema CoJet (3M/ESPE, Minnessota, EUA – Lote: 68421) – inicialmente, a superfície foi tratada com o

condicionamento 1. Após, procedeu-se ao jateamento de partículas de sílica 30 $\mu$ m com ângulo de incidência perpendicular e a distância de 10mm da superfície por 20s e a aplicação do agente silano ESPE-Sil (FRANKENBERGER et al.<sup>22</sup>, 2000; HASLTON et al.<sup>27</sup>, 2001).

Amostras extras da cerâmica foram tratadas e analisadas sob MEV a fim de observar o padrão micro-morfológico obtido com os tratamentos propostos.

#### 4.5 Cimentação dos blocos cerâmicos e poliméricos (Figura 3)

O nome comercial, composição e fabricante do cimento utilizado está descrito no Quadro 2. Cada bloco cerâmico foi unido ao bloco de resina composta correspondente com o cimento, que foi manipulado conforme as recomendações do fabricante e aplicado com seringa tipo Centrix sobre a superfície cerâmica tratada. O conjunto cerâmica-cimento-polímero foi posicionado em prensa, com a superfície de cimentação perpendicular à aplicação de carga vertical (750g) por 10min (KERN & THOMPSON<sup>38</sup>, 1995; KERN & WEGNER<sup>39</sup>, 1998; WEGNER & KERN<sup>76</sup>, 2000; FRIEDERICH & KERN<sup>23</sup>, 2002).

Quadro 2 - Nome comercial, composição e fabricante do cimento resinoso Panavia F

Nome Comercial	Composição	Fabricante
Dual-Cure Dental Adhesive System Panavia F (Lote: 51133).	78% de carga inorgânica, MDP, dimetacrilatos, iniciadores químicos e foto-iniciadores.	Kuraray CO, Okayama, Japão.

Após, os excessos foram removidos e cada interface foi fotopolimerizada por 40s (FOXTON et al.<sup>21</sup>, 2002), utilizando a unidade foto-ativadora XL 3000. O Oxyguard foi aplicado em todas as interfaces e,

posteriormente, os blocos foram lavados com água e armazenados em água destilada (NaCl 0,9%) a 37°C por sete dias, até a preparação dos cp.

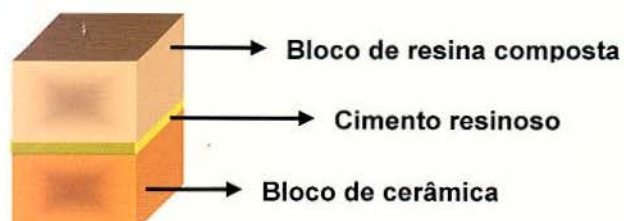


FIGURA 3 - Desenho esquemático dos blocos de cerâmica e resina composta cimentados.

#### 4.6 Obtenção das amostras para o teste de microtração

Os cortes foram executados com disco diamantado 7016 (KG Sorensen, Barueri, Brasil) em baixa rotação, sob refrigeração com água, na máquina de corte desenvolvida por Andreatta Filho et al.<sup>4</sup>, 2000.

Inicialmente, os blocos cimentados foram fixados com adesivo cianoacrilato gel (Super Bonder gel, Loctite Ltda, São Paulo, Brasil) em uma base metálica que foi acoplada na máquina de corte (Figura 4). Os blocos sempre foram posicionados mais perpendicularmente possíveis em relação ao disco diamantado da máquina. A primeira secção de aproximadamente 1mm foi descartada, devido à possibilidade de haver excesso ou ausência de cimento na interface, que poderiam influenciar os resultados (VAN NOORT et al.<sup>73</sup>, 1991; KITASAKO et al.<sup>41</sup>, 1995).

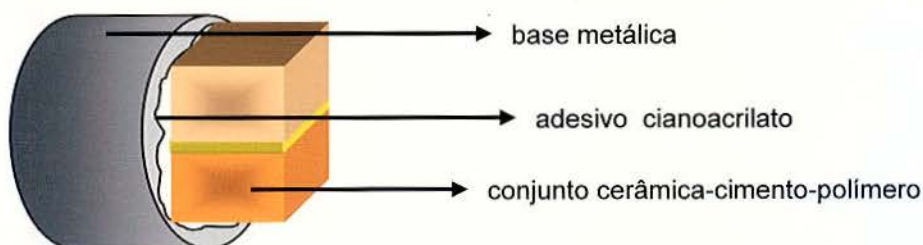


FIGURA 4 - Desenho esquemático do bloco fixado na base metálica.

Após, foram obtidas duas secções de  $0,8 \pm 0,1\text{mm}$  de espessura (Figura 5). Cada fatia foi girada em  $90^\circ$  e novamente fixada na base metálica. A primeira secção foi eliminada ( $1 \pm 0,1\text{mm}$ ) pela mesma razão já descrita. Outras três secções foram feitas, também com  $0,8 \pm 0,1\text{mm}$  de espessura. Este mesmo processo foi seguido nas outras duas fatias, perfazendo um total de 6 cp em cada conjunto colado (Figura 6). Deste modo, somente os cp centrais foram empregados (Figura 6B). Considerando que cada grupo foi constituído por cinco blocos, 30 cp formaram cada grupo ( $n=30$ ).

Os cp apresentaram as seguintes características (Figura 6C): a) forma retangular *non-trimming*; b) interface adesiva quadrangular (simétrica:  $\pm 0,8\text{mm} \times \pm 0,8\text{mm}$ ) com área de aproximadamente  $0,6\text{mm}^2$ , c) comprimento de  $\pm 10\text{mm}$  (SHONO et al.<sup>64</sup>, 1999; PASHLEY et al.<sup>55</sup>, 1999; DELLA BONA et al.<sup>18</sup>, 2000; CHEN et al.<sup>14</sup>, 2001; CESAR et al.<sup>12</sup>, 2001).

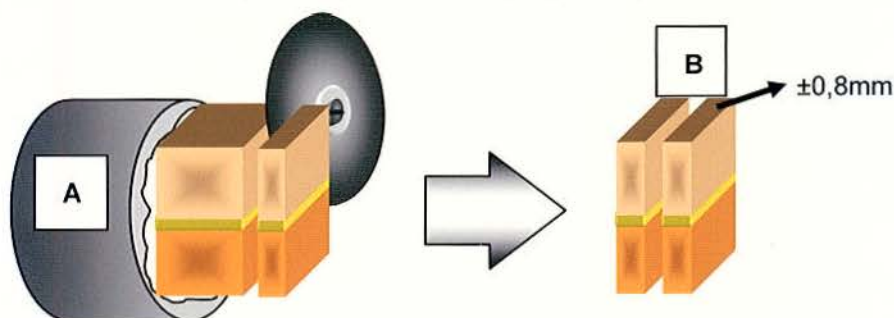


FIGURA 5 - Desenho esquemático da secção do bloco (A); três fatias obtidas (B).

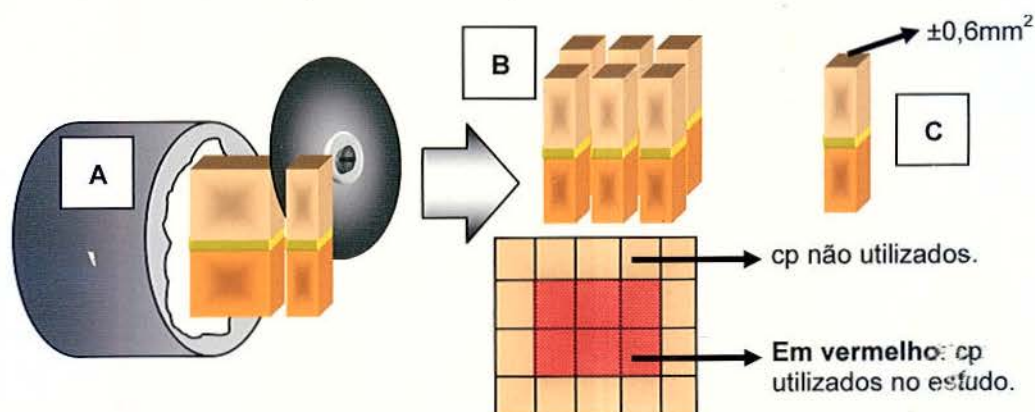


FIGURA 6 - Desenho esquemático da secção das fatias (A); cp utilizados para o ensaio (B); formato do cp (C).

Assim, foram constituídos três grupos:

- **Grupo 1:** 30 cp de Procera jateados com  $\text{Al}_2\text{O}_3$  (Controle).
- **Grupo 2:** 30 cp de Procera tratados com ROC.
- **Grupo 3:** 30 cp de Procera tratados com CoJet.

#### 4.7 Ensaio de microtração

Cada cp foi fixado com adesivo cianoacrilato gel nas hastes de um paquímetro adaptado para o ensaio. Foi utilizado um monômero de acrílico como catalisador de reação do cianoacrilato. O cp foi posicionado mais paralelo possível ao longo eixo do dispositivo, a fim de minimizar as forças de torção na zona adesiva. Somente as extremidades do cp foram fixadas, permanecendo livre a zona adesiva (Figura 7). O dispositivo foi fixado na máquina de ensaio universal (EMIC DL-1000, EMIC, São José dos Pinhais, Brasil – Processo Fapesp nº 2001/13978-1), com melhor paralelismo possível à direção de aplicação da carga de tração. O ensaio foi realizado a velocidade de  $1\text{mm}\cdot\text{min}^{-1}$  (BIANCHI<sup>7</sup>, 1999; SHONO et al.<sup>64</sup>, 1999; PASHLEY et al.<sup>55</sup>, 1999; DELLA BONA et al.<sup>18</sup>, 2000).

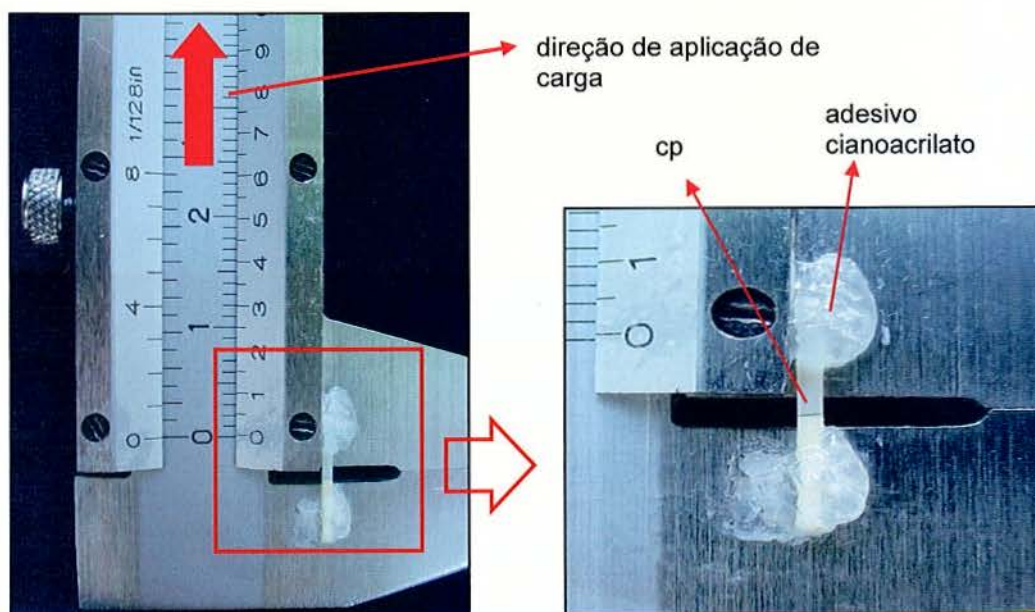


FIGURA 7 - Paquímetro adaptado para o ensaio.

A resistência de união foi calculada conforme a fórmula  $R=F/A$ , onde “R” é a resistência, “F” é a carga para ruptura do cp e “A” a área interfacial do cp (medida com paquímetro digital antes do ensaio). Os valores obtidos em  $\text{kgf/mm}^2$  foram transformados para MPa, multiplicando esses valores por 9,8.

Os dados foram submetidos à análise de variância e ao teste de Tukey (nível de significância de 5%).

#### **4.8 Avaliação do modo de falha**

Os cp ensaiados foram analisados sob microscopia óptica (Zeiss MC 80 DX, Zeiss, Jena, Germany) com aumento de 50x e sob microscopia eletrônica de varredura (JEOL-JSM-T330A, Jeol Ltda, Tokyo, Japão) com aumentos de 100x e 5000x, com o propósito de verificar o modo de falha (adesivo, coesivo ou misto).

## 5 RESULTADOS

Os dados individuais de resistência de união por ensaio de microtração foram tabelados (Tabela 3, 4 e 5 – Apêndice) e submetidos ao teste de aderência à curva normal (Tabela 6 – Apêndice), mostrando que a distribuição amostral testada foi normal.

Para análise estatística dos dados foi utilizada a análise de variância, que está expressa na Tabela 1.

Tabela 1 - Análise de variância dos valores de resistência de união

Fonte de Variação	G.L.	Quadrado Médio	F	Prob. HO*
Tratamento de superfície	2	275,3359	18,49	0,001%
Resíduo	87	14.8881	---	---
Total	89	---	---	---

\*Significante ao nível de 0,001%.

É possível verificar através da Tabela 1 que o fator tratamento de superfície foi significativo ( $p < 0,05$ ).

As médias dos valores de resistência de união e os respectivos desvios padrões (DP) estão apresentados na Tabela 2 e na Figura 8.

Tabela 2 - Médias de resistência de união (MPa) e desvios padrões (MPa) dos grupos experimentais e valor crítico para contraste.

	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	ROCATEC	COJET	Tukey (5%)
<b>Médias*</b>	12,70 <sup>a</sup>	17,06 <sup>b</sup>	18,52 <sup>b</sup>	
<b>Desvios padrões</b>	2,63	3,93	4,72	2,38

\*Letras distintas apresentam diferenças estatísticas (p<0,05).

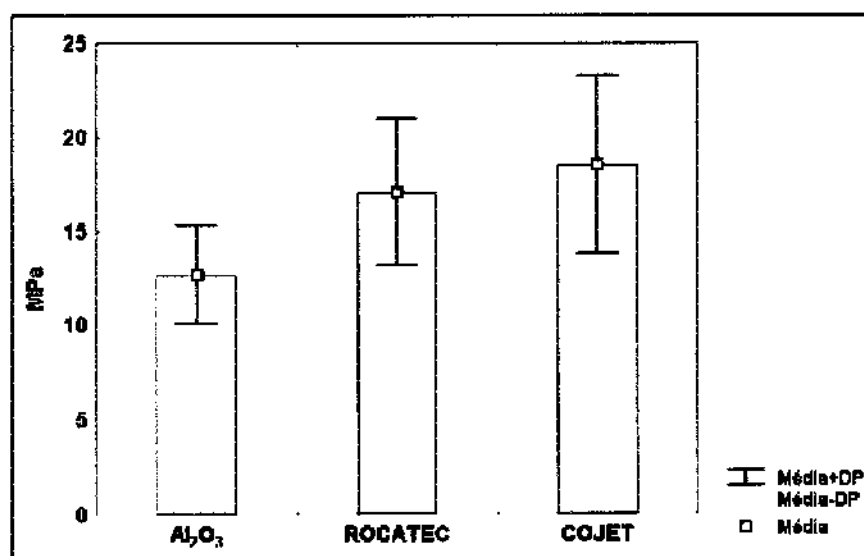


FIGURA 8 – Média e desvios padrões dos dados de resistência de união (MPa).

Pelo valor crítico para contraste, conforme Tabela 2, foi possível constatar que os valores de resistência de união dos sistemas de deposição de sílica (Rocatec e CoJet) não apresentaram diferença estatisticamente significativa entre si, mas foram superiores ao tratamento com Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.

As imagens obtidas sob MEV dos tratamentos de superfície e das amostras fraturadas são apresentadas nessa seção. Entretanto, essas imagens serão discutidas no capítulo Discussão.

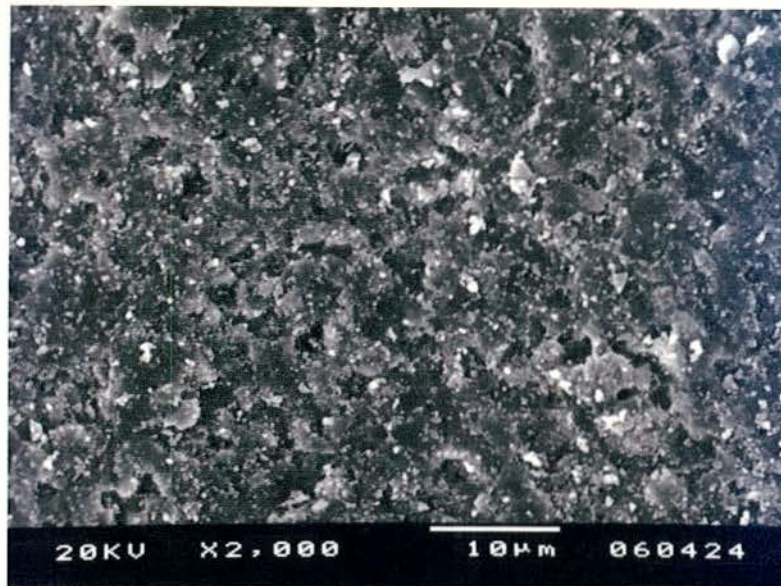


FIGURA 9 - Cerâmica do grupo 1 (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>). Observar a fixação das partículas de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (MEV - 2000x).

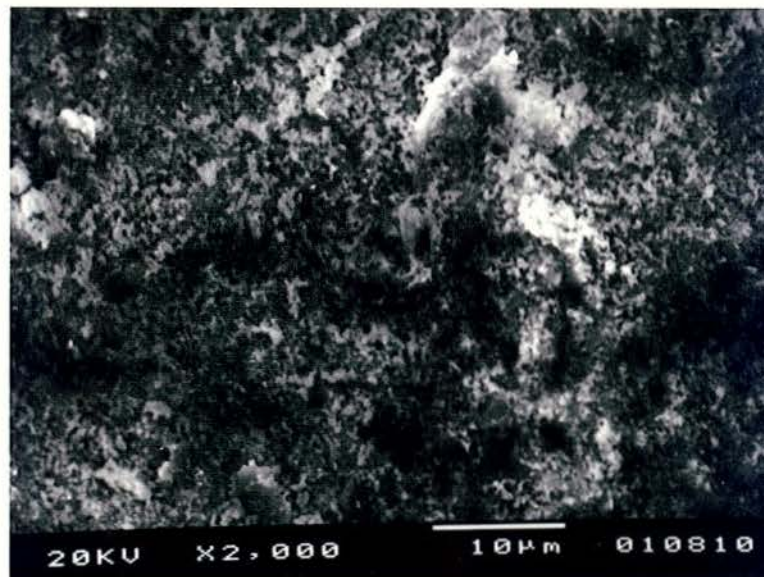


FIGURA 10 - Cerâmica do grupo 2 (Sistema Rocatec). Constata-se que as partículas de sílica se fixaram na superfície cerâmica (MEV - 2000x).

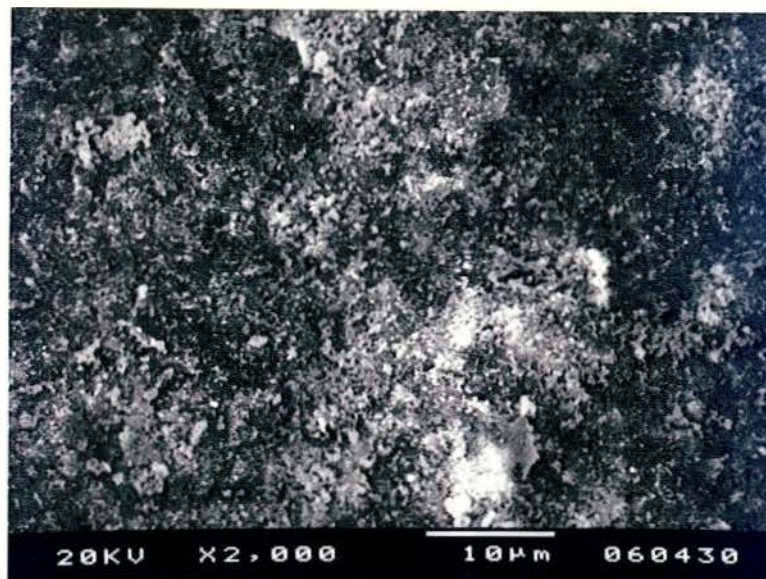


FIGURA 11 - Cerâmica do grupo 3 (Sistema CoJet). Constata-se o mesmo padrão microscópico que o Sistema Rocatec (MEV - 2000x).

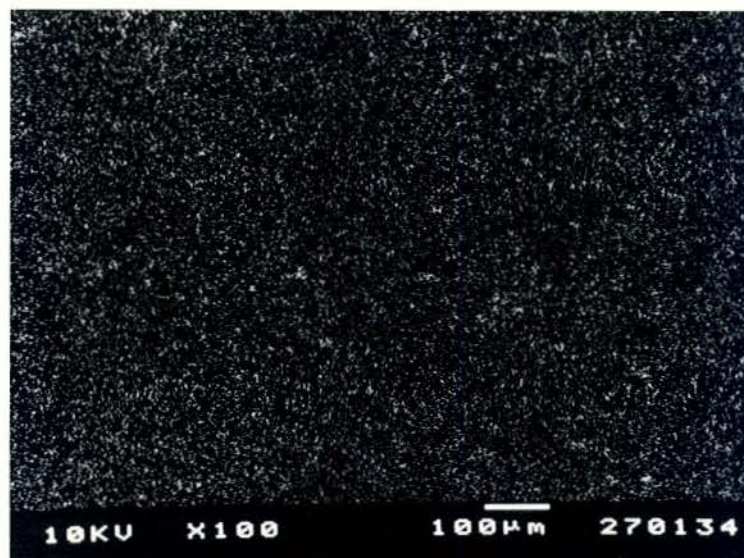


FIGURA 12 - Mapeamento da sílica depositada na superfície cerâmica pelos sistemas triboquímicos (MEV - 100x).

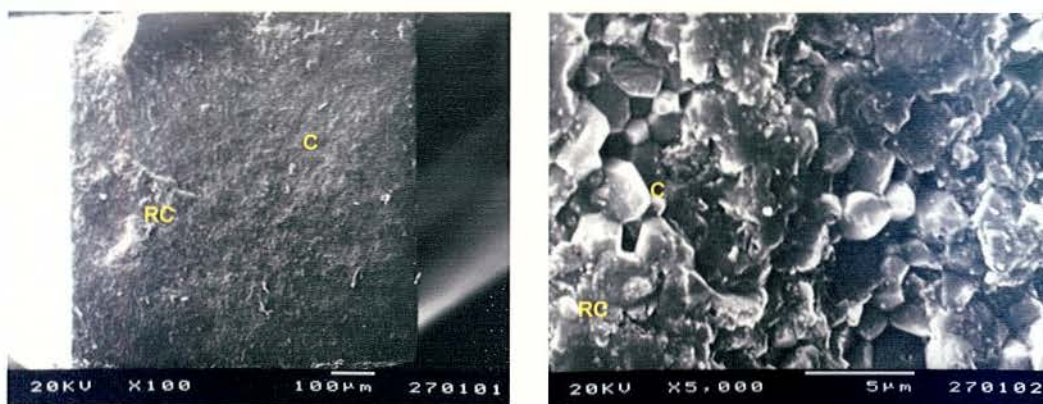


FIGURA 13 - Amostra do grupo Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> após o ensaio de microtração (MEV – 100x e 5000x), onde C = cerâmica e RC = cimento resinoso.

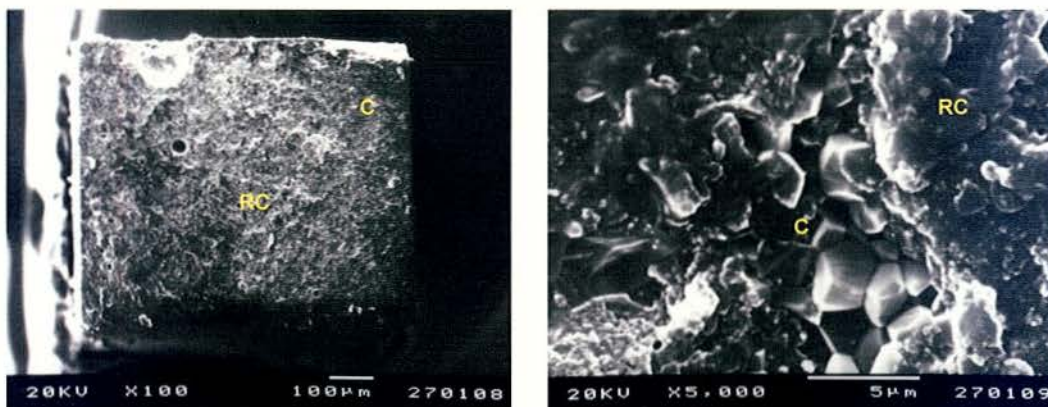


FIGURA 14 - Amostra do grupo Rocatec após ter submetido ao ensaio de microtração (MEV – 100x e 5000x), onde C = cerâmica e RC = cimento resinoso.

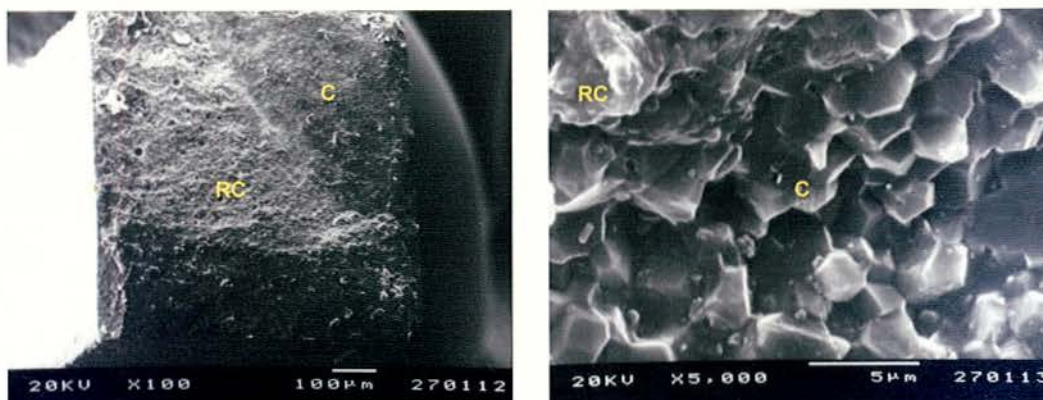


FIGURA 15 - Amostra do grupo CoJet após o ensaio de microtração (MEV – 100x e 5000x), onde C = cerâmica e RC = cimento resinoso.

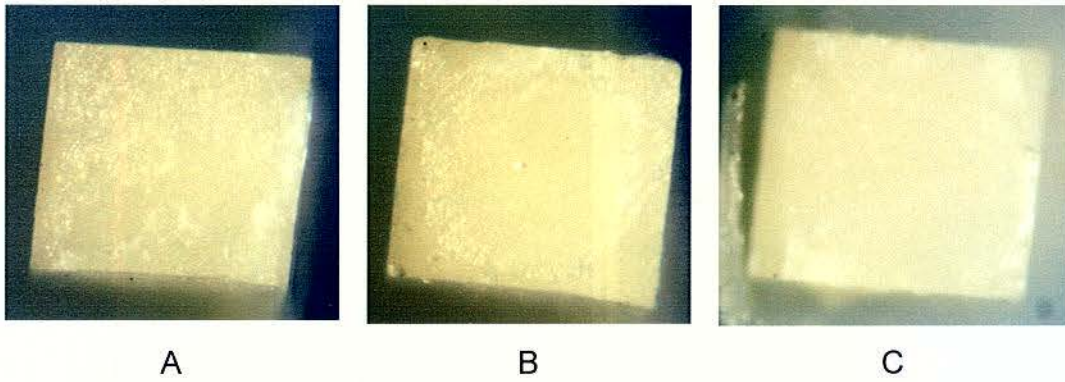


FIGURA 16 - Amostras dos grupos Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (A), Rocatec (B) e CoJet (C) após o ensaio de microtração (MO - 50x).

## 6 DISCUSSÃO

### 6.1 Considerações sobre os resultados de resistência de união

Constatamos pelo presente estudo que para se obter maior resistência de união da cerâmica densamente sinterizada Procera AllCeram ao cimento resinoso Panavia F é importante tratar a superfície da cerâmica com métodos de deposição de sílica, como os sistemas Rocatec (grupo 2 - 17,06 MPa) e CoJet (grupo 3 - 18,52 MPa). As maiores médias de resistência adesiva para os grupos 2 e 3 podem ser explicados pelos seguintes mecanismos: a) criação de um padrão micro-morfológico que permite união micromecânica ao cimento resinoso; b) ligação química entre sílica depositada, agente silano e material resinoso (KERN & THOMPSON<sup>36</sup>, 1994); c) ligação química dos monômeros-fosfato MDP aos óxidos de alumínio (WEGNER & KERN<sup>76</sup>, 2000).

Outros estudos avaliaram a resistência de união entre cimentos resinosos e cerâmicas aluminizadas. Foi observado que estes métodos de silicatização permitem aumento significativo da resistência de união quando comparados aos métodos convencionais, como o microjateamento com partículas de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ou ácido fluorídrico (KERN et al.<sup>40</sup>, 1991; PAPE et al.<sup>53</sup>, 1991; SORENSEN et al.<sup>68</sup>, 1991; KRAIVIXIEN-VONGPHANTUSET et al.<sup>42</sup>, 1992; ISIDOR et al.<sup>31</sup>, 1995; AWLIYA et al.<sup>5</sup>, 1998; DÉRAND & DÉRAND<sup>19</sup>, 2000; MADANI et al.<sup>44</sup>, 2000; ÖZCAN et al.<sup>52</sup>, 2001).

Está estabelecido que o condicionamento com ácido fluorídrico não é capaz de degradar a superfície compacta da cerâmica com alto conteúdo de alumina (KERN & THOMPSON<sup>37</sup>, 1994; KERN & THOMPSON<sup>38</sup>, 1995). No entanto, esta degradação superficial pelo

tratamento com ácido é muito bem observado em porcelanas feldspáticas e leucíticas, pois há a dissolução da matriz vítrea (SORENSEN et al.<sup>68</sup>, 1991; LU et al.<sup>43</sup>, 1992; HAYAKAWA et al.<sup>28</sup>, 1992; DELLA BONA et al.<sup>18</sup>, 2000).

Fundamentados nestes conceitos seria possível instituir outra classificação de cerâmicas odontológicas considerando a capacidade de condicionamento do ácido fluorídrico (AFL): a) *CERÂMICAS ÁCIDO-SENSÍVEIS* – o AFL degrada superficialmente as cerâmicas, viabilizando união micromecânica com cimentos resinosos e química pelo emprego do agente silano (e.g.: cerâmicas feldspáticas, leucíticas e a base de dissilicato de lítio); b) *CERÂMICAS ÁCIDO-RESISTENTES* – são aquelas que sofrem pouca ou nenhuma degradação superficial pela ação do AFL, possibilitando limitada união micromecânica (e.g.: cerâmicas aluminizadas infiltradas por vidro [In-Ceram Alumina, Spinell e Zircônia], densamente sinterizada [ProCera AllCeram] e a base de zircônia parcialmente estabilizada por ítrio).

A união ao substrato cerâmico tem sido determinada conforme a presença de sílica na superfície que teria compatibilidade com o agente silano (SÖDERHOLM & SHANG<sup>67</sup>, 1993). O silano apresenta a característica bifuncional, ou seja, desempenha função de ligação entre a sílica contida na cerâmica e a matriz orgânica dos cimentos resinosos através de ligações covalentes (uniões siloxanas). Além disso, aumenta a energia de superfície do substrato e melhora o molhamento do cimento, otimizando a interação microscópica entre esse e a cerâmica (HAYAKAWA et al.<sup>28</sup>, 1992; SÖDERHOLM & SHANG<sup>67</sup>, 1993; AIDA et al.<sup>1</sup>, 1995; PHOENIX & SHEN<sup>53</sup>, 1995; JARDEL et al.<sup>33</sup>, 1999; BARGHI<sup>6</sup>, 2000; DELLA BONA et al.<sup>18</sup>, 2000; DELLA BONA et al.<sup>17</sup>, 2002). A capacidade de união dos silanos com a sílica está bem fundamentada em cerâmicas ácido-sensíveis.

Jedynakiewicz & Martin<sup>34</sup> (2001) descreveram que a reação química básica entre o agente silano e as cerâmicas é obtida pela reação

do  $\gamma$  - methacryloxypropyltrimethoxy - silane ( $\gamma$  - MPS) com óxido de silício ( $\text{SiO}_{(x)}$ ) presente na superfície. Além disso, reiteraram que um agente silano bifuncional é capaz de promover união química com o óxido de silício (componente inorgânico) e com resinas (componente orgânico), onde o grupo metacrilato do silano faz ligações cruzadas com o grupo metacrilato dos materiais resinosos.

Nesse sentido, esclarecemos que a reação química sílica-silano pode ser ocasionada em cerâmicas ácido-resistentes, uma vez que a tecnologia de silicatização fundamenta-se pela união entre sílica depositada e silano, o qual se une aos materiais resinosos. Kern & Thompson<sup>36</sup> (1994), através da análise química por espectroscopia, sugeriram que o agente silano Rocatec-Sil (MPS) apresenta capacidade de ligação química à sílica depositada (Rocatec-Plus) e não a alumina da cerâmica In-Ceram. Consideraram a silicatização/silanização fundamentais para proporcionar altas e estáveis resistências de união.

Assim, pode-se verificar que para gerar uma união mais eficiente de cimentos resinosos a cerâmicas aluminizadas ou a base de zircônia são requeridas técnicas diferenciadas em relação às utilizadas para o procedimento adesivo em cerâmicas ácido-sensíveis.

A cerâmica Procera AllCeram apresenta 99,9% de alumina em sua composição (ANDERSON & ODÉN<sup>2</sup>, 1993; AWLIYA et al.<sup>5</sup>, 1998). A característica micro-estrutural compacta limita a obtenção de resistência de união confiável a cimentos resinosos a base de Bis-GMA, quando essa cerâmica é tratada pelos métodos convencionais (ácido fluorídrico ou microjateamento com  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ), como comprovado nos estudos de Awliya et al.<sup>5</sup> (1998) e Blixt et al.<sup>8</sup> (2000). No entanto, Friederich & Kern<sup>23</sup> (2002) observaram melhores resultados de resistência de união ao empregar um cimento resinoso contendo monômeros-fosfato.

Foi constatado no presente estudo que, dentre os materiais utilizados, a silicatização superficial produziu os melhores resultados de resistência de união entre a cerâmica e o cimento resinoso utilizados.

Talvez seja possível considerar que todos estes argumentos que estabelecem os métodos de silicatização, como procedimento importante para melhorar a resistência de união, podem ser estendidos para outras cerâmicas ácido-resistentes (KERN & THOMPSON<sup>38</sup>, 1995; KERN & WEGNER<sup>39</sup>, 1998; WEGNER & KERN<sup>76</sup>, 2000; MADANI et al.<sup>44</sup>, 2000; ÖZCAN et al.<sup>52</sup>, 2001; WEGNER et al.<sup>77</sup>, 2002; SOARES et al.<sup>65</sup>, 2002; BOTTINO et al.\* (2003).

Como mostrado por Wegner et al.<sup>77</sup>, (2002), a cerâmica de zircônia parcialmente estabilizada com óxido de ítrio (YPSZ) apresenta elevado conteúdo cristalino (94,9% de óxido de zircônia estabilizada por 5,1% de óxido de ítrio). Os estudos de Kern & Wegner<sup>39</sup> (1998), Wegner & Kern<sup>76</sup> (2000) e Wegner et al.<sup>77</sup> (2002) observaram que a utilização de cimentos resinosos contendo monômeros-fosfato promovem uma alta e estável resistência de união a essas cerâmicas, quando jateadas com  $Al_2O_3$ .

Apesar do presente estudo ter avaliado uma cerâmica diferente do ponto de vista micro-estrutural, os resultados obtidos sugerem que a utilização conjunta do jateamento com sílica e esses cimentos resinosos contendo monômeros-fosfato poderiam, talvez, promover um aumento ainda mais significativo na resistência de união também nessas cerâmicas.

Bottino et al.\* (2003) mostraram que a cerâmica baseada em zircônia silicatizada pelos sistemas Rocatec (23,02 MPa) e CoJet (26,81 MPa) apresentou maior resistência de união ao cimento resinoso com monômeros-fosfato que a cerâmica jateada com  $Al_2O_3$  (15,15 MPa).

No presente estudo foram avaliados os mesmos tratamentos de superfície empregados por Bottino et al.\* (2003), embora esses estudos tenham utilizado cerâmicas diferentes, Procera AllCeram e In-Ceram Zircônia, respectivamente. Avaliando os resultados obtidos nestes dois experimentos, pode-se sugerir que a cerâmica de zircônia silicatizada talvez apresenta maior resistência de união ao cimento resinoso contendo

---

\* Idem pg. 34.

monômero-fosfato que a cerâmica Procera silicatizada (Rocatec: 17,06 MPa; CoJet: 18,52 MPa). Esta hipótese provavelmente pode ser explicada pela presença de uma fase vítrea na cerâmica de zircônia em relação à característica compacta da cerâmica Procera: as partículas de sílica teriam melhor fixação no vidro da superfície cerâmica.

Da mesma forma, a cerâmica In-Ceram Alumina comporta-se de modo diferente em relação à cerâmica Procera AllCeram, mesmo que sejam consideradas aluminizadas. A In-Ceram apresenta  $\pm 80\%$  de alumina e uma fase vítrea (aluminossilicato de lantânio) entre a fase cristalina, ao passo que a Procera AllCeram é constituída integralmente de alumina (99,9%), sem fase vítrea. De fato, os estudos têm mostrado uma tendência de valores mais altos de resistência de união entre cimentos resinosos e cerâmicas aluminizadas infiltradas de vidro tratadas pelos sistemas de jateamento com sílica (KERN & THOMPSON<sup>38</sup>, 1995; ÖZCAN et al.<sup>52</sup>, 2001; SOARES et al.<sup>65</sup>, 2002). Soares et al.<sup>65</sup> (2002) avaliaram a resistência de união da cerâmica In-Ceram Alumina utilizando os mesmos tratamentos de superfície, o mesmo cimento resinoso e o mesmo método de ensaio empregados no nosso estudo. Os autores obtiveram valores médios de resistência de união de 17,77 MPa para o grupo microjateado com  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , 31,33 MPa para grupo Rocatec e 33,33 MPa para o CoJet. Comparando esses valores aos valores obtidos por nós, verifica-se que as resistências de união (MPa) ao Procera foram menores ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ : 12,70; Rocatec: 17,06; CoJet: 18,52).

Assim, reitera-se a hipótese de que as cerâmicas ácido-resistentes com fase vítrea possam permitir melhor tratamento com os sistemas de silicatização.

Outras condições que não podem ser desconsideradas dizem respeito à influência da armazenagem e da termociclagem sobre a resistência de união entre cerâmicas e cimentos resinosos, mesmo que não tenham sido avaliados no presente estudo. A degradação hidrolítica da interface material resinoso / cerâmica e a degradação do próprio

material resinoso pela falha entre matriz e partículas inorgânicas, parecem constituir-se nas razões essenciais para o decréscimo da resistência de união (SÖDERHOLM & ROBERTS<sup>66</sup>, 1990).

Friederich & Kern<sup>23</sup> (2002) avaliaram a resistência de união entre a cerâmica Procera AllCeram e sistemas adesivos em função da armazenagem e termociclagem. Observaram que o grupo tratado pelo sistema Rocatec e unido com um cimento resinoso a base de Bis-GMA (Twinlook) apresentou menores valores de resistência de união quando comparado ao grupo microjateado com  $Al_2O_3$  e cimentado com Panavia 21. No grupo Rocatec ocorreu maior número de falhas adesivas cimento – cerâmica. Já o grupo  $Al_2O_3$  + Panavia 21 apresentou 100% de falhas coesivas no cimento. Entretanto, registraram para este último grupo discreta diminuição na resistência adesiva após 150 dias, sendo atribuída a degradação do cimento resinoso.

Em nossa pesquisa utilizamos uma condição experimental diferente do estudo de Friederich & Kern<sup>23</sup> (2002), citado acima, uma vez que empregamos simultaneamente os sistemas de silicatização (Rocatec e CoJet) e o cimento Panavia F. A condição experimental comum dos dois estudos foi o grupo microjateado com  $Al_2O_3$  e cimentado com Panavia F. Ainda que seja discutível comparar os dois estudos, pois empregaram metodologias de ensaio diferentes, pode-se sugerir pela análise dos modos de falha que:

- a) o presente estudo constatou que o grupo 1 (grupo comum entre os estudos) apresentou modo de falha predominantemente adesivo na interface cerâmica – cimento (Figura 13), diferente do constatado por Friederich & Kern<sup>27</sup> (2002), que observaram falhas coesivas no cimento. Isto pode ser justificado pela tendência de distribuição mais homogênea de tensões na interface adesiva nos ensaios de microtração, o que favorece o rompimento na zona adesiva. Friederich & Kern<sup>23</sup> (2002) utilizaram o teste de tração convencional, o qual

apresenta maior possibilidade de distribuição desigual de tensões na interface;

- b) sugere-se maior quantidade de cimento na superfície cerâmica dos cp dos grupos 2 (Rocatec, Figura 14) e 3 (CoJet, Figura 15), sugerindo melhor capacidade de união quando associa-se silicatização / cimento resinoso com monômeros-fosfato, como comprovado pelas maiores médias de resistência adesiva.

Sob MEV, sugere-se que os sistemas Rocatec (Figura 10) e CoJet (Figura 11) realmente promovem a deposição de sílica na superfície, constatada por meio do mapeamento da sílica (Figura 12). O padrão micro-morfológico obtido com a silicatização parece sugerir melhor capacidade de união micromecânica dos cimentos resinosos, em relação ao padrão observado nas amostras microjateadas com  $Al_2O_3$ .

O sistema Rocatec de deposição de sílica é executado em três fases: a) jateamento com partículas de  $Al_2O_3$  (Rocatec-Pre); b) microjateamento com partículas especiais de sílica (Rocatec-Plus); c) silanização com Rocatec-Sil. Este sistema cria uma camada de sílica na superfície cerâmica pela alta velocidade de impacto da sílica na superfície. Supõe-se que as partículas de sílica possam penetrar até  $15\mu m$  no substrato cerâmico ou metálico (SUN et al.<sup>70</sup>, 2000).

Kern & Thompson<sup>37</sup> (1994) observaram um aumento significativo de sílica na superfície da cerâmica In-Ceram (15,8% - 19,7%) depois do jateamento com o Rocatec-Plus, comparado às amostras da mesma cerâmica jateadas apenas com partículas de  $Al_2O_3$ . Os autores sugeriram que a superfície silicatizada pelo sistema Rocatec poderia desenvolver melhor resistência de união entre a cerâmica In-Ceram e cimentos resinosos. Esse aumento na resistência de união foi observado pelos estudos de Kern & Thompson<sup>38</sup> (1995), Madani et al.<sup>44</sup> (2000), Özcan et al.<sup>52</sup> (2001) e Soares et al.<sup>65</sup>, (2002).

O sistema CoJet é um método de tratamento similar ao sistema Rocatec: a) jateamento com óxido de sílica; b) silanização com

ESPE-Sil. Este sistema foi idealizado para viabilizar a silicatização intra-oral de cerâmica e metal, a fim de propiciar reparos diretos de coroas metalo-cerâmicas e *metal-free* fraturadas (FRANKENBERGER et al.<sup>22</sup>, 2000; HASELTON et al.<sup>27</sup>, 2001).

Os mecanismos de união atribuídos aos sistemas Rocatec e CoJet são idênticos, visto que empregam a silicatização e posterior silanização. No entanto, o sistema CoJet pode ser considerado um método mais versátil para o uso clínico (silicatização assistida), enquanto o Rocatec é um sistema de laboratório mais robusto. Além disso, a julgar pelo emprego do CoJet para cimentação, tal como o Rocatec, o primeiro também é indicado para reparo intra-oral de restaurações indiretas, procedimento inviável com o sistema Rocatec.

No que se refere à resistência de união de cimentos resinosos a base de Bis-GMA em cerâmica Procera silicatizada, Friederich & Kern<sup>23</sup> (2002) demonstraram que a resistência de união não permaneceu estável quando as amostras foram submetidas a longo tempo de armazenagem (150 dias) e a termociclagem; a união permaneceu significativamente mais estável quando utilizaram o cimento resinoso com monômeros-fosfato. O mesmo comportamento adesivo foi observado na cerâmica a base de zircônia parcialmente estabilizada com óxido de ítrio silicatizada pelo sistema Rocatec (KERN & WEGNER<sup>39</sup>, 1998; WEGNER & KERN<sup>76</sup>, 2000). Assim, sugere-se que o tratamento de cerâmicas aluminizadas densamente sinterizadas ou a base de zircônia com os sistemas de silicatização, não gera uma união confiável a cimentos resinosos a base de Bis-GMA em longo prazo.

Já os estudos de Neikes et al.<sup>48</sup> (1992), Kern & Thompson<sup>38</sup> (1995) e Özcan et al.<sup>52</sup> (2001), com a cerâmica In-Ceram Alumina cimentada com cimentos resinosos a base de Bis-GMA, mostraram que o tratamento superficial da cerâmica com o sistema Rocatec proporcionou altos e estáveis valores de resistência de união quando comparado ao tratamento com Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.

Diante disso, é de fundamental importância considerar que um tratamento de superfície pode proporcionar maior resistência de união para um sistema cerâmico e menor resistência para outro, assim como um cimento resinoso pode não ser indicado para todos os sistemas cerâmicos. Ainda, consideramos que para se manter estável a adesão entre superfícies com composições químicas diferentes são requeridos: a) íntimo contato interfacial entre os materiais: tanto o condicionamento com ácido fluorídrico e silanização em cerâmicas ácido-sensíveis, quanto a silicatização/silanização de cerâmicas ácido-resistentes, são consideradas medidas que aumentam a capacidade de retenção micromecânica e a energia de superfície (LU et al.<sup>43</sup>, 1992; KERN & THOMPSON<sup>37</sup>, 1994; JEDYNAKIEWICZ & MARTIN<sup>34</sup>, 2001); b) capacidade da união resistir as tensões térmicas e mecânicas (NIKAIDO et al.<sup>49</sup>, 2002); c) capacidade da união em resistir a presença de água (SÓDERHOLM & ROBERTS<sup>66</sup>, 1990).

Devemos compreender que a odontologia converge para o emprego de condutas minimamente invasivas, de modo que os preparos parciais mais preservadores (facetadas laminadas, inlays, onlays, overlays e próteses adesivas) estão sendo cada vez mais utilizados. Ressaltamos que esses preparos são considerados tradicionalmente menos retentivos e mais adesivo-dependentes. Portanto, torna-se fundamental que nestas situações clínicas sejam empregadas técnicas adesivas mais eficientes e duradouras, tanto ao substrato dental, quanto ao material restaurador. O presente estudo não propõe, nem estabelece parâmetros seguros quanto ao procedimento adesivo ao substrato dental. Dessa forma, deve-se ponderar o sistema adesivo dentinário empregado, para se conseguir uma adesão global entre dentina - sistema adesivo - cerâmica.

Fundamentados na literatura abordada e nos resultados obtidos, é lícito afirmar que o uso de tecnologias de deposição de sílica sobre a superfície da cerâmica Procera AllCeram produz valores de resistência de união, por teste de microtração, maiores do que o

tratamento de superfície com jateamento com partículas de  $Al_2O_3$ . De fato, estaríamos usufruindo de métodos adesivos comprovados: a) ligação química do componente MDP contido em alguns cimentos resinosos (Panavia F) aos óxidos de alumínio da superfície cerâmica; b) ligação química entre a superfície cerâmica silicatizada, agente silano e a fase resinosa do cimento; c) padrão micro-morfológico gerado pelo jateamento permite união micromecânica do cimento resinoso.

## 6.2 Considerações sobre metodologia

Quando uma investigação científica se propõe avaliar a interação adesiva entre diferentes substratos, um dos aspectos fundamentais diz respeito ao método de avaliação empregado e que possa expressar realmente a capacidade de união entre os materiais.

Os testes laboratoriais de resistência adesiva, como tração e cisalhamento, têm como princípio a aplicação de carga em corpos-de-prova, visando gerar tensões na interface entre os materiais testados até que haja rompimento da união. Assim, para que o ensaio reproduza a real resistência de união entre um sistema adesivo e os substratos dental, metálico, cerâmico ou polimérico, é importante que a interface adesiva seja a região mais solicitada, independente do ensaio empregado (VAN NOORT et al.<sup>72</sup>, 1989; TYAS<sup>71</sup>, 1991; VERSLUIS et al.<sup>74</sup>, 1997).

Estes aspectos têm sido profundamente discutidos em diversos estudos de análise de distribuição de tensões na união, de modo que alguns ensaios têm sido considerados incapazes de solicitar fielmente a interface. Por exemplo, o teste de cisalhamento, embora seja de fácil execução técnica, tem sido criticado pelo fato de distribuir as tensões de maneira não-uniforme na interface, solicitando mais os substratos

(DeHOFF et al.<sup>15</sup>, 1995; DELLA BONA & VAN NOORT<sup>16</sup>, 1995; VERSLUIS et al.<sup>74</sup>, 1997). Assim, o ensaio de cisalhamento sub-estima a verdadeira resistência de união entre um adesivo e um aderente. Isto é explicado pelo fato das tensões se concentrarem em áreas restritas gerando maior potencial de falha a partir dessa área.

Apesar do teste de tração convencional também apresentar algumas restrições, diante da dificuldade de alinhamento das amostras em máquina de ensaio e da tendência em distribuir as tensões de modo desigual na interface (VAN NOORT et al.<sup>72</sup>, 1989; KITASAKO et al.<sup>41</sup>, 1995), este teste tem sido aceito por conceder informações de resistência de união global dos materiais adesivos, quando o ensaio de microtração é tecnicamente difícil de ser utilizado (CHEN et al.<sup>14</sup>, 2001; DELLA BONA et al.<sup>17</sup>, 2002; HOOSHMAND et al.<sup>29</sup> 2002).

Assim, o ensaio de microtração não deve ser considerado um substituto absoluto do teste de tração convencional. Entendemos que a proposta da investigação deverá definir qual método empregar diante da viabilidade técnica: avaliação de resistências de união baixas (< 5 MPa), difíceis de serem estudadas com o ensaio de microtração; resistência à tração de coroas ou de pinos intra-radiculares; materiais de difícil secção (metais), entre outros.

Um método auxiliar para observar se o ensaio foi bem conduzido é através da análise dos modos de falhas dos cp.

Avaliando as Figuras 13, 14 e 15, observa-se que: o modo de falha do grupo 1 foi predominantemente na interface adesiva cimento-cerâmica; já nos grupos 2 e 3 foi mista, mostrando áreas com remanescente de cimento e áreas com cerâmica exposta, notando-se ainda que o cimento permaneceu tanto na zona periférica quanto na porção central da superfície cerâmica. Nos cp tratados com Rocatec (Figura 14) e CoJet (Figura 15) notam-se sítios de cimento sobre a cerâmica. Algumas hipóteses poderiam explicar estes eventos:

- a) pelo fato dos grupos 2 e 3 apresentarem maior resistência de união, é pertinente que a falha seja direcionada para o cimento resinoso;
- b) no nosso estudo foram empregados cp com áreas adesivas de aproximadamente de  $0,6\text{mm}^2$ . Devido a esta área interfacial, o cimento poderia fraturar com tensões de tração relativamente baixas. Assim, sugerimos que sejam utilizadas áreas interfaciais maiores, próximas de  $1\text{mm}^2$ , como foi sugerido por de Sano et al.<sup>61</sup> (1994), Pashley et al.<sup>64</sup> (1995), Kitasako et al.<sup>41</sup> (1995), Shono et al.<sup>63</sup> (1997), Dickens et al.<sup>20</sup> (1998), Schreiner et al.<sup>62</sup>, (1998), Phrukkanon et al.<sup>57</sup> (1998), Phrukkanon et al.<sup>58</sup> (1998), Shono et al.<sup>64</sup> (1999) e Chen et al.<sup>14</sup> (2001).
- c) relacionando os materiais que constituem a zona adesiva, o cimento resinoso é o material com maior possibilidade de apresentar defeitos internos (bolhas).

As seguintes condições experimentais podem explicar porque a metodologia de ensaio utilizada neste estudo permite minimizar as tensões fora da interface adesiva, mesmo que não se possa afirmar, pois não foi realizada nenhuma análise de distribuição de tensões com análise de elementos finitos:

- a) os cp foram fixados mais paralelamente possíveis ao longo eixo do dispositivo de ensaio, considerando uma guia paralela presente neste;
- b) o dispositivo foi posicionado de modo mais paralelo à aplicação de carga de tração na máquina de ensaio universal, sugerindo que durante o ensaio as tensões sobre a interface tenham sido predominantemente de tração;
- c) o cimento permaneceu regularmente na superfície cerâmica, tanto na zona central quanto na periferia. Isto sugere distribuição regular de tensões na interface, diferentemente do

padrão de falha em meia-lua observado com freqüência nos ensaio de cisalhamento.

Nesse sentido, alguns autores têm questionado a confiabilidade dos resultados de resistência de união ao cisalhamento, que poderiam conceder informações irreais da resistência adesiva de dois materiais (OILO<sup>51</sup>, 1993; DeHOFF et al.<sup>15</sup>, 1995; DELLA BONA & VAN NOORT<sup>16</sup>, 1995; KITASAKO et al.<sup>41</sup>, 1995; VERSLUIS et al.<sup>74</sup> 1997; CARDOSO et al.<sup>11</sup>, 1998; SUDSANGIAM & VAN NOORT<sup>69</sup>, 1999). Os estudos de DeHoff et al.<sup>15</sup> (1995) e Versluis et al.<sup>74</sup> (1997) identificaram a distribuição não uniforme de tensões na interface em ensaios de cisalhamento, que poderiam gerar falhas nos substratos e não na interface adesiva.

Consideramos que a metodologia de ensaio é uma das condições experimentais mais importantes para gerar distribuição homogênea de tensões na união a fim de solicitar mecanicamente a interface adesiva. Isto permite conclusões mais confiáveis em relação ao que está se propondo investigar, como por exemplo, resistência de união entre cerâmica e cimento resinoso, em função do tratamento da superfície cerâmica. Além disso, entendemos que a área adesiva das amostras deve ser criteriosamente considerada: áreas menores permitem distribuição mais regular de tensões. Como descrevemos acima, sugerimos área interfacial de aproximadamente  $1\text{mm}^2$ .

Shono et al.<sup>63</sup> (1997) observaram que na maioria das amostras com áreas interfaciais menores ocorreram falhas adesivas; entretanto, nas amostras com áreas de  $0,5\text{mm}^2$ , foram verificadas falhas predominantemente coesivas na resina composta. Isto provavelmente ocorreu devido aos valores de resistência de união atingirem a resistência à tração da mesma. Os autores recomendaram amostras com área adesiva de  $1,0\text{mm}^2$  devido à facilidade de obtenção e menor possibilidade de enfraquecimento dos substratos.

Phrukkanon et al.<sup>57</sup> (1998) relataram que a geometria do teste de cisalhamento permite distribuição irregular de tensões na união e que amostras com secções menores permitiram uma distribuição mais regular, induzindo falhas adesivas. Phrukkanon et al.<sup>58</sup> (1998), por meio da análise de elementos finitos, revelaram que amostras com áreas menores distribuíram mais uniformemente as tensões na interface. Concluíram que as amostras com áreas de 1,1mm<sup>2</sup> e 1,5mm<sup>2</sup> comportaram-se de forma semelhante no que diz respeito à resistência de união, modo de falha e distribuição de tensões, e que o formato da interface adesiva (circular e quadrangular) teve influência insignificante, quando se empregam áreas pequenas. Shono et al.<sup>64</sup> (1999) ponderaram que a utilização de amostras "*non-trimming*", como às utilizadas no presente estudo, resultou em valores de resistência semelhante ao trabalho de Sano et al.<sup>61</sup> (1994). Os autores sugeriram que a distribuição de tensões na interface adesiva das amostras *non-trimming* pode ter sido similar nas amostras empregadas no estudo de Sano et al.<sup>61</sup> (1994), tendo em vista os resultados similares.

Ainda julgamos pertinente considerar outros aspectos experimentais relativos à metodologia empregada:

- a) a cimentação dos blocos cerâmicos aos de resina composta e não à dentina é justificada pelas variações micro-estruturais deste último substrato (procedência, armazenagem, idade) que poderiam gerar variabilidade dos resultados. Já os blocos de resina composta foram obtidos sob idênticas condições experimentais e, portanto, sem variações. Além disso, nossa proposta foi avaliar a resistência de união de um cimento resinoso a uma cerâmica, em função do tratamento da superfície cerâmica, independente do substrato dental;
- b) o emprego de maior número de dentes e cp por grupo, a fim de diminuir o desvio padrão e tornar o estudo mais confiável, é importante quando o ensaio de microtração é utilizado para

estudar a resistência de união de sistemas adesivos ao substrato dentinário, devido sua variabilidade. O presente trabalho avaliou a resistência à microtração de cp cerâmicos obtidos sob controladas condições de processamento (digitalização da matriz, compactação da alumina). Isto nos permitindo afirmar que os blocos cerâmicos apresentaram micro-estruturas similares, minimizando a influência nos resultados;

- c) pelo fato dos modos de falhas terem sido na interface adesiva ou mista (adesiva e coesiva no cimento), se justifica a cimentação dos blocos cerâmicos aos de resina composta e não entre blocos cerâmicos. De qualquer modo, sugerimos mais estudos para confirmar esta hipótese. Podem ser executadas investigações comparativas de resistência à microtração entre: (a) blocos cerâmicos cimentados entre si; (b) blocos cerâmicos cimentados a blocos de resina composta. A análise de elementos finitos é uma alternativa para investigar a influência do módulo de elasticidade dos substratos na resistência de união;
- d) corpos-de-prova *non-trimming* podem ser utilizados para avaliar a resistência de união entre cerâmicas ácido-resistentes e cimentos resinosos;
- e) qualquer estudo que se proponha avaliar a resistência de união de dois materiais deve realizar a análise do modo de falha dos cp, a fim de evitar falsas interpretações do comportamento adesivo e conclusões errôneas. Ao comparar as figuras 13, 14 e 15 (MEV – 100x e 5000x) com a figura 16 (MO – 50x), sugere-se que a análise sob MEV pode prover informações mais confiáveis do comportamento interfacial de cp ensaiados e com área interfacial de aproximadamente 1mm<sup>2</sup>;

f) a despeito de não ter sido executado neste estudo, a fractografia ou análise dos sítios de iniciação de fratura poderia ser considerada nas investigações de resistência de união, a fim de prover informações a respeito do processo de fratura (MECHOLSKY<sup>46</sup>, 1995; MECHOLSKY<sup>57</sup>, 1995; DELLA BONA et al.<sup>18</sup>, 2000; DELLA BONA et al.<sup>17</sup>, 2002).

## **7 CONCLUSÃO**

Considerando os resultados obtidos foi possível concluir que a resistência de união entre o cimento resinoso Panavia F e a cerâmica Procera AllCeram silicatizada pelos sistemas Rocatec ou CoJet foi maior que a resistência de união obtida com a cerâmica jateada com óxido de alumínio.

## 8 REFERÊNCIAS\*

1. AIDA, M.; HAYAKAWA, T.; MIZUKAWA; K. Adhesion of composite to porcelain with various surface conditions. **J Prosthet Dent**, v.73, n.5, p.464-70, May 1995.
2. ANDERSSON, M.; ODÉN, A. A new all-ceramic crown – a dense-sintered, high-purity alumina coping with porcelain. **Acta Odontol Scand**, v.51, p.59-64, 1993.
3. ANDERSSON, M. et al. PROCERA: a new way to achieve an all-ceramic crown. **Quintessence Int**, v.29, n.5, p.285-96, 1998.
4. ANDREATA FILHO, O. D.; NISHIOKA, R. S.; ALMEIDA, E. E. S. Construção de um torno mecânico para realizar reparos dentais padronizados. **Pesq Odontol Bras**, v.14, supl., p.17, set. 2000. (Apresentado na 19ª Reunião Científica da Sociedade Brasileira de Pesquisas Odontológicas). Resumo I047.
5. AWLIYA, W. et al. Shear bond strength of resin cement to densely sintered high-purity alumina with various surface conditions. **Acta Odontol Scand**, v.56, p.9-13, 1998.
6. BARGHI, N. To silanate or not to silanate: Making a clinical decision. **Compedium**, v.21, n.8, p.659-64, Aug. 2000.
7. BIANCHI, B. **Estudo sobre a resistência à microtração em função das dimensões, modo de apreensão e formato do corpo-de-prova**. 1999. 112f. Dissertação (Doutorado em Odontologia, Área de concentração em Materiais Dentários) – Faculdade de Odontologia da Universidade de São Paulo, São Paulo, 1999.

---

\* Baseado em:

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS, Rio de Janeiro. **Informação e documentação: referências, elaboração, NBR6023**. Rio de Janeiro, 2002. 23p

8. BLIXT, M. et al. Bonding to densely sintered alumina surfaces: effect of sandblasting and silica coating on shear bond strength of luting cements. **Int J Prosthodont**, v.13, n.3, p.221-6, 2000.
9. BOTTINO, M. A. et al. Materiais cerâmicos. In: **Estética em reabilitação oral metal-free**. São Paulo; Artes Médicas, 2001. p. 213-331.
10. BRUNTON, P. A. et al. Procera all-ceramic crowns: a new approach to an old problem? **Br Dent J**, v.186, n.9, p. 430-4, May 1999.
11. CARDOSO, P. E. C.; BRAGA, R. R.; CARRILHO, M. R. O. Evaluation of micro-tensile, shear and tensile tests determining the bond strength of three adhesive systems. **Dent Mater**, v.14, p.394-8, Nov. 1998.
12. CESAR, P. F. et al. Variables affecting the strength obtained by the microtensile test. **J Dent Res**, v.80, sp. iss., p.105, 2001. Abstract 550.
13. CHADWICK, R. G.; MASON, A. G.; SHARP, W. Attempted evaluation of three porcelain repair systems – what are we really testing? **J Oral Rehabil**, v.25, p.610-5, 1998.
14. CHEN, K. K. et al. Fracture aspects of resin-dentin bonding in non-trimming microtensile test. **Dent Mater J**, v.20, n.4, p.315-24, 2001.
15. DeHOFF, P. H.; ANUSAVICE, K. J.; WANG, Z. Three-dimensional finite element analysis of the shear bond test. **Dent Mater**, v.11, p.126-31, Mar. 1995.
16. DELLA BONA, A.; VAN NOORT, R. Shear vs. tensile bond strength of resin composite bonded to ceramic. **J Dent Res**, v.74, n.9, p.1591-6, Sept. 1995.
17. DELLA BONA, A.; ANUSAVICE, K. J.; HOOD, J. A. A. Effect of ceramic surface treatment on tensile bond strength to a resin cement. **Int J Prosthodont**, v.15, n.3, p.248-53, 2002.

18. DELLA BONA, A.; ANUSAVICE, K. J.; SHEN, C. Microtensile strength of composite bonded to hot-pressed ceramics. **J Adhesive Dent**, v.2, p.305-13, 2000.
19. DÉRAND, P.; DÉRAND, T. Bond strength of luting cements to zirconium oxide ceramics. **Int J Prosthodont**, v.13, n.2, p.131-5, 1995.
20. DICKENS, S. H.; LIAO, N. S.; REED, B. B. Comparison of a micro tensile and two shear dentin bond tests. **J Dent Res**, v.77, sp. iss., p.657, 1995. Abstract 202.
21. FOXTON, R. M. et al. Durability of the dual-cure resin cement / ceramic bond with different curing strategies. **J Adhesive Dent**, v.4, n.1, p.49-59, 2002.
22. FRANKENBERGER, R.; KRÄMER, N.; SINDEL, J. Repair strength of etched vs silica-coating metal-ceramic and all-Ceramic restorations. **Oper Dent**, v.25, n.5, p.209-15, 2000.
23. FRIEDERICH, R.; KERN, M. Resin bond strength to densely sintered alumina ceramic. **Int J Prosthodont**, v.15, n.4, p.333-8, 2002.
24. GIORDANO, R. A comparison of all-ceramic restorative systems: Part 1. **Gen Dent**, v.48, n.1, p.38-45, Jan./Feb. 2000.
25. GUGGENBERGER, R. Das Rocatec-System – haftung durch tribochemische beschichtung. **Dtsch Zahnärztl Z**, v.44, p.874-6, 1989.
26. HAGER, B. et al. Procera AllCeram laminates: a clinical report. **J Prosthet Dent**, v.85, n.3, p.231-2, 2001.
27. HASELTON, D. R.; DIAZ-ARNOLD, A. M.; DUNNE, J. T. Shear bond strength of 2 intraoral porcelain repair systems to porcelain or metal substrates. **J Prosthet Dent**, v.86, n.5, p.526-31, 2001.

28. HAYAKAWA, T. et al. The influence of surface conditions and silane agents on the bond of resin to dental porcelain. **Dent Mater**, v.8, p.238-40, July 1992.
29. HOOSHMAND, T.; VAN NOORT, R.; KESHVAD, A. Bond durability of resin-bonded and silane treated ceramic surface. **Dent Mater**, v.18, p.179-88, 2002.
30. HORN, H. Porcelain laminate veneers bonded to etched enamel. **Dent Clinic North Am**, v.27, n.4, p.671-84, Oct. 1983.
31. ISIDOR, F.; STOKHOLM, R.; RAVNHOLT, G. Tensile bond strength of resin luting cement to glass infiltrated porous aluminium oxide cores (In-Ceram). **Eur J Prosthodont Res Dent**, v.3, n.4, p.199-202, 1995.
32. ITINOCHE, M. K. **Estudo na ciclagem mecânica na resistência à flexão de cerâmicas**. 2002. 111f. Tese (Doutorado em Odontologia Restauradora, Área de concentração em Prótese) – Faculdade de Odontologia de São José dos Campos, São José dos Campos, 2002.
33. JARDEL, C. V. et al. Correlation of topography to bond strength of etched ceramic. **Int J Prosthodont**, v.12, n.1, p.59-64, 1999.
34. JEDYNAKIEWICZ, N. M.; MARTIN, N. The effect of surface coating on the bond strength of machinable ceramics. **Biomaterials**, v.22, p.749-52, 2001.
35. KERN, M.; STRUB, J. R. Bonding to alumina ceramic in restorative dentistry: clinical results over up to 5 years. **J Dent**, v.26, n.3, p.245-9, 1998.
36. KERN, M.; THOMPSON, V. P. ESCA surface characterization of the alumina ceramic In-Ceram after various conditioning methods for resin bonding. **J Dent Res**, v.73, sp. iss., p.197, 1994. Abstract 763.
37. KERN, M.; THOMPSON, V. P. Sandblasting and silica coating of a glass-infiltrated alumina ceramic: volume loss, morphology, and

- changes in the surface composition. **J Prosthet Dent**, v.71, n.5, p.453- 61, May 1994.
38. KERN, M.; THOMPSON, V. P. Bonding to glass infiltrated alumina ceramic: adhesive methods and their durability. **J Prosthet Dent**, v.73, n.3, p.240 - 9, Mar. 1995.
39. KERN, M.; WEGNER, S. M. Bonding to zircônia ceramic: adhesion methods and their durability. **Dent Mater**, v.14, p.64-1, Jan. 1998.
40. KERN, M.; NEIKES, M. J.; STRUB, J. R. Haftfestigkeit des klebeverbundes auf In-Ceram nach unterschiedlicher oberflächenkonditionierung. **Dtsch Zahnärztl Z**, v.46, p.758-61, 1991.
41. KITASAKO, Y. et al. Shear and tensile bond testing for resin cement evaluation. **Dent Mater**, v.11, p. 298-304, Sept. 1995.
42. KRAIVIXIEN-VONGPHANTUSET, R.; PIETROBON, N.; NATHANSON, D. Bond strength of resin cement to In-Ceram core material. **J Dent Res**, v.71, sp. iss., p.533, 1992. Abstract 141.
43. LU, R. et al. An investigation of composite resin/porcelain interface. **Aust Dent J**, v.37, n.1, p.12-9, 1992.
44. MADANI, M. et al. Effects of surface treatments on shear bond strengths between a resin cement and an alumina core. **J Prosthet Dent**, v.83, n.6, p.644-7, 2000.
45. McLEAN, J. W.; HUGHES, T. H. The reinforcement of dental porcelain with ceramic oxides. **Br Dent J**, v.119, n.6, p.251-67, Sept. 1965.
46. MECHOLSKY JUNIOR, J. J. Fractography: determining the sites of fracture initiation. **Dent Mater**, v.11, p.113-6, Mar. 1995.
47. MECHOLSKY JUNIOR, J. J. Fracture mechanics principles. **Dent Mater**, v.11, p.111-2, Mar. 1995.

48. NEIKES, M. J.; KERN, M.; STRUB, J. R. Tensile bond strength of two silicoating (silicate/silanization) systems on the Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> – ceramic In-Ceram. **J Dent Res**, v.71, sp. iss., p.533, 1992. Abstract 144.
49. NIKAIDO, T. et al. Evaluation of thermal cycling and mechanical loading on bond strength of self-etching primer system to dentin. **Dent Mater**, v.18, n.3, p.269-75, 2002.
50. ODÉN, A. et al. Five-year clinical evaluation of Procera AllCeram crowns. **J Prosthet Dent**, v.80, n.4, p. 450-6, Oct. 1998.
51. OILO, G. Bond strength testing – what does it mean? **Int Dent J**, v.43, n.5, p.492-8, 1993.
52. ÖZCAN, M.; ALKUMRU, H.; GEMALMAZ, D. The effect of surface treatment on the shear bond strength of luting cement to a glass-infiltrated alumina ceramic. **Int J Prosthodont**, v.14, n.4, p.335-9, 2001.
53. PAPE, F. W.; PFEIFFER, P.; MARX, R. Haftfestigkeit von geätztem In-Ceram® an Zahnschmelz. **Zahnärztl Welt**, v.100, n.7, p.450-3, Jan. 1991.
54. PASHLEY, D. H. et al. Adhesion testing of dentin bonding agents: a review. **Dent Mater**, v.11, p.117-25, Mar. 1995.
55. PASHLEY, D. H. et al. The microtensile bond test: a review. **J Adhesive Dent**, v.1, n.4, p.299-309, 1999.
56. PHOENIX, S.; SHEN, C. Characterization of treated porcelain surfaces via dynamic contact angle analysis. **Int J Prosthodont**, v.8, n.2, p.187-94, 1995.
57. PHRUKKANON, S.; BURROW, M. F.; TYAS, M. J. Effect of cross-sectional surface area on bond strengths between resin and dentin. **Dent Mater**, v.14, p.120-8, Mar. 1998.

58. PHRUKKANON, S.; BURROW, M. F.; TYAS, M. J. The influence of cross-sectional shape and surface area on the microtensile bond test. **Dent Mater**, v.14, p.212-21, June 1998.
59. POSPIECH, P.; RAMMELSBERG, P.; UNSÖLD, F. A new design for all-ceramic resin-bonded fixed partial dentures. **Quintessence Int**, v.27, n.11, p.753-8, 1996.
60. ROSENSTIEL, S. F. et al. Dental resin agents: a review of the current literature. **J Prosthet Dent**, v.80, n.3, p.280-301, Sept. 1998.
61. SANO, H. et al. Relationship between surface area for adhesion and tensile bond strength - Evaluation of a micro-tensile bond test. **Dent Mater**, v.10, p.236-40, July 1994.
62. SCHREINER, R. F. et al. Microtensile testing of dentin adhesives. **Dent Mater**, v.14, p.194-201, June 1998.
63. SHONO, Y. et al. Effects of cross-sectional area on resin-enamel tensile bond strength. **Dent Mater**, v.13, p.290-6, Sept. 1997.
64. SHONO, Y. et al. Regional measurement of resin-dentin bonding as an array. **J Dent Res**, v.78, n.2, p.699-705, Feb. 1999.
65. SOARES, L. F. et al. Microtração de cerâmica aluminizada e cimento resinoso: efeito do tratamento da superfície cerâmica. **Pesqui Odont Bras**, v.16, supl., p.149, set. 2002. (Apresentado na 19ª Reunião Científica da Sociedade Brasileira de Pesquisas Odontológicas. Resumo Pa217).
66. SÖDERHOLM, K. J. M.; ROBERTS, M. J. Influence of water exposure on tensile strength of composite. **J Dent Res**, v.69, n.12, p.1812-6, Dec. 1990.
67. SÖDERHOLM, K. J. M.; SHANG, S. W. Molecular orientation of silane at the surface of colloidal silica. **J Dent Res**, v.72, n.6, p.1050-4, June 1993.

68. SORENSEN, J. A. et al. Shear bond strength of composite resin to porcelain. **Int J Prosthodont**, v.5, n.1, p.17-23, 1991.
69. SUDSANGIAM, S.; VAN NOORT, R. Do dentin bond strength tests serve a useful purpose? **J Adhesive Dent**, v.1, n.1, p.57-67, 1999.
70. SUN, R. et al. Characterization of tribochemically assisted bonding of composite resin to porcelain and metal. **J Dent**, v.28, p.441-5, 2000.
71. TYAS, M. J. Guest Editorial: Reliability and validity in dental materials testing. **J Dent Res**, v.1, p.1471, Nov. 1991. (Letter).
72. VAN NOORT, R. et al. A critique of bond strength measurements. **J Dent**, v.12, n.2, p.61-7, 1989.
73. VAN NOORT, R. et al. The effect of local interfacial geometry on the measurement of the tensile bond strength to dentin. **J Dent Res**, v.70, n.5, p.889-93, May 1991.
74. VERSLUIS, A.; TANTBIROJN, D.; DOUGLAS, W. H. Why do shear bond tests pull out dentin? **J Dent Res**, v.76, n.6, p.1298-307, June 1997.
75. WAGNER, W. C.; CHU, T. M. Biaxial flexural strength and indentation fracture toughness of three new dental core ceramics. **J Prosthet Dent**, v.76, n.2, p.140-4, Aug. 1996.
76. WEGNER, S. M.; KERN, M. Long-term resin bond strength to zirconia ceramic. **J Adhesive Dent**, v.2, n.2, p.139-47, 2000.
77. WEGNER, S. M.; GERDES, W.; KERN, M. Effect of different artificial conditions on ceramic-composite bond strength. **Int J Prosthodont**, v.15, n.3, p.267-72, 2002.
78. WHITE, S. N. et al. Modulus of rupture of the Procera AllCeram system. **Quintessence Int**, v.8, n.3, p.120-6, 1996.

**APÊNDICE A – Os valores de resistência à microtração de todas as amostras estão expressos nas Tabelas 3, 4 e 5.**

**Tabela 3 - Grupo 1: microjateamento com Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>**

<b>Amostras</b>	<b>Resistência (MPa)</b>
1	12.26
2	14.76
3	14.42
4	11.48
5	15.27
6	18.98
7	10.75
8	12.25
9	9.02
10	10.40
11	10.86
12	11.51
13	17.29
14	10.18
15	11.96
16	12.26
17	18.11
18	13.93
19	14.06
20	12.17
21	12.58
22	13.92
23	10.76
24	12.87
25	10.54
26	6.05
27	12.98
28	13.78
29	11.76
30	13.79

Tabela 4 - Grupo 2: sistema Rocatec

<b>Amostras</b>	<b>Resistência (MPa)</b>
1	11.31
2	10.22
3	15.47
4	16.60
5	28.81
6	21.31
7	13.44
8	18.37
9	12.38
10	20.96
11	21.43
12	18.62
13	21.12
14	17.83
15	16.49
16	11.79
17	17.94
18	11.77
19	18.45
20	13.72
21	21.37
22	19.34
23	14.83
24	15.09
25	19.55
26	16.30
27	14.79
28	18.76
29	17.69
30	16.07

Tabela 5 - Grupo 3: sistema CoJet

<b>Amostras</b>	<b>Resistência (MPa)</b>
1	16.52
2	24.02
3	18.48
4	11.59
5	27.53
6	16.03
7	22.10
8	19.59
9	19.85
10	31.28
11	18.86
12	17.13
13	14.92
14	15.57
15	13.27
16	19.51
17	12.10
18	12.87
19	22.36
20	20.15
21	21.72
22	26.98
23	17.26
24	19.68
25	14.26
26	12.61
27	14.64
28	18.45
29	19.14
30	17.18

Tabela 6 - Teste de aderência à curva normal: Valores originais

Frequências por intervalos de classe:							
Intervalos de classe	M-3s	M-2s	M-1s	Med.	M+1s	M+2s	M+3s
Curva normal	0,44	5,40	24,20	39,89	24,20	5,40	0,44
Curva experimental	0,00	6,67	24,44	46,67	16,67	3,33	2,22

Cálculo do Qui-quadrado:		
Graus de liberdade	4	<u>Interpretação:</u> A distribuição amostral testada é normal.
Valor do Qui-quadrado	4,59	
Probabilidade de Ho	33,24 %	

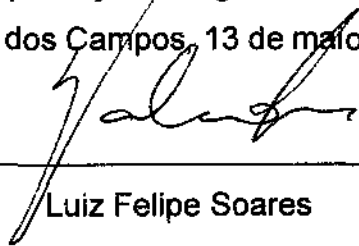
SOARES, L. F. ***Bond strength of a resin cement to an alumina-based ceramic after to different ceramic surface treatments.*** 2003. 91f. Dissertação (Mestrado em Odontologia Restauradora, Área de concentração em Prótese) – Faculdade de Odontologia de São José dos Campos, Universidade Estadual Paulista, São José dos Campos, 2003.

### **ABSTRACT**

*This study evaluated the tensile bond strength of a resin cement to a ceramic after to three ceramic surface treatments. Five blocks of Procera AllCeram (6 mm X 6 mm X 15 mm) were fabricated. Each ceramic block was sectioned in 3 portions of 6 mm X 6 mm X 5 mm. The fifteen blocks were duplicate in resin composite (W3D Master); the ceramic surface was polished through 600, 800 and 1200 SiC grids, and the blocks were divided in 3 experimental groups: Group 1 – Sandblasting with 110  $\mu\text{m}$   $\text{Al}_2\text{O}_3$ ; Group 2 – Rocatec System: Rocatec-Pre, -Plus and -Sil; and Group 3 – CoJet System: Sandblasting with 30 $\mu\text{m}$  silica particles + ESPE-Sil. The ceramic blocks were cemented to the resin composite blocks with resin cement (Panavia F), according to manufacturer's instructions, under a load of 750g for 10min. The cemented blocks were stored in 37°C distilled water for 7 days and sectioned in two axes, x and y, with a diamond disk under cooling water in order to obtain samples (sp) with a bonding area of  $0,6 \pm 0,1 \text{ mm}^2$  (n=30). Each sp was attached to an adapted device for the microtensile test. This set was attached to a universal testing machine (EMIC DL-1000) and tested at crosshead speed of  $1\text{mm}\cdot\text{min}^{-1}$ . The data were statistically analyzed using ANOVA and Tukey's test. The bond strength mean values (MPa) were: Group 1 – 12.70; Group 2 – 17.06 and Group 3 – 18.52. G2 and G3 showed statistically significant higher bond strength values than G1. There was no statistical difference between G2 and G3 ( $p < 0,05$ ).*

**KEY-WORDS:** *Tensile strength; ceramics; silicon dioxide; resin cements.*

Autorizo a reprodução xerográfica deste trabalho.  
São José dos Campos, 13 de maio de 2003.



---

Luiz Felipe Soares