GUILHERME DE SIQUEIRA FERREIRA ANZALONI SAAVEDRA

EFEITO DA NEUTRALIZAÇÃO DO ÁCIDO FLUORÍDRICO, LIMPEZA SÔNICA DOS PRECIPITADOS E DA CIMENTAÇÃO SOBRE A RESISTÊNCIA À FLEXÃO DE UMA CERÂMICA VÍTREA

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

GUILHERME DE SIQUEIRA FERREIRA ANZALONI SAAVEDRA

EFEITO DA NEUTRALIZAÇÃO DO ÁCIDO FLUORÍDRICO, LIMPEZA SÔNICA DOS PRECIPITADOS E DA CIMENTAÇÃO SOBRE A RESISTÊNCIA À FLEXÃO DE UMA CERÂMICA VÍTREA

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

Orientador: Prof. Adjunto Estevão Tomomitsu Kimpara

São José dos Campos
2008

Apresentação gráfica e normalização de acordo com:
Alvarez S, Coelho DCAG, Couto RAO, Durante APM. Guia prático para Normalização de Trabalhos Acadêmicos da FOSJC. São José dos Campos: FOSJC/UNESP; 2008

S12e Saavedra, Guilherme de Siqueira Ferreira Anzaloni.
Efeito da neutralização do ácido fluorídrico, limpeza sônica dos precipitados e da cimentação sobre a resistência à flexão de uma cerâmica vítrea /. Guilherme de Siqueira Ferreira Anzaloni Saavedra. __ São José dos Campos : [s.n.]; 2008
122.f. : il.

Tese (Doutorado em Odontologia Restauradora) – Faculdade de Odontologia de São Jose dos Campos, Universidade Estadual Paulista, 2008.
Orientador: Prof. Adjunto Estevão Tomomitsu Kimpara

1.condicionamento ácido. 2. limpeza sônica. 3. cerâmica. I. Kimpara, Estevão Tomomitsu. II. Universidade Estadual Paulista. Faculdade de Odontologia de São José dos Campos. III. Título

tD15

Ficha catalográfica elaborada pelo Serviço Técnico de Biblioteca e Documentação da Faculdade de Odontologia de São José dos Campos – UNESP

AUTORIZAÇÃO

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

São José dos Campos, 11 de Dezembro de 2008.
Assinatura:
E-mail: gsaavedra@terra.com.br

BANCA EXAMINADORA

Prof. Adjunto Estevão Tomomitsu Kimpara (Orientador)
Faculdade de Odontologia de São José dos Campos
Universidade Estadual Paulista - UNESP

Prof. Adjunto Eduardo Piza Pellizzer
Faculdade de Odontologia de Araçatuba
Universidade Estadual Paulista - UNESP

Prof. Dr. Maximiliano Piero Neisser
Faculdade de Odontologia de São José dos Campos
Universidade Estadual Paulista – UNESP

Prof. Dr. Rander Pereira Avelar
Faculdade de Odontologia
Universidade de Brasília – UNB

Prof. Dr. Rubens Nisie Tango
Faculdade de Odontologia de São José dos Campos
Universidade Estadual Paulista – UNESP

São José dos Campos, 11 de dezembro de 2008.

DEDICATÓRIA

A ***Deus****, por estar presente e iluminar meus passos durante minha vida e nesta grande caminhada.*

Aos meus pais, ***Feliciano Alberto Nicodemo Saavedra e Lucia Helena de Siqueira Ferreira Anzaloni Saavedra,*** *pela oportunidade de estudar e me tornar um homem. Não foram apenas pais, mas amigos, companheiros, pois souberam me incentivar a prosseguir, com dignidade, nas horas em que meus ideais pareciam distantes.*

Ao meu irmão ***Marcelo de Siqueira Ferreira Anzaloni Saavedra,*** *pelo exemplo de determinação, como irmão mais velho e para a busca da realização dos meus sonhos.*

Ao meu irmão ***Milton de Siqueira Ferreira Anzaloni Saavedra,*** *pela amizade, carinho e ajuda na execução e conclusão do trabalho.*

Aos Meus Queridos Tios, ***Vicente Siciliano*** *(in memorian)* ***e Neide Saavedra Siciliano,*** *por atuarem como educadores e exemplo de como viver em Família. Além de Tios, são Pais, pelo amparo em todos os momentos de minha vida. E pela certeza que a realização deste trabalho representa um momento de satisfação em suas vidas.*

A minha namorada ***Adriana Czerkes Farré,*** *pela demonstração de carinho, incentivo, paciência e apoio constante que sempre manifestou. Faz parte de momentos que ficarão eternamente em minha mente.*

MINHA ETERNA GRATIDÃO...

Ao meu pai, ***Feliciano Alberto Nicodemo Saavedra****, pelo exemplo de homem, pai e profissional. Sempre ao meu lado incentivando. A minha SUPER mãe,* ***Lucia Helena de Siqueira Ferreira Anzaloni Saavedra****, por todo esforço, dedicação e amor. Sempre preocupada com nosso bem-estar, abdicando de muitos valores para permitir a minha caminhada nesta grande conquista. São as pessoas mais importantes em minha vida.*

Ao meu amigo e orientador Prof. Adjunto ***Estevão Tomomitsu Kimpara*** *pelas orientações, oportunidades e atenção dispensados no transcorrer da minha vida profissional. Pessoa que conquistou meu respeito, admiração e carinho. Profissional competente e, principalmente pelo ser humano de caráter e*

personalidade, que pretendo seguir como exemplo em minha trajetória.

Ao amigo e co-orientador Prof. Dr. **Tarcísio José de Arruda Paes Junior** *pelas orientações transmitidas com muita competência no decorrer do meu curso de graduação, estágio e conselhos nos mais de dez mil quilômetros percorridos pela Dutra (Horas de sono!!!!!). Será um exemplo de mestre que sempre guardarei em minha memória.*

Ao Prof. Titular **Marco Antônio Bottino** *pelas oportunidades profissionais e pelo incansável incentivo e apoio dispensados no decorrer do curso.*

Ao Prof. Dr. **Maximiliano Pierro Neisser**, *meu primeiro orientador, exemplo de pesquisador e fotógrafo em quem pretendo me espelhar daqui para frente. Responsável pelos meus primeiros passos na pesquisa e fotografia.*

Ao meu irmão Prof. Dr. ***Rander Pereira Avelar,*** *a quem devo muito de toda essa conquista. Pelas oportunidades, disponibilidade em sempre me ajudar e como exemplo de irmão mais velho. Tenho grande orgulho de tê-lo como amigo.* ***"Bem vindo a vida!!!"***

Ao meu amigo e grande pesquisador Prof. Dr. ***Rubens Nisie Tango*** *pelo apoio, incentivo e pela disponibilidade na realização da parte estatística deste trabalho.*

Ao meu amigo Prof. Dr. ***Alexandre Luís Souto Borges,*** *pelo convívio e incentivo na realização deste trabalho.*

Ao meu grande AMIGO de turma ***Lucas Vilaça Zogheib (Zoga),*** *pela amizade, incentivo, companheirismo, desenvolvimento científico e pelos bons momentos compartilhados. Valeu Lucão!!*

Aos ***meus amigos, colegas e alunos*** *da Universidade Paulista - UNIP, obrigado pelo convívio e incentivo para a realização deste trabalho.*

Aos colegas da Disciplina de Prótese Parcial Removível da UNIP, ***Elza, Denise e Pedro,*** *obrigado pela paciência e pelos ensinamentos. Tenho um grande carinho por vocês.*

Ao amigo ***Alfredo Mikail Melo Mesquita,*** *pelo companheirismo e auxílio durante esta jornada.*

Aos meus Grandes Amigos ***Renato Oliveira Almeida, Christian Wilson Roel Gutierrez, Leonardo Fernandes da Silva, João Paulo Mendes, Luiz Otávio Porto e Danilo Soares Trindade*** *que mesmo estando longe sempre foram grandes incentivadores.*

AGRADECIMENTOS

A Faculdade de Odontologia de São José dos Campos – Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho” – UNESP, através de seu Diretor, Professor Adjunto **José Roberto Rodrigues.**

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

Ao Departamento de Materiais Odontológicos e Prótese da Faculdade de Odontologia de São José dos Campos – UNESP, sob chefia do Professor Adjunto **Estevão Tomomitsu Kimpara.**

Aos Professores da Disciplina de Materiais Dentários, Professor Adjunto **Estevão Tomomitsu Kimpara,** Professor Adjunto **Sigmar de Melo Rode**, Professor Doutor **Alexandre Luis Souto Borges e** ao Professor **Rubens Nisie Tango** pelos ensinamentos transmitidos, convívio e amizade.

Aos Professores da Disciplina de Prótese Total, Professor Adjunto **Estevão Tomomitsu Kimpara,** Professor Doutor **Tarcísio José de Arrruda Paes Junior**, Professor Doutor **Alexandre Luis Souto Borges** pelos ensinamentos transmitidos e pelas oportunidades concedidas.

Aos Professores Doutores **Fernando Eidi Takahashi**, **Renato Sussumu Nishioka e Osvaldo Daniel Andreatta Filho**, da Disciplina de Prótese Parcial Fixa da Faculdade de Odontologia de São José dos Campos – UNESP pelos ensinamentos transmitidos.

A **todos os amigos do curso de Pós – Graduação,** pelos momentos de descontração que passamos juntos e pelo constante apoio e incentivo.

Ao amigo Luis Marcelo (CEP – Centro Especializado em Prótese), pela realização das amostras cerâmicas do estudo, apoio e paciência comigo.

As secretárias da secção de pós-graduação, **Rosemary de Fátima Salgado Pereira, Erena Michie**

Hasegawa, Maria Aparecida Consiglio de Souza e Lilian Faria das Graças, pelas informações e atenção prestadas.

As secretárias **Eliane Wenzel e Suzana Cristina de Oliveira**, do Departamento de Materiais Odontológicos e Prótese, pela atenção dispensada neste período.

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

A Diretora Técnica de Serviços de Biblioteca e Documentação, **Silvana Alvarez**, da Faculdade de Odontologia de São José dos Campos – UNESP, por realizar as correções com competência e muita dedicação.

Ao Professor **Durval Rodrigues Júnior**, do Departamento de Engenharia de Materiais da FAENQUIL - Lorena pela disponibilidade e auxílio durante a realização do EDS.

À **Wilcos do Brasil**, por meio dos seus diretores Sr. **Carlos Arthur Coppos** e Sr. **Waldemar Motta**, pelos materiais fornecidos para a realização desse estudo.

À **3M-ESPE**, por meio de seus funcionários **Valéria Britto** e **Marcelo,** pelos materiais fornecidos para a realização desse estudo.

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

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

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

MEUS SINCEROS AGRADECIMENTOS

SUMÁRIO

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS 14

LISTA DE FIGURAS..... 15

LISTA DE QUADROS E TABELAS..... 18

RESUMO..... 19

1 INTRODUÇÃO 20

2 REVISÃO DA LITERATURA 24

3 PROPOSIÇÃO 76

4 MATERIAIS E MÉTODO 77

4.1 Materiais 77

4.2 Método 78

4.2.1 Confecção, controle de qualidade e refinamento das barras cerâmicas..... 79
4.2.2 Tratamento da superfície dos corpos-de-prova..... 82
4.2.3 Processo de cimentação..... 86
4.2.4 Ensaio de flexão 3 pontos (Padrão ISO 6872)..... 88
4.2.5 Delineamento experimental 90
4.2.6 Análise microscópica..... 90
4.2.6.1 Análise por microscopia óptica..... 90
4.2.6.2 Análise topográfica por microscopia eletrônica de varredura (MEV)..... 91
4.2.7 Análise química e mapeamento de superfície via MEV e EDS..... 92
5 RESULTADOS..... 94
5.1 Ensaio mecânico de flexão..... 94
5.2 Análise por microscopia óptica..... 97
5.3 Análise topográfica por MEV..... 98
5.4 Da análise química e mapeamento de superfície via MEV e EDS 102
6 DISCUSSÃO 106

6.1 Dos resultados do ensaio de resistência à flexão..... 106
6.2 Da análise topográfica por MEV..... 111

6.3 Da análise química e mapeamento de superfície via MEV e EDS..... 113
7 CONCLUSÕES..... 114
8 REFERÊNCIAS..... 115
ABSTRACT..... 122

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

AF= Ácido fluorídrico
Al= Alumínio
ANOVA= Análise de Variância
APF= Flúor fosfato acidulado
Ca= Cálcio
Cp= Corpo-de-prova
Cps= Corpos-de-prova
EDS= Espectroscopia por Energia Dispersiva
H= Hidrogênio
h=hora
HF= Ácido fluorídrico
K= Potássio
MEV= Microscopia eletrônica de varredura
min= minutos
MPa= Megapascal
Na= Sódio
O= Oxigênio
Ra= Rugosidade superficial Média
s= segundos
SEM= Scanning Electron Microscope
^{o}C= Graus Celsius
Tg= Temperatura de transição

LISTA DE FIGURAS

FIGURA 1 - Molde Metálico..... 78

FIGURA 2 - Seqüência de confecção das barras cerâmicas: a- matriz para a barra cerâmica; b- manipulação da cerâmica; c- início da inserção da massa; d- remoção do excesso de líquido modelador; e- matriz preenchida; f- barra cerâmica antes da cocção..... 80

FIGURA 3 - Barras cerâmicas durante processo de cocção: a- vista aproximada das barras no interior do forno; b- barras cerâmicas antes e após a cocção..... 80

FIGURA 4 - Limpeza sônica das barras cerâmicas: a- aparelho de ultra-som utilizado; b- barras cerâmicas durante processo de limpeza..... 81

FIGURA 5- Seqüência de condicionamento com ácido fluorídrico a 10% das superfícies cerâmicas: a- início da aplicação do ácido; b- ácido fluorídrico aplicado; c-lavagem *spray* ar-água (60s); d- secagem da superfície cerâmica condicionada pelo ácido fluorídrico..... 84

FIGURA 6 - Processo de neutralização do ácido fluorídrico: a- inserção da barra cerâmica em solução

supersaturada de bicarbonato de sódio; b- barra cerâmica imersa na solução..... 85

FIGURA 7 - Limpeza sônica das barras cerâmicas: a- aparelho de ultra-som utilizado; b- barra cerâmica durante processo de limpeza 85

FIGURA 8 - Sequência de cimentação: a-) barra cerâmica sendo silanizada; b-) aplicação do cimento; c-) conjunto barra cerâmica-cimento posicionado no delineador adaptado; d-) fotoativação do cimento.... 87

FIGURA 9 - Espécime posicionado no dispositivo para realização ensaio mecânico..... 89

FIGURA 10 - Ensaio mecânico: a- espécime pronto para ser carregado; b- após falha catastrófica..... 89

FIGURA 11 - Microscópio eletrônico de varredura..... 91

FIGURA 12 - MEV* e EDS*..... 93

FIGURA 13 - Distribuição dos valores de resistência à flexão, ao redor da média, segundo o tipo de tratamento de superfície..... 95

FIGURA 14 - MEV: a- área analisada; b- imagem do padrão de falha das amostras..... 98

FIGURA 15 - Imagens da superfície de fratura cerâmica do G1 (sem tratamento), As setas indicam a possível origem da falha catastrófica: a)padrão (x500); b)

padrão (x2000)..... 98

FIGURA 16 - Imagens das superfícies de fratura nos diferentes tratamentos realizados: a) G2 (x500); b) G2 (x2000); c) G3 (x500); d) G3 (x2000); e) G4 (x500); f) G4 (x2000); g) G5 (x500); h) G5 (x2000); i) G6 (x500); j) G6 (x2000)..... 101

FIGURA 17 - Espectro de raios-X da superfície de fratura do G1(sem tratamento)..... 103

FIGURA 18 - Espectro de raios-X da superfície de fratura do G2 (AF). Não foi possível identificar o íon flúor..... 103

FIGURA 19 - Espectro de raios-X da superfície de fratura do G3 (AF e cimento). Nota-se a presença do elemento zircônio que é característico da microestrutura do cimento resinoso..... 104

FIGURA 20 - Espectro de raios-X da superfície de fratura do G4 (AF, neutralização e cimento)..... 104

FIGURA 21 - Espectro de raios-X da superfície de fratura do G5 (AF, ultra-som e cimento)..... 105

FIGURA 22 - Espectro de raios-X da superfície de fratura do G6 (AF, neutralização, ultra-som e cimento)..... 105

LISTA DE QUADROS E TABELAS

Quadro 1 - Material, nome comercial e fabricante utilizados para a confecção dos corpos-de-prova..... 77

Quadro 2 - Descrição da composição dos materiais utilizados para a confecção dos corpos-de-prova..... 78

Quadro 3 - Descrição da divisão dos grupos conforme o condicionamento ácido, a presença ou não do processo de neutralização do precipitado do ácido fluorídrico, quanto à limpeza sônica ou não com água deionizada por 4 minutos do precipitado ácido e a presença da cimentação..... 83

Tabela 1 - Estatística descritiva dos dados de resistência à flexão (MPa) obtidos para os diferentes tratamentos da superfície cerâmica..... 95

Tabela 2 - ANOVA para os dados de resistência à flexão (MPa) obtidos..... 96

Tabela 3 - Teste de Comparação Múltipla de Tukey (5%)..... 96

SAAVEDRA, GSFA. **Efeito da neutralização do ácido fluorídrico, limpeza sônica dos precipitados e da cimentação sobre a resistência à flexão de uma cerâmica vítrea** [Tese].
São José dos Campos: Faculdade de Odontologia de São José dos Campos, UNESP – Universidade Estadual Paulista; 2008.

RESUMO

O objetivo deste trabalho foi avaliar cinco hipóteses: a) o condicionamento ácido diminui a resistência à flexão de uma cerâmica feldspática; b) a cimentação aumenta os valores de resistência à flexão de uma cerâmica feldspática; c) o processo de neutralização dos precipitados do ácido fluorídrico diminui os valores de resistência à flexão de uma cerâmica feldspática; d) a limpeza sônica (ultra-som) com água deionizada dos precipitados do ácido fluorídrico, formados sobre a superfície cerâmica após o condicionamento ácido, aumenta os valores de resistência à flexão de uma cerâmica feldspática; e) a associação entre o processo de neutralização dos precipitados do ácido fluorídrico e a limpeza sônica melhora a resistência à flexão de uma cerâmica feldspática. Foram confeccionadas 60 barras cerâmicas (20x4x1.2mm) (VM7 VITA Zahnfabrik). Cada barra cerâmica (1face) (exceção G1) foi condicionada (20s) com AF10% (Dentsply), seguida pela lavagem jato ar-água (60s) e secagem. Foram selecionadas aleatoriamente e separadas em 6 grupos(n=10): G1 - Controle (sem tratamento); G2 - condicionamento ácido apenas; G3 – o silano(Porcelain Primer,BISCO) foi aplicado na superfície cerâmica seguido da cimentação resinosa (Rely X ARC/3M); G4 – as barras foram imersas (40s) em solução supersaturada de bicarbonato de sódio, lavadas jato ar-água por (5s) e secas antes da aplicação do silano e cimentação; G5 - limpeza sônica (4min), silano e cimentação; G6 - associação da neutralização e limpeza sônica, seguido da silanização e cimentação. Após armazenagem (água destilada/sete dias a 37ºC), cada conjunto cerâmica/cimento) foi levado ao dispositivo de ensaio, sendo este acoplado em uma máquina de ensaios universal (EMIC) com célula de carga de 10Kgf, velocidade de 1,0mm/min e submetidos ao ensaio mecânico de flexão 3 pontos (imersos em água a 37ºC). Os valores de resistência à flexão e os desvios-padrão(MPa) para os grupos foram: G1: 73,79±5,83^{a}; G2: *60,65*±10,07^{b}; G3: 85,10±12,40^{a}; G4: 80,91± 14,01^{a}; G5: 85,18±10,03^{a}; G6: 83,86±10,37^{a}. Verificou-se que o fator tratamento de superfície foi estatisticamente significante, sendo o G2 diferente estatisticamente de todos os grupos do estudo (p=0.0001) (ANOVA one-way e Teste de Tukey, p<0.05). Pode-se concluir que: a) o condicionamento ácido diminuiu a resistência à flexão da cerâmica feldspática; b) o cimento aumentou os valores de resistência à flexão, porém de maneira não significativa; c) o processo de neutralização não diminuiu os valores de resistência à flexão de uma cerâmica feldspática; d) a limpeza sônica dos precipitados do ácido fluorídrico aumentou os valores de resistência à flexão, mas de maneira não significativa; d) a associação entre o processo de neutralização e a limpeza sônica não melhorou a resistência à flexão da cerâmica feldspática.

PALAVRAS-CHAVE: condicionamento ácido; ácido fluorídrico; neutralização; limpeza sônica; resistência à flexão; cerâmica.

1 INTRODUÇÃO

A necessidade estética e a evolução da odontologia, principalmente a voltada para a filosofia adesiva, fizeram com que os materiais cerâmicos evoluíssem nas últimas décadas, tornando seu uso rotineiro para o cirurgião-dentista. Estes proporcionam um bom resultado quanto à reabilitação estética apresentando vantagens singulares tais como: alta estabilidade de cor, resistência ao manchamento e propriedades ópticas que determinam a capacidade de se assemelhar às estruturas dentais (Peumans et al.[28], 2004).

Há alguns anos surgiu uma cerâmica feldspática classificada como cerâmica vítrea bifásica VM7 (Vita, Zahnfabrik). Este material é composto basicamente de Si:19,6%; Al:4,9%; K: 4,0%; Na: 2,4%; Ca: 0,7%; C: 25,7% e O: 42,2%, apresentando duas fases vítreas com espectros bem definido, (Boscato et al.[6], 2004) sendo indicado para restaurações parciais tipo *inlay* ou *onlay,* facetas laminadas e como cerâmica de cobertura para o sistema In-Ceram Alumina (VITA Zahnfabrik).

Mas a despeito das características intrínsicas a este material, o sucesso e a longevidade dessas restaurações estão intimamente relacionados com o tratamento superficial submetido pré-cimentação e a cimentação propriamente dita (Stewart et al.[41], 2002).

Durante o processo de preparo de restaurações totalmente cerâmicas a serem cimentadas, existe a necessidade de se utilizar sistemas adesivos e cimentos resinosos *(Wolf et al.[45], 1993; DeGOES[12], 1998)* o que permite, desta forma, uma adesão com a estrutura dental. A força de união entre cimento resinoso e a cerâmica, é dada pelo condicionamento ácido da superfície cerâmica, que possibilita o intertravamento mecânico e a utilização de uma molécula organofuncional

conhecida como silano, que promove a adesão entre os substratos inorgânicos e os polímeros orgânicos (Stangel et al[40], 1987; Addison et al[2], 2007).

O tratamento de superfície é determinado pela sensibilidade da cerâmica ao ácido fluorídrico, conforme classificado por Valandro et al.[43], em 2005, em: ácido-sensíveis - cerâmicas que sofrem alteração morfológica da superfície pelo ácido fluorídrico (cerâmica feldspáticas, leucíticas e à base de dissilicato de lítio), criando um padrão topográfico que favorece a retenção micro mecânica; ou ácido-resistentes – cerâmicas que não sofrem alteração morfológica pela atuação do ácido fluorídrico.

O condicionamento com ácido fluorídrico em cerâmica feldspática altera de forma significativa a morfologia superficial desta, promovendo irregularidades na superfície pela dissolução seletiva da fase vítrea representadas por poros retentivos (Ozcan e Vallittu[26], 2003). O número, a forma e o tamanho desses poros têm sido associados a um aumento da resistência adesiva (Stangel et al.[40], 1987) e a presença dos mesmos, possibilita a penetração do agente de união (Correr Sobrinho et al.[11],2004; Leite[22], 2005).

Além das irregularidades na superfície cerâmica, o condicionamento com ácido fluorídrico promove a formação de precipitados ácidos (produtos da reação do fluorsilicato de Na, K, Ca e Al) que ficam localizados na entrada dos poros (Canay et al.[8], 2001). A presença dos mesmos pode causar uma diminuição da resistência adesiva entre a cerâmica e o agente de união e levar à falha clínica da restauração (Phoenix e Shen[29], 1995). Procedimentos adicionais podem melhorar ou auxiliar essa união, como a eliminação do excesso de ácido e de precipitados ácidos na superfície cerâmica (Yen et al.[46], 1993; Magne et al.[23], 1999; Saavedra et al.[33] 2005).

Saavedra et al.[34], em 2008, analisaram a influência da neutralização do ácido fluorídrico com bicarbonato de sódio e limpeza

sônica na resistência de união entre um cimento resinoso e uma cerâmica vítrea, verificando que a associação destes métodos aumentou de maneira significativa a resistência de união adesiva entre o cimento e a cerâmica estudados.

Outro fator a ser considerado nas restaurações cerâmicas é sua desprezível capacidade em sofrer deformações, tornando-a friável. Em relação a esta propriedade, essas restaurações apresentam alta susceptibilidade à fratura (Burke e Watts[7], 1994). Estudos clínicos com porcelanas feldspáticas apresentam taxas de insucesso variando de 0 a 40% após 4 a 5 anos para coroas, próteses parciais fixas e facetas laminadas (van Dijken; et al.[44] 1999).

A fratura da cerâmica ocorre quando o fator de intensidade de tensão (KI) atinge um valor crítico (KIc), definido por uma combinação de tensão aplicada e tamanho do defeito presente no material, em uma certa configuração de carregamento e geometria da trinca (fator Y) segundo Pinto[30] (2006).

Os materiais cerâmicos podem apresentar, principalmente em meio úmido (ambiente bucal), o crescimento lento e estável de defeitos (trincas) quando submetidos a níveis de tensão abaixo do valor crítico, o que resulta na diminuição da sua resistência em função do tempo de uso (Myers et al.[25], 1994). Este fenômeno é conhecido como crescimento de trinca subcrítico ou lento (*slow crack growth, SCG*) e ocorre por uma interação química entre a cerâmica e o ambiente, geralmente na presença de umidade e tensões (Anusavice e Lee[4], 1989).

Ao se aproximar de uma ponta de trinca sob tensão, a molécula de água reage quimicamente com as moléculas ali presentes formando um hidróxido a partir da quebra das ligações dos óxidos metálicos do material cerâmico. Desta forma, o defeito tende a crescer lentamente até atingir o tamanho crítico para a fratura (sob uma determinada tensão), levando à falha de forma catastrófica (Ritter[31], 1995).

Embora muitos estudos *in vitro* verificarem melhora significativa da resistência de união pela realização do condicionamento ácido com controle do tempo e concentração (Yen et al.[46],1993; Leite[22], 2005), neutralização e remoção do precipitado do ácido fluorídrico (Peumans et al.[27], 1999; Saavedra et al.[33],2005) pouco se conhece sobre os efeitos desses tratamentos nas propriedades mecânicas do material cerâmico, motivo este que nos estimulou a realizar essa investigação.

2 REVISÃO DA LITERATURA

Hussain et al.[17] (1979) investigaram o efeito do ácido fluorídrico, para remoção de resíduos da folha de platina na superfície interna das coroas, sobre a resistência transversa de coroas cerâmicas aluminizadas. Foram verificadas, por meio da Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV), alterações estruturais na superfície interna das coroas causada pelo condicionamento ácido: (1) remoção da superfície glazeada; (2) aumento do tamanho dos poros; (3) exposição das partículas de alumina pela dissolução da matriz vítrea. Assim, os autores concluíram que o condicionamento com ácido fluorídrico diminui a resistência transversa de coroas cerâmicas aluminizadas, não devendo ser utilizado para este fim.

Stangel et al.[40] (1987) estudaram algumas variáveis que poderiam otimizar a resistência adesiva entre um cimento resinoso e uma cerâmica feldspática por meio do ensaio mecânico de cisalhamento. A microscopia eletrônica de varredura foi utilizada para analisar a configuração superficial da cerâmica submetida a diferentes condições. Para isto, 20 disco cerâmicos (10mm de diâmetro e 2mm de espessura) foram confeccionados (Microbond Natural Ceramic, Chicago) e uma face foi submetida as seguintes condições de tratamento superficial:

a) sem tratamento;
b) condicionamento com HF 52% por 90s;
c) condicionamento com HF 20% por 2.5, 5, 10 e 20 minutos.

Após os tratamentos superficiais, todos os espécimes foram analisados por meio da microscopia eletrônica de varredura para determinar a morfologia superficial.

A segunda parte do trabalho foi determinar o efeito de vários processos de adesão sobre a resistência adesiva ao cisalhamento entre um cimento resinoso e uma cerâmica feldspática. Quarenta e dois discos foram separados em dois grupos (n=21). O Grupo 1 (controle) não recebeu tratamento; Grupo 2 foi condicionado por HF20% durante 2,5 minutos. Os espécimes de cada Grupo foram separados em 3 subgrupos (A,B,C e D,E,F), tendo 7 espécimes cada. Nos subgrupos A e D, a superfície da cerâmica foi tratada com adesivo fluído fotoativado (Visar Seal, Dent-Mat, CA); Grupos B e E foi aplicado um silano (Porcelain Bonding Agent); e nos Grupos C e F foi aplicado um adesivo dentinário (Creation Bond, Dent-Mat). Posteriormente, a resina composta foi depositada sobre a superfície tratada e fotoativada por um minuto, finalizando a confecção do corpo de prova. Todos os espécimes foram imersos em água a temperatura ambiente por 7 dias. Cada amostra foi então submetida ao ensaio mecânico de cisalhamento. A microscopia mostrou que a configuração superficial varia de acordo com a concentração do ácido, condições de sinterização da cerâmica e tempo de condicionamento. Quanto maior a concentração e o tempo de exposição da superfície cerâmica ao HF, porosidades maiores são identificadas com mais freqüência. O condicionamento com o HF aumentou os valores médios de resistência ao cisalhamento em todos os grupos estudados. A utilização do silano sobre a porcelana, quando comparado à com resina fluida, aumentou de maneira significativa a resistência adesiva ao cisalhamento em ambos os grupos, sem e com o condicionamento ácido da superfície cerâmica. A combinação do adesivo dentinário ao silano, entretanto, aumentou a resistência adesiva apenas nas amostras não condicionadas. Os maiores valores médios de resistência ao cisalhamento ocorreram quando a superfície da porcelana foi condicionada seguida da aplicação do silano ou quando o silano foi associado à aplicação do adesivo dentinário.

Baez e Blackman et al.[5] (1988) avaliaram métodos para aumentar a resistência e prevenir falhas do sistema cerâmico Dicor. Foram confeccionadas 70 coroas cerâmicas, no qual 40 delas receberam glaze na superfície interna. Estas foram subdivididas em 3 grupos, onde 10 foram armazenados a seco; 10 foram condicionadas com ácido fluorídrico e armazenados a seco; e 20 foram condicionados, recebendo o cimento resinoso (10 foram armazenados a seco e 10 na água). As outras 30 amostras, não glazeadas, receberam os mesmos tratamentos acima. Os autores concluíram que o glaze interno aumentou a resistência das coroas cerâmicas e que o uso do cimento resinoso sem condicionamento não aumentou a resistência das coroas cerâmicas.

Lacy et al.[21](1988), investigaram o efeito de 6 diferentes tratamentos da superfície de uma cerâmica feldspática de baixa fusão (Will-Ceram) sobre a resistência adesiva ao cisalhamento com o cimento resinoso. Sessenta conjuntos retangulares (10 x 20mm) foram confeccionados e submetidos aos seguintes tratamentos superficiais:

a) Grupo A: A superfície foi asperizada por uma lixa diamantada seguida da aplicação do adesivo Scotchbond e do compósito P-30;
b) Grupo B: As amostras receberam o mesmo tratamento, exceto a aplicação do silano ScotchPrime (3M), posteriormente a asperização;
c) Grupo C: As amostras foram preparadas como grupo A, exceto a asperização, onde a superfície cerâmica foi condicionada com APF 1,23%;
d) Grupo D: As amostras foram preparadas como no grupo C exceto a aplicação do agente silano ScotchPrime previamente ao adesivo e compósito P30;

e) Grupo E: As amostras foram preparadas semelhantes ao grupo A, exceto a porcelana que foi condicionada com HF 9,5% (Ceram-Etch) por 4 minutos;
f) Grupo F: As amostras foram como o grupo E exceto o silano que foi aplicado após o condicionamento com HF.

Após os preparos, todas as amostras foram armazenadas em água a 37ºC por 24 horas, previamente ao ensaio mecânico de cisalhamento (5mm/min).

Os resultados revelaram não haver diferença significativa entre os grupos A, C e E, indicando que na ausência do silano a resistência de união foi relativamente menor independente do tipo de tratamento realizado. O teste-t mostrou diferença significativa entre o grupo B e A, indicando o efeito positivo da aplicação do silano sobre asperização. Não existiu diferença significativa entre os grupos D e F, mas os valores de resistência adesiva ao cisalhamento foram significativamente maiores que os outros 4 grupos. Os autores concluíram que:

a) A aplicação do silano foi efetiva na adesão cimento – cerâmica;
b) A associação do silano com o condicionamento ácido (HF) na superfície cerâmica pode criar uma adesão maior que a resistência coesiva da cerâmica;
c) O condicionamento da superfície cerâmica sem aplicação do silano promoveu uma maior adesão ao cimento que a asperização mecânica com diamante;
d) O condicionamento com APF, 1,23% pode ser substituído pelo HF 9,5%.

Anusavice et al.[4] (1989) investigaram a resistência à propagação de trincas de duas cerâmicas feldspática de corpo em função do processo incompleto de sinterização, e caracterizou a susceptibilidade

a falha estática pela técnica da edentação. Estas cerâmicas, designadas com C (Ceramco gingival porcelain, Ceramco) e V (Vita body porcelain, Vident Corporation), foram utilizadas pelo conhecimento do seu comportamento em alterações bruscas na temperatura. Foram preparadas 3 barras de cada cerâmica (25mm X 5.5mm X 5.5mm), para cada condição experimental. Para minimizar o efeito do estresse residual superficial resultante da formação do glaze e do rápido resfriamento, cada barra foi polida (alumina 0,05µm) até atingirem as dimensões 25mm X 4mm X 4mm. Foram confeccionados 24 espécimes de cada cerâmica (C e V), sinterizando-se três espécimes por vez, no vácuo a 970ºC e 920ºC, respectivamente, e três espécimes, no vácuo, 14ºC acima da temperatura, e 14ºC, 28ºC, 42ºC, 56ºC, 70ºC e 84ºC abaixo da temperatura recomendada. Posteriormente foi realizado o polimento de cada barra (alumina 0,05µm) e foi realizado a edentação Vickers com carga de 19,6 N. Assim, 18 mensurações foram realizadas. Os resultados mostraram que as barras edentadas a seco e armazenadas em água a 37ºC exibiram tamanhos de trincas significantes, 130,7µm; 172,8µm; 176,6µm; 178,8µm; nos períodos de um minuto, um mês, dois meses e três meses, respectivamente. Assim, quanto mais tardio o período de envelhecimento das amostras, maiores foram o tamanho das trincas observadas. Com relação a temperatura, um aumento insignificante na tenacidade à fratura foi observado pela redução da temperatura (subqueima) de sinterização de cada cerâmica. A resistência da porcelana C é ligeiramente maior que a porcelana V e também menos sensível a redução da temperatura de sinterização. Com relação ao crescimento das trincas para a cerâmica V, este foi suprimido progressivamente com a diminuição da temperatura de sinterização, não sendo observados para a cerâmica C. Houve uma maior susceptibilidade a corrosão pela imersão das amostras em água, sendo justificado por uma maior concentração do íon hidroxila.

Wolf et al.[45] (1993) investigaram a influência de dois tipos de pré – tratamentos da superfície cerâmica, condicionamento por ácido fluorídrico e jateamento com óxido de alumínio, na resistência de união à tração entre o substrato cerâmico e a resina composta, e também na rugosidade superficial média (Ra). Para tal, foram confeccionados discos da cerâmica *Ceramco II (Ceramco)* com 10mm de diâmetro e 2mm de espessura. As amostras foram embutidas em resina acrílica e a superfície da mesma foi polida com lixa de carbeto de silício de granulação 240, 320, 400 e 600, sendo divididas em dois grupos de acordo com o tipo de tratamento de superfície:

a) grupo 1- condicionamento com ácido fluorídrico 9,5% - em quatro tempos diferentes: 30, 60, 150 e 300 segundos;
b) grupo 2- jateamento com óxido de alumínio – com quatro diferentes granulações para o óxido de alumínio: 10,2µm úmido, 33,5µm seco; 48,0µm seco e 78.0µm seco.

A rugosidade foi mensurada antes e após os tratamentos. Um molde de politetrafluoreliteno com 3,0mm de diâmetro foi posicionado sobre a superfície tratada, limitando – se a área de união. A área de união foi então preenchida com resina composta *Herculite XRV (Kerr).* As amostras foram armazenadas em água a 37°C por 24 horas, levadas à máquina de ensaio universal “Instron” e submetidas ao ensaio de tração com velocidade de 0,5mm/min. Os resultados mostraram que o condicionamento com ácido fluorídrico produziu os maiores valores de resistência de união (27MPa) quando comparados aos obtidos com os jateamentos com óxido de alumínio (12MPa). As amostras tratadas com ácido fluorídrico por um tempo superior a 60 segundos apresentaram um aumento das falhas coesivas no substrato cerâmico, diferentemente

daquelas tratadas por jateamento, apresentando falhas adesivas. Quanto maior o tempo de aplicação do ácido e também o tamanho das partículas de óxido de alumínio, maiores foram os valores de rugosidade superficial média encontrado.

Yen et al.[46] (1993) estudaram os efeitos do condicionamento ácido sobre a resistência flexural de restaurações cerâmicas. Dois sistemas foram avaliados: cerâmica feldspática (Mirage, Myron Internacional, Kansas) e a cerâmica vítrea fundida (Dicor, Dentsply, Int), com seus respectivos agentes condicionadores, ácido hidrofluorídrico e amônio Bifluorídrico. Assim, duas hipóteses nulas foram formuladas:

1) a alteração topográfica superficial realizada pelo condicionamento ácido não prejudica a resistência das cerâmicas;
2) o tempo de condicionamento ácido não tem efeito significante sobre a resistência das cerâmicas.

Os espécimes foram avaliados por MEV para evidenciar visualmente os mecanismos de fratura envolvidos e a natureza do condicionamento da cerâmica.

Foram confeccionados 50 espécimes de cada material cerâmico, com dimensões de 13mm x 8mm x 1mm, simulando laminados cerâmicos. Uma superfície recebeu o glaze e a outra, representando o contato superficial com o dente, foi condicionada, silanizada e posteriormente, aplicou-se uma camada de cimento resinoso (Mirage dental bonding kit, Chameleon Dental Products). Os espécimes de cada cerâmica foram separados em 5 grupos, conforme o tempo do condicionamento ácido: Grupo 0: sem condicionamento; Grupo A: 0,5min; Grupo B: 1min; Grupo C: 2,5 min e Grupo D: 5 min. Após o condicionamento, os espécimes foram lavados por 1 min com água destilada e levados ao ultra-som por 10 minutos. A cimentação ocorreu com aplicação de uma carga de 500g. Todos os espécimes foram armazenados em água 37ºC por 1 semana e levados para o ensaio

mecânico de resistência a flexão 3 pontos. O ensaio mecânico foi realizado na água 37ºC, usando a máquina Instron, com velocidade de 0,5mm/min com célula de carga de 5KN. Os espécimes fraturados, de ambos os materiais cerâmicos, que foram condicionados e não receberam o processo de cimentação, foram analisados pela MEV para estimar a profundidade do condicionamento. Os resultados mostraram que não houve diferença estatisticamente significante entre os valores médios de resistência flexural para ambas cerâmicas estudadas, quanto a presença ou ausência do condicionamento e também para o tempo do condicionamento ácido. A análise por MEV da superfície da cerâmica feldspática ilustrou numerosos flocos com lacunas (vazios) e para a cerâmica Dicor, uma superfície com cristais na forma de prismas. Os autores concluíram que:

a) a superfície da cerâmica feldspática foi alterada pelo condicionamento com HF;
b) a superfície da cerâmica Dicor foi alterada pelo condicionamento com amônio Bifluorídrico;
c) As alterações da superfície das cerâmicas por meio do condicionamento ácido não tiveram efeito deletério sobre a resistência flexural.

Assim, os autores confirmaram as duas hipóteses nulas formuladas.

Burke e Watts[7] (1994) avaliaram a resistência a fratura de coroas cerâmicas (Mirage, Chameleon Dental) confeccionadas em premolares humanos recém extraídos, variando-se o grau de convergência dos preparos (6 e 8º). Trinta premolares humanos foram separados em 3 grupos (n=10): grupo1 (controle) - não recebeu preparo cavitário, enquanto os grupos 2 e 3 foram preparados com expulsividade de 6 e 8º, respectivamente. As coroas foram confeccionadas, condicionadas (Mirage Super Etch, Chameleon Dental, receberam o silano e cimentadas com FLC Mirage (Chameleon Dental).

Posteriormente, foram armazenadas em água por 24h em temperatura ambiente e submetidas ao teste de compressão, velocidade de 1mm/min, em máquina de ensaio universal. A força compressiva foi aplicada com uma esfera (4mm de diâmetro) na região do sulco principal até a fratura (kN). Os resultados mostraram diferença estatisticamente significante (Anova) para os 3 grupos ($p<0.2$), sendo 0,97kN para o grupo controle e 0,77 e 0,71kN para os Grupos 2 e 3 respectivamente. No teste de comparação múltipla, entre o grupo 2 e 3, não foram encontradas diferenças significantes e o grupo 2 não diferiu estatisticamente do grupo controle. Os autores puderam concluir que o grau de convergência dos preparos não influencia na resistência a fratura de coroas cerâmicas cimentadas a pré-molares humanos.

Myers et al.[25] (1994) determinaram os parâmetros de fadiga dinâmica e o tempo de vida do IPS-Empress para permitir uma comparação com outros materiais cerâmicos. Cento e vinte espécimes cerâmicos (IPS-Empress, Ivoclar), com 12mm de diâmetro e 1,4mm de espessura foram confeccionados, polidos e submetidos a uma carga dinâmica com taxa de estresse constante. As amostras foram separadas em 6 grupos (n=20): Controle: as amostras foram submetidas ao teste de resistência, sem a submissão à fadiga mecânica. Os grupos remanescentes foram submetidos à fadiga mecânica em água com 5 diferentes taxas de estresse (100;10;1;0,1 ou 0,001). Todos os testes foram conduzidos pelo teste de resistência flexural biaxial e circulação constante de água destilada a 37ºC. A resistência inerte (Controle) das amostras foi determinada em óleo, obtendo um valor de 135,7 MPa. Os autores concluíram que IPS-Empress é suscetível a falha em meio úmido, mas é menos suscetível a fadiga e tem uma durabilidade maior (12 anos) em relação a cerâmica feldspática.

Tylka e Stewart[42] (1994) compararam por meio da MEV o efeito do condicionamento realizado pelo APF e pelo HF e, verificaram a resistência de união promovida pela utilização desses condicionadores

em dois tipos de cerâmicas. Foram confeccionados 6 amostras cilíndricas (4mm x 3mm) de cada cerâmica (Will-Ceram, Williams Gold e Refining, Buffalo; e Dentsply, Dentsply Internacional Inc.). Metade das amostras de cada grupo foi condicionada pelo APF 1,23% por 10 min (Sultan, Sultan Inc) e outra metade foi condicionada pelo HF 9,5% por 5 min (Ceram-Etch, Cresco Products Inc). Essas amostras foram levadas para análise da MEV. Na segunda parte do estudo foi realizado um teste de torsão para avaliar a resistência da união cimento resinoso/cerâmica, gerada pelos dois condicionamentos. As amostras foram armazenadas por 1 semana em água deionizada a 37ºC. A carga de torsão foi aplicada com uma velocidade de 1NM/min. Os resultados mostraram que não houve diferença estatisticamente significante na resistência de união para as duas condições estudadas. Todos os espécimes sofreram fratura coesiva. Os autores concluíram que:

a) Grandes diferenças nos padrões de condicionamento pelo HF e APF foram verificadas nas fotomicrografias;
b) A resistência de união promovida pelos dois condicionamentos foi maior que a resistência coesiva do material resinoso e cerâmico.

Aida et al.[3] (1995) avaliaram a união da resina composta à cerâmica empregando diferentes tratamentos de superfície e três agentes de silanização. Foram confeccionados discos da cerâmica *Laminabond Porcelain Masking* (Shofu) com 10mm de diâmetro e 2mm de espessura. As amostras foram embutidas em resina acrílica e a superfície da mesma foi polida com lixa de carbeto de silício de granulação 1000, sendo divididas em cinco grupos de acordo com o tipo de tratamento de superfície:

a) grupo 1- controle, sem tratamento;
b) grupo 2- ácido fosfórico por 60 segundos seguido de lavagem por 10 segundos;

c) grupo 3- mesmo procedimento do grupo 2, seguido de limpeza em ultra-som por 20 minutos;
d) grupo 4- ácido fluorídrico por 60 segundos e lavagem por 10 segundos;
e) grupo 5- mesmo procedimento do grupo 4, seguido de limpeza em ultra-som por 20 minutos.

Cada grupo foi dividido em três subgrupos para aplicação de um agente silano experimental e dois comerciais, *Porcelain Liner m* (Sunmedical) e *Tokuso Ceramic Primer* (Tokuyama Soda), os quais foram aplicados na superfície da cerâmica por 60 segundos e secos com jato de ar por 10 segundos. Um molde de silicone com 3,2mm de diâmetro por 2mm de espessura foi posicionado sobre a superfície tratada e preenchida com resina composta *Laminabond Composite Paste Universal* (Shofu). As amostras foram armazenadas em água a 37°C por 24 horas e submetidas ao teste de cisalhamento com velocidade de 2mm/min. Os resultados mostraram que não houve união quando aplicado o silano experimental sobre a superfície polida, sendo a resistência de união significantemente maior com o ácido fluorídrico (9,8 MPa) em relação ao ácido fosfórico (3,7MPa). Quando empregado o silano *Porcelain Liner M*, não houve diferença estatística na média de resistência de união entre o grupo polido (14,6 MPa) e o condicionado com ácido fluorídrico e limpo em ultra-som (15,8 MPa), ocorrendo falhas coesivas na cerâmica. Para o silano *Tokuso Ceramic Primer*, não houve diferença estatística entre os grupos, ocorrendo também falhas coesivas na cerâmica. O emprego do ultra-som para a limpeza das amostras não influenciou os valores de união. Os autores concluíram que o condicionamento ácido da cerâmica poderia ser eliminado, reduzindo o tempo clínico e eliminando os possíveis efeitos danosos do ácido fluorídrico na prática clínica.

Phoenix et al.[29] (1995) investigaram os efeitos dos tratamentos superficiais das porcelanas sobre a molhabilidade, por meio da análise do ângulo de contato dinâmico. A microscopia eletrônica de

varredura foi usada para promover informações adicionais das características superficiais dos tratamentos dos espécimes. Foram confeccionados 65 espécimes (14mm x 6mm x 3mm) de cerâmica feldspática (Will-Ceram, Wiliiams Dental, Amherst), segundo as recomendações do fabricante. Os espécimes foram separados em 13 grupos (n=5). Todos os espécimes sofreram acabamento com uma lixa (gramatura 120). Posteriormente os espécimes foram lavados em água destilada e imersos em álcool etílico para limpeza sônica por 10 minutos. Assim os espécimes de cada grupo foram submetidos a 5 tratamentos:

a) Controle (sem tratamento);

b) Jateamento com partículas de óxido de alumínio 50µm;

c) Aplicação do gel de amônio bifluorídrico (DICOR,Dentsply International) por 1 minuto;

d) Aplicação do flúor fosfato acidulado (Nupro APF, Johnson & Johnson) por 10 minutos;

e) Aplicação do acido hidrofluorídrico 9,5% (Ultradent Porcelain etch) por 4 minutos;

Após os tratamentos, os espécimes foram lavados com água destilada por 1 minuto e secos. Assim, foram realizadas mensurações dos ângulos de contato dinâmico. A análise estatística indicou uma diferença estatisticamente significante entre todos os grupos ($P < .05$). O Grupo controle exibiu os maiores valores de ângulo de contato, sendo seguido pelo amônio bifluorídrico, jato com partículas de óxido de alumínio, APF, e ácido hidrofluorídrico. Pela análise da microscopia eletrônica de varredura, o tratamento com ácido hidrofluorídrico promoveu na superfície cerâmica uma corrosão caracterizada pela presença de poros, aumentando de maneira significativa a área superficial de contato.

Os autores concluíram que:

a) A análise do ângulo de contato dinâmico pode ser utilizada para caracterizar a energia de superfície;

b) O tratamento mecânico e químico da superfície cerâmica promoveu uma maior área de superfície e aumentaram a energia superficial.

A resistência mecânica dos materiais friáveis sob estresse é de grande importância em aplicações onde ocorre o desenvolvimento de estresse, tendo a durabilidade e a confiabilidade como questões críticas. Assim, Ritter[31] (1995) estudou os materiais friáveis para reunir conhecimentos que permitissem avaliar a confiabilidade mecânica dos materiais friáveis sob tensão de tração. Foram formuladas as seguintes diretrizes para permitir uma maior confiabilidade:

1) Idealizar técnicas de processamento que minimizem a resistência da degradação das trincas; melhorar a resistência;
2) Atenção com os componentes de fabricação. A mais crítica redução da resistência das trincas são frequentemente na superfície ou próxima a superfície da fratura, introduzidas durante o desgaste ou processo de fabricação;
3) Evitar pontos de carga. Para minimizar o estresse onde as cargas são aplicadas, é melhor utilizar uma maior área de carregamento;
4) Respeitar a estrutura de suporte. Camadas condescendentes, amortecedores e partes cruzadas devem ser usados para evitar a movimentação;
5) Evitar concentração de estresse. Evitar ângulos vivos (agudos), rápidas alterações no tamanho da secção transversal, retenções, orifícios, fendas e etc. Devem ser evitados ou minimizados;
6) Manter componentes em menor tamanho possível. A distribuição das trincas é dependente do tamanho.

Então, diminuir o tamanho dos componentes aumenta a resistência;

7) Diminuir a gravidade do impacto. Onde existe impacto, há partículas erosivas que não podem ser evitadas. Devemos desenvolver um menor ângulo de impacto e usar um revestimento resistente ao impacto;
8) Minimizar choque térmico. Componentes devem possuir menor tamanho de secção possível e uma maior simetria. (Cilindro desenvolve menor esforço térmico que um prisma). Dividir um componente em subcomponentes mais simples e com maior simetria poderá ajudar.

Söderholm e Reetz[39] (1996) realizaram uma revisão sobre os fatores que afetam a confiabilidade das uniões por intermédio de cimentos resinosos. Segundo os autores, vários fatores determinaram a qualidade da união:

a) resistência do substrato;
b) habilidade da resina em “molhar” a superfície do substrato;
c) qualidade da retenção mecânica entre a resina e o substrato;
d) resistência da resina polimerizada;
e) tensões induzidas na resina durante a polimerização; qualidade da retenção mecânica entre a resina e a dentina.

Enfatizaram que a superfície lisa do substrato não contribui para a retenção mecânica, sendo que o condicionamento ácido forma retenções na superfície onde o agente de união pode penetrar e formar uma união mecânica. Os autores relataram que o sucesso da adesão depende da maneira que o agente de união infiltra pela superfície dentinária e pelo

substrato. Os tratamentos que tornam a superfície organofílica potencializaram a união pelo aumento da infiltração do agente de união nas irregularidades, o que foi conseguido pela aplicação do silano na superfície cerâmica. O silano pôde formar ligações químicas entre a cerâmica e o cimento resinoso, sendo chamado de *primer* cerâmico.

Chen et al.[9] (1998) avaliaram o efeito de diferentes tempos de condicionamento nas mudanças microestruturais da cerâmica *Cerec 2* (VITA) e na resistência de união entre esta e a resina composta. Foram confeccionadas 54 amostras retangulares (10mm de comprimento x 8mm de largura x 2,5mm de espessura) e 48 amostras cilíndricas (8mm de diâmetro x 2,5mm de espessura) da cerâmica, sendo divididas em seis grupos de nove unidades retangulares e oito cilíndricas. Após o desgaste com lixa de granulação 600, as superfícies a serem unidas foram condicionadas com ácido fluorídrico a 5% por 0, 5, 30, 60, 120 e 180 segundos para os grupos 1, 2, 3, 4, 5 e 6, respectivamente, seguido de lavagem com água por 1 minuto, limpeza em ultra-som com água destilada por 5 minutos e secagem com jato de ar por 30 segundos. Uma amostra retangular de cada grupo foi preparada para observação em MEV. Uma fita adesiva com orifício de 5mm de diâmetro foi fixada no centro de cada amostra retangular para padronizar a área de união e a espessura de 50μm do cimento resinoso. Uma fina camada de cimento resinoso foi aplicada na área de união da amostra retangular e sobre a amostra cilíndrica, sendo as duas superfícies unidas com uma carga de 5N. O excesso de cimento foi removido e realizado a fotoativação em duas direções opostas por 40 segundos cada. Os cp foram armazenados em água a 37°C por 24 horas e submetidos ao ensaio de cisalhamento numa máquina de ensaio universal com velocidade de 0,5mm/min. A MEV evidenciou que a cerâmica condicionada por 120 e 180 segundos apresentou-se mais rugosa e com micro-retenções mais profundas. Os resultados mostraram que dentro da variação de 0 a 120 segundos, quanto maior o tempo de condicionamento, maior a resistência de união,

sendo a maior média obtida quando a cerâmica foi condicionada por 120 segundos (43 MPa). O condicionamento por 180 segundos, entretanto, resultou em diminuição da resistência de união (40 MPa), não sendo estatisticamente diferente do grupo condicionado por 120 segundos. Nos grupos 4, 5 e 6, as falhas foram predominantemente coesivas na cerâmica. Os autores concluíram que os valores de resistência de união correspondem diretamente às mudanças micro-estruturais na superfície da cerâmica condicionada pelo ácido. Os valores de resistência de união maiores que 30 MPa foram, geralmente, encontrados quando a porcelana foi tratada com ácido fluorídrico a 5% por um tempo maior que 30 segundos.

Chen et al.[10] (1998) avaliaram o efeito de diferentes agentes condicionadores, tempos de condicionamento e a combinação do uso do condicionamento e silano na resistência de união entre cerâmica e resina composta. Foram confeccionados 108 discos da cerâmica VMK 68 (*Vita*) com 10mm de diâmentro e 2,5mm de espessura que foram polidos com lixa de granulação 600, e divididos em três grupos:

a) grupo 1 - sem tratamento de superfície (grupo controle), sendo metade das amostras tratadas com *Clearfil New Bond* e, a outra metade, com o *Clearfil Porcelain Bond*;
b) grupos 2 e 3 – divididos em seis subgrupos com 16 amostras cada, sendo aplicado o ácido fluorídrico a 2,5% e a 5%, respectivamente, pelos tempos de 30, 60, 90, 120, 150 e 180 segundos. Em metade das amostras de cada subgrupo foi aplicado um agente de união autopolimerizado sem silano (*Clearfil New Bond* – J. Morita) e, na outra metade, o agente de união com silano (*Clearfil Porcelain Bond* – J. Morita).

Em seguida, uma matriz com 6mm de diâmetro e 2mm de altura foi posicionada sobre a área tratada e preenchida com resina composta

Clearfil APX (J. Morita) e fotoativada. Os cps foram armazenados em água a 37°C por 24 horas e submetidos ao teste de cisalhamento numa máquina de ensaio universal com velocidade de 0,5 mm/min. Os resultados mostraram que a resistência de união foi influenciada pelo silano, pela concentração do ácido e pelo tempo de condicionamento ácido. E também pela interação:

a) concentração do ácido x tempo de condicionamento;
b) concentração do ácido x silano;
c) tempo de condicionamento x silano ($p < 0.05$).

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

Kamada et al.[20] (1998) avaliaram o efeito de vários tratamentos da superfície cerâmica na resistência de união entre cimentos resinosos (quatro marcas comerciais) e a mesma. Foram confeccionados dois tamanhos de espécimes (10 x 8 x 2.5mm *e 10 x 6 x 2.5 mm)* a partir de blocos cerâmicos pré-confeccionados para o *sistema Cerec 2 (Vita).* Quatro tipos de tratamentos na superfície cerâmica foram então realizados:

a) abrasão com lixa de carbeto de silício n° 600 e limpeza sônica em solução de acetona a 99,5% (Tratamento controle – CT);

b) ácido fosfórico a 37%(*k-etchent gel, Kuraray)* por 60s e lavagem 5 segundos (PAE)*;*

*c)*aplicação do agente de união contendo silano *(Porcelain Bond, Kuraray)* por 30s e secagem com jato de ar 5 segundos (SCA);

d) aplicação do agente de união contendo silano e secagem, após condicionamento com ácido fosfórico e lavagem (PASC).

Uma matriz de polietileno com orifício circular de 4mm de diâmetro foi posicionada sobre a superfície (10 x 8mm) do espécime cerâmico, delimitando a área de adesão . Os dois tamanhos de espécimes foram tratados com um dos métodos acima e então cimentados com um dos quatro tipos de agentes cimentantes (Super – Bond C&B, Panavia 21, Clapearl e Vita Cerec Duo Cement), seguindo recomendações dos fabricantes. Dez espécimes cerâmicos de cada um dos dois tamanhos foram separados aleatoriamente para um dos 32 grupos a serem testados. A combinação do grupo teste de cada pré - tratamento e cimento resinoso foram divididas em dois subgrupos de cinco espécimes, com os seguintes tratamentos:

a) armazenagem em água a 37°C por 24 horas;

b) armazenagem por 24 horas seguido da ciclagem térmica (20.000 ciclos - 4°C e 60°C por 1 minuto).

As amostras foram embutidas em resina acrílica e preparadas para o teste de cisalhamento em uma máquina de ensaio universal (DSC-500) com velocidade de 0.5mm/min. Os resultados mostraram que houve diferença estatisticamente significante ($p<0.0001$) entre os grupos dependentes do agente cimentante, tratamento de superfície e ciclagem térmica. A resistência de união ao cisalhamento para os quatros tipos de agentes cimentantes não melhorou com o tratamento de superfície utilizando o ácido fosfórico comparado ao tratamento controle, tanto na armazenagem quanto aos espécimes que foram submetidos ao processo de ciclagem térmica. Entretanto, os tratamentos de superfície com silano (PAE) e a associação deste com o pré - tratamento com ácido fosfórico (50 MPa) resultaram em uma diferença significante na resistência de união ao cisalhamento em relação ao grupo controle e ao PAE, independente do cimento resinoso utilizado (25MPa). Os autores concluíram que o agente silano melhorou a resistência de união ao cisalhamento entre o substrato cerâmico e cada cimento resinoso testado comparado com o grupo não tratado e que o processo de ciclagem térmica não foi significante nos valores da resistência de união para os quatro cimentos quando o substrato cerâmico recebeu os tratamentos SCA e PASC.

Scherrer et al.[37] (1998) compararam dois diferentes métodos de endentação para obter os valores de tenacidade e um novo teste mecânico de fratura para verificarem a confiabilidade dos testes. Foram utilizados dois métodos para determinar a tenacidade: (1) fratura da endentação (IF), (2) resistência da endentação (IS) e (3) teste do entalhe em forma de V (SEVNB). Foi avaliada uma cerâmica de baixa fusão (Duceram LFC) e uma cerâmica feldspática (IPS classic). Para ambos os materiais, a taxa de variação do coeficiente K_{Ic} foi entre 10 e 14% para IF (1) e entre 7 e 10% para IS (2). Verificaram que a taxa de

variação dos três métodos estão dentro dos 10%. Concluíram que a decisão de escolha do método a ser utilizado deve ser baseada no conhecimento das limitações e dificuldades técnicas inerentes a cada um dos testes avaliados.

Jardel et al.[18] (1999) avaliaram o efeito do condicionamento com ácido fluorídrico e aplicação do silano sobre a resistência de união das cerâmicas *feldspáticas GC* (GC Dental) e PVS (SS White), assim como a topografia formada na superfície das cerâmicas pela ação do ácido fluorídrico. Foram confeccionados oitenta discos de cada cerâmica com 4mm de altura sobre bases de níquel-cromo com 20mm de comprimento e 5mm de diâmetro. A superfície das cerâmicas foi desgastada com discos abrasivos de granulação 220, formando uma superfície plana e dividida aleatoriamente em quatro grupos que receberam os seguintes tratamentos:

a) Grupo 1- sem tratamento;
b) Grupo 2- condicionamento com ácido fluorídrico a 10% (Symphyse) por 5 minutos;
c) Grupo 3-aplicação do silano *Silicoup* (Heraus Kulzer);
d) Grupo 4- condicionamento e silanização.

As amostras foram unidas aos pares com o adesivo *Super-Bond* (Sun Medical) e armazenadas em estufa a 37°C, ambiente com 100% de umidade relativa. Após uma hora, foram submetidas ao teste de resistência à tração. Em dez amostras de cada cerâmica foi verificada a característica da topografia da superfície por meio da medição da rugosidade tridimensional empregando o MEV conectado ao computador “IBM”. A cerâmica GC, sem tratamento de superfície, apresentou os menores valores médios de resistência à tração (8,3MPa), sendo que o condicionamento foi menos efetivo (11,6MPa) que a silanização (19,6MPa) e associação do condicionamento com a silanização resultou nos maiores valores (21,7MPa). Para a cerâmica PVS, todos os valores de resistência foram menores do que os obtidos com a cerâmica GC. O

não tratamento também resultou no menor valor médio de resistência de união (6,1MPa), sendo que o condicionamento (11,2MPa) foi eficiente como a silanização (12,4MPa), e a combinação dos dois tratamentos aumentou a resistência de união (14,6MPa). Em relação à topografia da superfície, o condicionamento ácido aumentou a rugosidade em 40% para a cerâmica GC e em 69% para a PVS em comparação com a superfície polida, isto porque a cerâmica PVS contém mais fase vítrea que a GC. Os autores concluíram que a combinação do ácido fluorídrico e silano é o tratamento superficial mais efetivo para as cerâmicas testadas.

Magne et al.[23] (1999) definiram os parâmetros responsáveis pelo aparecimento de trincas nas cerâmicas de cobertura. Para isso, foram coletados 81 incisivos recém extraídos. Estes foram limpos, armazenados em soro fisiológico, separados em 3 grupos e montados em um modelo de simulação do suporte periodontal. Vinte e sete clínicos foram selecionados para preparar com desgaste uniforme de 0,5 a 0,7mm, utilizando uma guia de silicone. Após os preparos, os dentes foram moldados com poliéter e o modelo de gesso obtido. Os laminados cerâmicos foram confeccionados com uma cerâmica feldspática (Creation, Klema, Meiningen, Áustria). A superfície das restaurações foi condicionada por 90 segundos por amônio biofluoridrico (Biodent, Dentsply). Após lavagem e secagem, as superfícies foram silanizadas (Biodent Coupling Agent 90, Dentsply). O dente recebeu os tratamentos para execução do processo de cimentação (Herculite Incisal, Kerr). Posteriormente os dentes foram armazenados em solucão salina por 21 dias a 31ºC, seguida pela transiluminação por fibra ótica para a detecção de trincas na porcelana. As amostras foram termocicladas (mil ciclos, 5 ºC e 50ºC, com 30 segundos de descanso), sendo realizada novamente a detecção de trincas. Os espécimes foram submetidos ao teste de infiltração pela imersão das restaurações dentro de uma solução corante para mostrar as trincas na cerâmica. Cada espécime foi fotografado por uma vista vestibular e palatina em 3 magnitudes. Os espécimes foram

incluídos em uma resina epóxi e seccionados no centro do dente no sentido inciso gengival e mesio distal com disco diamantado de baixa rotação. As superfícies seccionadas foram limpas e condicionadas por 15 segundos com acido fosfórico a 37% e duplicadas em polyvinilsiloxano. As réplicas foram analisadas pela MEV para quantificar a espessura da cerâmica e do cimento resinoso em cinco níveis da restauração (vestibular 1, vestibular 2, incisal, mesial e distal). Uma atenção especial foi dada para a configuração das restaurações; onde a razão entre a cerâmica/espessura agente cimentando (R = CER / CPR) foi calculado para mensurar valores obtidos na superfície vestibular e proximal. Essas medidas foram em ambas as superfícies seccionadas. Os resultados mostraram a existência de diferenças significantes na razão das medidas entre a espessura da cerâmica e do agente cimentante (CER/CPR) para cada localização. A maioria dos espécimes fraturados exibiram uma razão na superfície vestibular abaixo de 3. Já a maioria dos espécimes não fraturados tiveram uma razão acima deste valor. Apenas as medidas das superfícies proximais e incisais não apresentaram diferenças significantes entre as amostras fraturadas e não fraturadas.

Peumans et al.[27] (1999) analisaram qualitativamente as duas interfaces, dente/cimento resinoso/cerâmica, para explicar o processo de retenção em laminados cerâmicos e sua susceptibilidade a micro infiltração, principalmente na margem cervical destas restaurações. Dentro desta primeira parte do estudo in vitro, o pré-tratamento da superfície cerâmica e o condicionamento superficial dos dentes foram examinados pela MEV. Na segunda parte do estudo foi realizada uma análise ultra morfológica da interface adesiva dente/cimento resinoso/cerâmica após esta ser condicionada com feixe do íon argônio, aumentando o contraste superficial para observar as subestruturas. A hipótese estudada foi que o uso do sistema adesivo fotoativado ou de polimerização dual não resulta em diferenças na ultra morfologia da interface adesiva dente/cerâmica. Para caracterizar os tratamentos

prévios da superfície cerâmica, foram confeccionados quatro discos cerâmicos 10mm x 1mm (GC Cosmotech Porcelain). Os espécimes foram lavados com água destilada em ultra-som por 10 minutos e submetidos aos seguintes tratamentos:

a) Espécime 1: sem tratamento;
b) Espécime 2: acido fluorídrico 9,5% (Porcelain Etch, Ultradent) por 60 segundos, seguida da lavagem com spray de ar água por 60 segundos e secagem com ar comprimido;
c) Espécime 3: o mesmo tratamento do espécime 2, complementado pela limpeza em ultra-som por 10 minutos com água destilada e secagem com ar comprimido;
d) Espécime 4: o mesmo tratamento do espécime 3 seguido pela silanização Scotchbond Ceramic Primer por 3 minutos.

Para caracterizar o condicionamento da superfície dental, sete incisivos e caninos superiores humanos recém extraídos foram preparados para receber uma faceta cerâmica. Em 3 dentes os preparos foram feitos no esmalte e nos outros 4, foi exposto o tecido dentinário. Todos os dentes foram condicionados com acido fosfórico 35% (Scotchbond Etchant, 3m) por 20 segundos, lavados com spray de ar água por 15 segundos e secos com ar comprimido por 2 segundos. Os espécimes foram imediatamente imersos em uma solução básica (pH 7,4) por 12 horas, 4 ºC. Após a fixação os espécimes foram lavados com água destilada por 1 minuto, sendo preparados para análise em MEV. Para caracterizar a interface adesiva dos laminados cerâmicos um grupo de doze dentes incisivos e caninos superiores recém extraídos foi preparado e receberam uma faceta em cerâmica feldspática. Esta foi condicionada por acido fluorídrico 9,5% (Porcelain Etch, Ultradent) por 1 minuto, limpos com água e levados em ultra-som com água destilada por

10 minutos. Foi aplicado silano por 3 minutos e secos, seguida da aplicação de um dos dois sistemas adesivos, fotoativado (Scotchbond Multi-Purpose 3M) ou o adesivo de polimerização dual (Scotchbond Multi-Purpose 3M). A superfície dos dentes foi condicionada com ácido fosfórico 35% por 20s, seguida da lavagem com jato de água por 15s, secagem e aplicação de um dos dois sistemas adesivos. Os laminados cerâmicos foram cimentados com o cimento resinoso (Opal Luting composite), (3M). Seis espécimes foram seccionados em 2 partes e os outros 6 remanescentes foram seccionados transversalmente na direção mesiodistal em 3 secções, seguida da fixação e secagem. Finalmente eles foram embebidos em uma resina epóxia e polidos. Após o polimento da interface dente/cimento/cerâmica, a superfície foi condicionada com feixe do íon argônio para análise da ultra morfologia. Os resultados mostraram em relação aos prét ratamentos da superfície cerâmica quando condicionada com acido fluorídrico a 9,5% a presença de numeroso micro porosidades. Fragmentos perdidos foram removidos pela limpeza sônica revelando a profundidade das fendas. O padrão de condicionamento não foi alterado pela aplicação do silano. Em relação às características do condicionamento da superfície dental, a região cervical da superfície vestibular apresentou cristais de hidroxiapatita, mas não organizados prismaticamente. Imediatamente acima dessa área, a zona de transição exibiu uma forma de prismas de esmalte atípica, diferindo dos prismas típicos do esmalte incisal e do terço médio. Finalmente, a forma dos prismas está orientada perpendicularmente a superfície, na região acima da área cervical. Em muitas áreas um padrão típico de condicionamento (irregular) caracterizou-se preferencialmente com prismas periféricos condicionados com ácido fosfórico. O corte da região cervical dentinária dificilmente exibiu túbulos dentinários. Em relação à interface de união, os resultados mostraram uma espessura maior de cimento resinoso na margem gengivo oclusal (300µ), em relação à margem cervical (100µ). O tratamento com íon argônio revelou a

penetração micro mecânica do cimento resinoso na profundidade dos poros da cerâmica e do dente condicionado. Os micro poros criados pelo condicionamento com ácido fluorídrico aumentaram a área superficial resultando em uma retenção micro mecânica do cimento resinoso. A região mais profunda das fendas possuía maior quantidade de adesivo resinoso e poucas partículas do cimento resinoso. Acima desta zona adesiva existe uma zona de transição com o cimento resinoso. Nesta região, não polimerizada, o adesivo foi empurrado pela maior viscosidade do cimento resinoso durante o assentamento do laminado cerâmico. Os autores puderam concluir, por meio da microscopia eletrônica de varredura (ultra morfologia), que a interface de adesão cerâmica/cimento resinoso/dente apresentou forte inter digitação de cimento resinoso no interior da estrutura cerâmica e dentaria (esmalte dentina). A profundidade do inter travamento micro mecânico criou uma forte adesão da superfície do dente com a cerâmica podendo ser a explicação de uma maior retenção e uma menor taxa de fratura observada in vivo, quando estas restaurações foram cimentadas em esmalte. O esmalte aprismático cervical e a dentina exposta apresentaram um menor potencial de impregnação resinosa e adesão.

van Dijken et al.[44] (1999) avaliaram e compararam inlay cerâmicas (IPS Empress) cimentadas com dois tipos de cimentos: cimento ionômero de vidro modificado por resina e um cimento resinoso. Setenta e nove inlays foram confeccionadas por 3 profissionais para cavidades classe II (53 premolares e 26 molares), em 29 pacientes (9 homens e 20 mulheres). Para cada paciente, uma de cada par das inlays foi cimentada com RMGIC (Fuji Plus, GC Dental) e a outra foi cimentada com o cimento de ativação química combinado com o primer self-etching (Panavia 21, Kuraray). Todos os pacientes foram avaliados nos retornos, exceto dois. Um paciente com 3 inlays não pode comparecer no retorno de um ano e 2 pacientes com 6 inlays não puderam retornar na avaliação de 2 anos. As variáveis avaliadas nos retornos foram: forma anatômica,

adaptação marginal, estabilidade de cor, descoloração marginal e rugosidade superficial. Cáries recorrentes não foram observadas e nenhuma inlay falhou nos primeiro 2 anos.Em 3 pacientes sintomas pós operatórios foram observados, os quais desapareceram em 1 paciente após 2 semanas e para um segundo apos 5 meses. O terceiro paciente apresentava sensibilidade após 1 ano durante carga mastigatória, sendo necessário tratamento periodontico. A avaliação intra individual das inlays não revelou diferenças significativas entre os cimentos. Os autores concluíram que os 2 agentes de cimentação não apresentaram falhas clinicas e podem ser indicados para cimentação de inlays cerâmicas.

Della-Bona et al.[16] (2000) investigaram a hipótese que a resistência adesiva à tração da união entre resina composta e duas cerâmicas termo-injetadas era controlada pela microestrutura da cerâmica e pelo condicionamento de superfície empregando o ensaio de microtração. Para tanto, blocos de cerâmica IPS *Empress* (E1) e IPS *Empress* 2 (E2) foram confeccionados, polidos e limpos em ultra-som por 10 minutos. Três blocos de cada cerâmica foram usados para estudar a microestrutura e a alteração superficial após condicionamento ácido (ácido fluorídrico 9,6% e flúor-fosfato-acidulado 4%). Os blocos da cerâmica E1 foram repartidos em cinco grupos de três blocos, conforme o modo de tratamento superficial:

a) grupo 1- ácido fluorídrico 9,6% (HF) por dois minutos;
b) grupo 2- flúor-fosfato-acidulado 4% (ATF) por dois minutos;
c) grupo 3- silano (S) por cinco minutos;
d) grupo 4 - HF + S;
e) grupo 5 - APF + S.

Os blocos de cerâmica E2 foram divididos da mesma forma:

a) grupo 6 - igual ao 1;
b) grupo 7 - igual ao grupo 2;
c) grupo 8 - igual ao grupo 3;

d) grupo 9 - igual ao grupo 4;
e) grupo 10 - igual ao grupo 5.

Uma matriz de silicone foi usada para estabilizar cada bloco de cerâmica durante a aplicação do adesivo e da resina composta. O conjunto - cerâmica - resina composta foi seccionado obtendo-se fatias de 0,85 mm. Cada fatia era rotacionada em noventa graus e uma segunda secção foi executada, produzindo amostras com espessura de um milímetro (área de 0,85 ± 0,02 mm^2). Vinte amostras foram escolhidas aleatoriamente em cada grupo e após terem sido armazenadas em água destilada (37°C) por trinta dias, as suas extremidades foram fixadas no dispositivo por meio de adesivo cianoacrilato e sujeitas ao ensaio de microtração a velocidade de 0,5mm/min. As áreas de todas as amostras foram medidas imediatamente depois de ensaiadas e o modo de falha analisado. Sob análise de microscopia e mapeamento por raios-X, foi revelado que todas as amostras falharam adesivamente. As seguintes ponderações foram descritas pelos autores:

a) o teste de microtração foi considerado um indicador confiável da qualidade adesiva entre cerâmica e resina composta, visto que todas as falhas ocorreram na zona adesiva;
b) sugeriram que os estudos de avaliação de resistência adesiva sejam acompanhados de interpretação cuidadosa do modo de falha a fim de evitar conclusões inapropriadas e inconsistentes.

Canay et al.[8] (2001) realizaram um estudo cujo objetivo foi caracterizar por meio do MEV a superfície da porcelana condicionada com ácido fluorídrico e flúor fosfato acidulado e verificar os efeitos do tempo de condicionamento ácido, uso do silano e da limpeza com ultrassom por EDS. Foram confeccionados 24 discos de 7mm de diâmetro por 3mm de altura da cerâmica *Ceramco II*. Após a preparação das amostras, as

mesmas foram armazenadas em água a 37°C por 24h, e em seguida foram divididas em três grupos (n=8):

a) no primeiro grupo foi realizado o condicionamento com flúor fosfato acidulado em gel 1,23% por 10 min;
b) no segundo foi realizado o condicionamento com ácido fluorídrico a 9,5% por 1min e no terceiro grupo foi realizado o condicionamento com ácido fluorídrico a 9,5% por 4min.

Em cada grupo, quatro amostras após terem sua superfície condicionada, receberam jato de ar/água por 10s e as outras quatro após o condicionamento ácido foram colocadas em banho ultra-sônico por 1 minuto. Duas amostras de cada grupo foram silanizadas. No final foram obtidos 12 grupos:

a) grupo 1: 10 min de flúor fosfato acidulado + lavagem com jato de ar/água;
b) grupo 2: 10 min de flúor fosfato acidulado + lavagem com jato de ar/água + silano;
c) grupo 3: 10 min de flúor fosfato acidulado + limpeza em ultrassom;
d) grupo 4: 10 min de flúor fosfato acidulado + limpeza em ultrassom + silano;
e) grupo 5: condicionamento com ácido fluorídrico por 1 min + lavagem com jato de ar/água;
f) grupo 6: condicionamento com ácido fluorídrico por 1 min + lavagem com jato de ar/água + silano;
g) grupo 7: condicionamento com ácido fluorídrico por 1 min + limpeza em ultrassom;
h) grupo 8: condicionamento com ácido fluorídrico por 1 min + limpeza em ultrassom + silano;
i) grupo 9: condicionamento com ácido fluorídrico por 4 min + lavagem com jato de ar/água;

j) grupo 10: condicionamento com ácido fluorídrico por 4 min + lavagem com jato de ar/água + silano;
k) grupo 11: condicionamento com ácido fluorídrico por 4 min + limpeza em ultrassom;
l) grupo 12: condicionamento com ácido fluorídrico por 4 min + limpeza em ultrassom + silano.

Na primeira parte da pesquisa foi realizado um estudo das características topográficas da superfície condicionada por ácido fluorídrico e pelo flúor fosfato acidulado pela análise das imagens obtidas no MEV. Na segunda parte foi realizado um estudo de difração óptica de raioX para se avaliar se houve alguma mudança na distribuição dos elementos químicos das amostras. O efeito do banho em ultrassom e da aplicação do silano foi avaliado também. Houve uma diferença notável na topografia cerâmica com relação ao tipo de ácido e ao tempo de condicionamento ácido. A superfície condicionada com flúor fosfato acidulado mostrou-se relativamente homogênea em comparação com a do ácido fluorídrico, nesta última pôde-se notar a presença de microporos e lacunas. O padrão topográfico do condicionamento do ácido fluorídrico se mostrou mais agressivo e característico. As lacunas e os canais mostraram-se mais largos e profundos nas amostras condicionadas por 4 minutos do que nas condicionadas por 1 minuto. Observou-se por meio do MEV, a presença de uma fina camada de precipitado cristalino que após o banho sônico foi removida. Pela análise química por energia dispersiva (EDS) notou-se que houve uma diminuição na concentração de silício, alumínio, cálcio e sódio na zona condicionada. Esse decréscimo foi mais evidente nas amostras condicionadas com ácido fluorídrico por 4 minutos. O pico do flúor nas amostras condicionadas com ácido fluorídrico por 4 minutos foi maior que por 1 minuto. Os autores concluíram que, com relação à qualidade do condicionamento com ácido fluorídrico, o tempo de 1 minuto mostrou-se bem adequado. Apesar do maior tempo produzir mais rugosidades na superfície da porcelana, aumentando a área superficial e

facilitando a penetração do agente de união, isso pode causar uma concentração de estresse levando ao aparecimento de falhas na porcelana. E também que a remoção do precipitado com ultra-som foi efetiva em relação a lavagem convencional com água destilada.

Della Bona et al.[14] (2002) avaliaram duas hipóteses:

a) se o condicionamento com ácido fluorídrico produziria os maiores valores de adesão ao cimento resinoso independentemente da microestrutura e da composição da cerâmica;
b) se o teste de tração é apropriado para análise dessa adesão.

Foram utilizados sete tipos de cerâmicas: *Vitadur Alpha (Vita), Vitadur N Core (Vita), Vita Omega opaco (Vita), Vita Omega dentina (Vita), Fortress (Mirage), Mirage II (Mirage), Duceram LFC (Ducera)* e quatro tipos de tratamento de superfície:

a) ácido fluorídrico a 9.6%;
b) flúor fosfato acidulado a 4%;
c) ácido com gel de amônia a 10%;
d) um silano.

Quarenta amostras de cada cerâmica foram confeccionadas e divididas em quatro grupos de dez de acordo com o tipo de tratamento de superfície empregado. O cimento resinoso utilizado foi o *Rely X* (3M) e a carga para cimentação foi de 0,73N. Todas as amostras forma estocadas por 24 horas a 37°C antes do ensaio de tração (v= 0,5 mm/min). Foi realizada a análise de modo de falha por meio de microscopia óptica e eletrônica. Os valores de resistência adesiva variaram de 2,6 MPa para o grupo da cerâmica *Duceram LFC* tratada com flúor fosfato acidulado até 11,4 MPa para o grupo da cerâmica *Fortress* tratada com silano. A cerâmica *Duceram LFC* tratada com qualquer um dos três tipos de ácidos produziram os menores valores de resistência adesiva. O uso do silano produziu valores de resistência adesiva superiores quando comparado a

qualquer um dos três tipos de ácidos independentemente da cerâmica utilizada. Não houve diferença estatística para a cerâmica tratada com flúor fosfato acidulado e com ácido com gel de amônia. O condicionamento com ácido fluorídrico produziu os maiores valores de resistência à tração para a todas as cerâmicas utilizadas. A análise por MEV mostrou que todas as falhas ocorreram na zona adesiva. Os autores concluíram que o condicionamento com ácido fluorídrico foi mais efetivo que os outros dois ácidos. O uso do silano teve uma contribuição relevante para união da cerâmica com o cimento resinoso. O teste de tração mostrou-se adequado para testar a interface adesiva entre cimento e cerâmica pois todas as falhas ocorreram na zona adesiva.

Della Bona & Anusavice[13] (2002) testaram a seguinte hipótese: se o padrão da topografia superficial mudaria de acordo com o tipo de ácido, microestrutura e a composição da cerâmica. Foi realizada uma análise qualitativa e quantitativa da microestrutura de 15 cerâmicas: *Vita VMK* opaco (Vita), *Vita Omega opaque* (Vita), *Vita VMK95* dentina (Vita), *Vita Omega* dentina (Vita), *Vitadur Alpha* (Vita), *Vitadur N core* (Vita), *Vitadur N* dentina (Vita), *Vita Hi-Ceram* (Vita), *Mirage II Fiber* (Mirage), *Mirage* (Mirage), *Fortress* (Mirage), *Colorlogic* (Ceramco), *IPS Classic* (Ivoclar) e *Duceram LFC* (Ducera) por meio de MEV, difração óptica por raio X, perfilômetro óptico, análise espectroscópica dispersiva de comprimento de onda. Esta é baseada na PRZ, um tipo de esquema para correção de matriz que utiliza um conjunto de equações para modular a absorção de raioX, o efeito do número atômico e a fluorescência de diferentes elementos das amostras. Quatro discos de 10mm de diâmetro e 3mm de espessura foram fabricados para cada tipo de cerâmica. Todas as amostras cerâmicas foram polidas com lixas d'água de 240 a 1200 e limpas em ultrassom com água destilada por 10 minutos. Os ácidos utilizados foram:

a) ácido fluorídrico a 9.6%;
b) flúor fosfato acidulado a 4%;

c) ácido com gel de amônia a 10% e para a utilização de cada um seguiu-se a recomendação do fabricante.

A topografia de superfície produzida pelos três tipos de ácidos foi diferente. As irregularidades de superfície produzidas pelo ácido fluorídrico foram, na sua grande maioria, em forma de microporos. Esse tipo de topografia foi mais evidente para as cerâmicas leucíticas. Os cristais de leucita foram removidos pelo condicionamento ácido. A análise quantitativa demonstrou que houve um aumento considerável na rugosidade superficial para as cerâmicas condicionadas com ácido fluorídrico. O ácido fluorídrico produziu os mais proeminentes padrões topográficos em todas as cerâmicas examinadas. Os autores concluíram que houve diferença na microestrutura e na composição cerâmica pois os mesmos são fatores controladores no desenvolvimento da retenção micromecânica produzida pelo condicionamento ácido. O mecanismo de condicionamento ácido foi diferente para os três ácidos sendo que o ácido fluorídrico produziu o padrão de condicionamento mais proeminente para todas as cerâmicas avaliadas.

Shimada et al.[38] (2002) realizaram um estudo cujo objetivo foi investigar o efeito do condicionamento ácido e da silanização na união entre um cimento resinoso e uma cerâmica vítrea. Para tal foram estabelecidos seis grupos:

a) grupo 1- sem tratamento;
b) grupo 2- acabamento e polimento da superfície com borrachas abrasivas e pasta diamantada, com posterior limpeza da mesma com ultrassom;
c) grupo 3- aplicação de ácido fluorídrico a 16,8% durante cinco segundos;
d) grupo 4- aplicação de ácido fluorídrico a 16,8% durante trinta segundos;
e) grupo 5- aplicação de ácido fosfórico 40% por cinco segundos;

f) grupo 6- aplicação de ácido fosfórico 40% por trinta segundos.

Em seguida, procedeu-se a cimentação com o sistema adesivo, cimento resinoso *Panavia F* com e sem o uso de silano. O teste mecânico utilizado nesse estudo foi o de microcisalhamento. Os resultados mostraram que o uso do silano aumentou a resistência de união entre cerâmica e o cimento. Vale salientar que o uso do teste de microcisalhamento, ao invés do teste de microtração, foi justificado pelos autores. Eles comentaram que este último teste é muito efetivo na avaliação de resistência adesiva, porém, devido à dificuldade na confecção dos cps para a microtração e ao tempo gasto para tal, o uso do teste de microcisalhamento foi o escolhido para essa pesquisa.

Stewart et al.[41] (2002) avaliaram a resistência ao cisalhamento entre uma cerâmica *feldspática* e quatro diferentes cimentos resinosos variando o tipo de tratamento de superfície da cerâmica imediatamente e após seis meses da cimentação. Foram utilizados quatrocentos e oitenta discos da cerâmica de baixa fusão *Ceramco II* com 10mm de diâmetro e 4mm de espessura. Os discos foram polidos com lixas d' água de 400 e 600. Em seguida, foi aplicado ácido fosfórico a 37% por 1min em todos os discos para promover uma limpeza de superfície. Os espécimes já polidos foram divididos em seis grupos (n=80):

a) grupo 1: controle, sem tratamento;
b) grupo 2: jateamento com partículas de Al_2O_3 de 50μm por 3 segundos;
c) grupo 3: aplicação do silano de cada fabricante do cimento;
d) grupo 4: jateamento como no grupo 2 + aplicação silano como no grupo 3;
e) grupo 5: ácido fluorídrico a 9,6% por 5 minutos, lavagem por 5 segundos e secagem por 10 segundos;

f) grupo 6: condicionamento ácido assim como no grupo 5 e aplicação do silano assim como no grupo 3.

Cada um dos seis grupos foi dividido em seis sub-grupos (n=20):

a) grupo 1: *Nexus*;
b) grupo 2: *Panavia 21*;
c) grupo 3: *Relyx ARC*;
d) grupo 4: *Calibra.*

A recomendação do fabricante de cada cimento foi seguida para a manipulação. Todos os espécimes foram imediatamente submersos em solução salina isotônica (pH 7,5). Após 24 horas, dez espécimes de cada subgrupo foi testado e as outras dez, 6 minutos depois. O ensaio de cisalhamento foi realizado sob velocidade de 5mm/min em uma máquina de ensaio universal Instrom. Realizou-se a análise topográfica do condicionamento da superfície com MEV (1000X) de três espécimes de cada grupo. O condicionamento com ácido fluorídrico seguido da aplicação do silano produziu os maiores valores de resistência ao cisalhamento (15,0 $\pm$ 7,4 a 21,8 $\pm$ 5,8 MPa) para os quatro cimentos usados nos dois tempos de armazenagem: 24 horas e seis meses ($p<0.01$). O jateamento com óxido de alumínio produziu os menores valores de resistência ao cisalhamento (0 a 4,0 $\pm$ 3,5 MPa). A microscopia eletrônica de varredura mostrou que o condicionamento com ácido fluorídrico produziu um padrão topográfico com vários microporos e irregularidades. Os autores concluíram que o uso do condicionamento com ácido fluorídrico + silano foi o mais efetivo tratamento de superfície para cerâmica *Ceramco II* para os quatro cimentos testados.

Della Bona et al.[15] (2003) avaliaram a hipótese que o módulo de Weibull de cerâmicas unicamada (puras) ou multicamadas (ceramocerâmicas) são controlados primariamente pela confiabilidade estrutural da cerâmica de infraestrutura. Sete grupos com 20 espécimes (25 x 4 x 1,2mm) foram confecionados com os seguintes materiais: 1) IPS

Empress – injetável (HP) (cerâmica de infra estrutura baseada em leucita); 2) IPS Empress2 – (HP) cerâmica de infraestrutura baseada em dissilicato de lítio; 3) e 7) Evision- injetável – cerâmica de infraestrutura baseada em dissilicato de lítio (ES); 4) IPS Empress2 – cobertura – cerâmica vítrea;5) ES (1,1mm de espessura) mais 0,1 mm de glaze; e 6) ES (0,8mm de espessura) + 0,3m de cerâmica de cobertura + 0,1mm de glaze. Cada espécime foi submetido ao ensaio mecânico de flexão 4 pontos, velocidade de 0,5mm/min, imersos em água destilada a 37°C, exceto o grupo 7 que foi testado em ambiente seco. Os tipos de falhas foram classificados e as superfícies fraturadas foram analisadas em MEV. Não foram encontradas diferenças significantes nos valores médios de resistência flexural para os Grupos 2, 3, 5 e 6 ou entre os Grupos 1 e 4 ($p > 0,05$). Entretanto, diferenças significativas foram verificadas entre a condição seca (Grupo 7) e a condição úmida (Grupos 1-6) para a realização do ensaio mecânico. O Glaze não alterou de maneira significante a resistência flexural ou o módulo de Weibull. A resistência e o módulo de Weibull da cerâmica ES foi similar aos valores dos Grupos 5 e 6. Os autores concluíram que a confiabilidade estrutural das restaurações ceramocerâmicas é controlada primariamente pela cerâmica de infra estrutura.

Ozcan e Vallittu[26] (2003) estudaram o efeito de três diferentes métodos de condicionamento da superfície cerâmica sobre a resistência de união a seis diferentes marcas comerciais de cimentos resinosos. Seis discos cerâmicos (cerâmica vítrea, alumina infiltrada por vidro, alumina reforçada por zircônio infiltrada por vidro) foram utilizados para cada grupo teste, totalizando 216 espécimes. Os espécimes de cada grupo foram separados aleatoriamente e submetidos aos seguintes tratamentos superficiais: (1) condicionamento com HF;(2) asperização com partícula abrasiva; (3) silicatilização; (4). O cimento resinoso foi aplicado na superfície cerâmica condicionada e silanizada por meio de um

molde polietileno. Todos os espécimes foram testados a seco ou termociclados (6000 ciclos; 5-55ºC, 30s). A resistência de união ao cisalhamento de cimento resinoso a cerâmica foi mensurada em máquina de ensaio universal (1mm/min). Os resultados, em condições secas, exibiram que a cerâmica vítrea condicionada por HF apresentou valores maiores significativos (26,4-29,4 MPa) em relação a cerâmica aluminizada infiltrada por vidro (5,3 - 18,1 MPa) ou dióxido de zircônio (8,1 MPa) (ANOVA, P<0,001). A associação da silicatilização e silanização aumento de maneira significativa a resistência de união para a cerâmica aluminizada (8,5 - 21,8 MPa) e para a cerâmica aluminizada reforçada por zircônio infiltrada por vidro (17,4 MPa) comparada com a cerâmica asperizada por partículas abrasivas (ANOVA, P<0,001). A termociclagem diminuiu de maneira significativa a resistência de união para todos os métodos de condicionamento testados. Os autores puderam concluir que:

1) A resistência de união dos cimentos resinosos às cerâmicas após vários métodos de condicionamento varia de acordo com o tipo de cerâmica empregada;

2) Os achados confirmaram que o ácido fluorídrico parece ser o método mais adequado para a cimentação por meio de cimentos resinosos contendo matriz de Bis-GMA a cerâmicas vítreas.

3) Asperização da superfície cerâmica com partículas abrasivas previamente a cimentação promoveu uma maior resistência de união para as cerâmica aluminizadas e valores significativos maiores após a silicatilização e silanização.

4) A termociclagem diminuiu significativamente os valores de resistência de união após todos os métodos de condicionamento testados.

Addison & Fleming[1] (2004) avaliaram o efeito da termociclagem no desenvolvimento de trincas na superfície de restaurações cerâmicas condicionadas com HF ou abrasão com óxido de alumínio. Disco cerâmicos (Vitadur – Alpha dentin, Vita, Germany) com 15mm de diâmetro e 09.mm de espessura foram confeccionados e armazenados em estufa a 23ºC e umidade relativa de 50% até o início dos tratamentos. Os espécimes foram separados em 6 seis grupos, segundo os tratamentos:

a) Grupo A: os discos foram condicionados com HF (Super Etch, Chameleon Dental Products, EUA) por 90s, lavados com água destilada e testados.

b) Grupo B: o mesmo tratamento do Grupo A, seguido da aplicação do silano Monobond-S (Vivadent, Germany) e uma película de cimento resinoso Compolute Aplicap de 50 a 100µm de espessura, sendo submetidos a termociclagem (65±1 ºC e 4±1ºC; 5s mergulhados e 70s em transferência) 3500 ciclos apenas na superfície com glaze. As outras superfícies estavam envolvidas pelo polivinilsiloxano, consistência de massa.

c) Grupo C: o mesmo tratamento do Gupo B, mas o envelhecimento foi realizado por meio do armazenamento em água a 37 ºC pelo tempo equivalente a 3500 ciclos.

d) Grupo D: a superfície dos espécimes foi abrasionada por óxido de alumínio 50 µm (20mm de distância e pressão de 70psi (4,8 bar) e testados.

e) Grupo E: mesmo tratamento do Grupo D, sendo submetidos termociclagem (65±1 ºC e 4±1ºC; 5s mergulhados e 70s em transferência) 3500 ciclos apenas na superfície com glaze. As outras superfícies

estavam envolvidadas pelo polivinilsiloxano, consistência de massa.

F) Grupo F: o mesmo tratamento do Grupo E, mas o envelhecimento foi realizado por meio do armazenamento em água a 37 ºC pelo tempo equivalente a 3500 ciclos.

O teste de resistência a flexão bi-axial foi realizado, permitindo a verificação dos seguintes resultados: o teste *Anova two-way* revelou diferença significativa entre os valores de resistência a fratura do Grupo A (HF) e do Grupo D (Al_2O_3). A análise de Weibull também mostrou diferença significante entre os tratamentos, 6,8±1,2 e 5,9±1,1, respectivamente. Os Grupos que receberam o processo de cimentação, E e F, não diferiram significantemente entre si, quando submetidos a termociclagem e o armazenamento na água, respectivamente. Os autores concluíram que abrasão por óxido de alumínio aumenta a rugosidade superficial comparado com a ácido fluorídrico e resultam em menores valores de resistência a fratura. Entretanto, a rugosidade supercial atua aumentando a efetividade da resistência adesiva entre a cerâmica e o cimento resinoso. A contração do cimento resinoso pode ajudar na resistência da superfície cerâmica, pois promove um estresse compressivo nesta região. A resistência para os grupos condicionados com ácido fluorídrico quando cimentados com agente resinoso foi menor em relação aos grupos abrasonados com óxido de alumínio. O condicionamento da cerâmica não promove apenas uma rugosidade supercial necessária para inter travamento mecânico, mas também pode fragilizar a superfície cerâmica.

O estudo da composição e microestrutura de um material cerâmico é importante para o entendimento das propriedades mecânicas, térmicas e ópticas. Sendo assim, Boscato et al.[6] (2004) realizaram um estudo cujo objetivo foi caracterizar a microestrutura, composição e algumas propriedades físicas da nova cerâmica *Vita VM7* ((Vita

Zanhfabrik). Foram confeccionados oito cps de *VM7*, conforme as instruções do fabricante e normas da ISO 6872 e polidos até granulação de 1200. Foram executadas análises quantitativas e qualitativas usando MEV, *backscattered imaging* (BSI), espectroscopia dispersiva de elétrons (EDS) e princípios de estereologia. O módulo de elasticidade (E) e a relação de Poisson (v) foram determinados usando-se ondas ultra-sônicas e a densidade (d) usando um picnômetro de hélio. Os resultados foram os seguintes:

a) E:58,1 GPa;
b) v: 0,25; d: 2,59 g/cm^3 .

MEV, EDS, BSI revelaram a seguinte composição: Si :19,6%; Al:4,9%; K: 4,0%; Na: 2,4%; Ca: 0,7%; C: 25,7% e O: 42,2%. Os autores concluíram que a *Vita VM7* apresenta valores de E, v e d adequados para uso como cerâmica de cobertura em infra-estrutura com coeficiente térmico similar. As duas fases vítreas, com *espectrum* bem definido e elevado de Si, conferem-lhe nomenclatura vítrea bifásica.

Peumans et al.[28] (2004) avaliaram a desempenho clínico de facetas confeccionadas em cerâmica feldspática (GC Cosmotech Porcelain, GC, Tokyo, Japan) após 5 e 10 anos de uso. Para isso, um técnico confeccionou 85 laminados cerâmicos, região anterior da maxila, para vinte e cinco pacientes. Os laminados cerâmicos foram condicionados com ácido hidrofluorídrico 5% (60s) e levados para limpeza sônica com água destilada por 10 min. Para o procedimento da cimentação, as restauração receberam o silano G-Cera Prime (GC Cosmotech Bonding Set, GC) e os dentes receberam a aplicação do ácido fosfórico 35% (Scotchgel, 3M, USA) seguido do adesivo Scotchbond 2 (3M). Todas as restaurações foram avaliadas em relação à estética, integridade marginal, retenção, micro infiltração visível clinicamente, cáries recorrentes, fratura e satisfação pessoal, no quinto ano e 93% delas (81), no décimo ano. As falhas foram classificadas em clinicamente inaceitáveis, mas reparáveis ou clinicamente inaceitáveis, com

necessidade de substituição. Os resultados mostraram que, após 10 anos, as facetas mantiveram as características estéticas, sendo que nenhuma foi perdida. O percentual de restaurações que permaneceram como clinicamente aceitáveis (sem necessidade de reparo) diminuiu significantemente para 92% em 5 anos e 64% em 10 anos. Fraturas da cerâmica (11%) e grandes defeitos marginais (20%) foram as principais causas para as falhas. Manchas marginais (19%) e cáries recorrentes (10%) também foram observadas. Muitas das restaurações que apresentaram um ou mais problemas inaceitáveis foram reparadas (28%). Apenas 4% das restaurações necessitaram de substituição após 10 anos de uso. A manutenção da estética foi boa, alta satisfação por parte dos pacientes, e a taxa de retenção foi excelente após 10 anos. Os autores concluíram que o tratamento por facetas cerâmicas é confiável, sendo um procedimento conservador para reabilitar a estética anterior.

Rosa et al.[32] (2004) determinaram a tenacidade de fratura (Kc) e a dureza (H) da cerâmica *Vita VM7* (Vita Zanhfabrik). Kc é a propriedade que descreve a resistência de materiais à propagação da fratura. H é a resistência de um material à deformação permanente. Dez cps da *Vita VM7* (9 x 2,5mm) foram fabricados de acordo com as instruções do fabricante e norma ISO 6872. Os cps foram polidos com papel metalográfico de granulação de 1200 e pasta de diamante de 4 e 1µm. O estresse residual foi removido com uma queima adicional de 50°C acima da Tg da cerâmica. Cada cp sofreu três penetrações de *Vickers* (carga de 1,5Kg e tempo=30s) em um microdurômetro (Shimadzu, Japão), totalizando trinta aferições. As diagonais das penetrações e as trincas radiais foram medidas e os valores de H e Kc foram calculados de acordo com a fórmula: $H=0,5\ (P/a^2)$ e $Kc= 0,028\ (E/H)^{½}Ha^{½}(c/a)^{-3/2}$ onde P é a carga aplicada, a é a metade da diagonal da penetração, E é o módulo de elasticidade (58GPa) e c é o tamanho da trinca radial. A fórmula de Kc foi selecionada de acordo com a relação c/a. Os valores médios e desvio padrão de H (GPa) e Kc ($Mpam^{-½}$) foram calculados e

são respectivamente: 10,6±0,5 e 0,874±0,09. Os autores concluíram que os valores médios de Kc e H da cerâmica vítrea bifásica VM7 estão em concordância com os valores de outras cerâmicas da mesma classe.

Saraçoglu et al.[36] (2004) realizaram um estudo cujo objetivo foi avaliar o efeito de vários tratamentos de superfície sobre a resistência de união entre uma cerâmica injetável sob calor à base de leucita e um cimento resinoso. Foram confeccionadas 198 amostras de *IPS Empress* (Ivoclar Vivadent) que foram divididas aleatoriamente em nove grupos (n=22). Vinte amostras de cada grupo foram ensaiadas e as outras duas foram preparadas para serem analisadas no MEV. Os nove grupos do estudo foram os seguintes:

a) G1- condicionamento com ácido fluorídrico 4,9% por 10s;
b) G2- condicionamento com ácido fluorídrico 4,9% por 20s;
c) G3- condicionamento com ácido fluorídrico 4,9% por 40s;
d) G4- condicionamento com ácido fluorídrico 9,5% por 10s;
e) G5- condicionamento com ácido fluorídrico 9,5% por 20s;
f) G6- condicionamento com ácido fluorídrico 9,5%% por 40s;
g) G7- condicionamento com ácido ortofosfórico 40% por 40s;
h) G8- jateamento com óxido de alumínio 50um;
i) G9- asperização com ponta diamantada.

Em seguida todas as amostras foram limpas com jato de ar/água e colocadas com ultra-som com água destilada por 10 minutos. Todas as amostras foram silanizadas e em seguida procedeu-se a cimentação adesiva. As amostras foram armazenadas em água destilada por um mês

até a realização do ensaio de cisalhamento. Os resultados mostraram que houve uma diferença estatística significante entre as médias de resistência de união dos grupos. O valor mais baixo foi obtido pelo grupo condicionamento com ácido ortofosfórico 40% por 40 segundos (12,6± 2,0 MPa). Houve diferença estatisticamente significante entre os grupos tratados com ácido fluorídrico, sendo o grupo 6 condicionamento com ácido fluorídrico 9,5% por 40 segundos o que apresentou os maiores valores de resistência de união. O jateamento com óxido de alumínio 50um e asperização com broca foram mais eficientes que o condicionamento com ácido ortofosfórico a 40% por 40 segundos. O condicionamento com ácido fluorídrico foi mais efetivo independentemente da concentração e do tempo de condicionamento. A análise pelo MEV revelou diferenças nos padrões topográficos entre os grupos do condicionamento ácido. Os autores concluíram que o condicionamento com ácido fluorídrico produziu os maiores valores de resistência de união que os outros métodos. Os valores de resistência de união foram diretamente proporcionais a um aumento de tamanho e profundidade dos poros. O condicionamento com ácido fluorídrico 9,5%% por 40 segundos obteve os maiores valores de resistência de união em comparação aos outros métodos e as outras concentrações e tempos de condicionamento ácido.

Saavedra et al.[33] (2005) estudaram o efeito da neutralização do ácido fluorídrico (AF), com solução supersaturada de bicarbonato de sódio, na resistência de união entre um cimento resinoso *(Rely X, 3M/ESPE)* e uma cerâmica vítrea *(VITA VM®7, VITA).* Foram confeccionados 20 blocos cerâmicos (6x8x8mm), sendo duplicados em resina composta *(W3D Master,WILCOS).* Cada bloco cerâmico (1face) foi condicionado por 20 segundos (s) com AF10% (*Dentsply)*, seguida pela lavagem jato ar-água (60s) e secagem. Os blocos foram selecionados aleatoriamente e divididos em dois grupos (n=10):

a) G1:silano *(Porcelain Primer,BISCO)* foi aplicado na superfície cerâmica seguido da cimentação aos blocos de resina;

b) G2:blocos foram imersos (40s) em solução supersaturada de bicarbonato de sódio, lavados jato ar-água por (60s) e secos antes da aplicação do silano e cimentação; realizada sob pressão constante de 750g, sendo polimerizado (40s) em cada margem.

Após armazenagem (água destilada/7d/37ºC), os conjuntos foram seccionados nos eixos X e Y obtendo-se quarenta espécimes (sp) "*non-trimming*" por grupo (4 por bloco) com 0.8±0.1mm^2 de área adesiva. Cada sp foi fixado com cianoacrilato em paquímetro adaptado e o conjunto acoplado em máquina de ensaio universal para realização do ensaio de tração (1mm/min) .As médias (MPa) foram: G1:16.24, G2:8.13 e mediana para o G1:16.37 e G2:7.59.Os resultados foram submetidos ao teste de normalidade*"Shapiro-Wilk normality test"* para averiguação da distribuição, evidenciando distribuição não normal, sendo aplicado o teste não paramétrico *"Wilcoxon Rank Sum Test".* Verificou-se que G1 e G2 diferiram estatisticamente entre si.

Os autores concluíram que a neutralização do ácido fluorídrico diminuiu a resistência de união entre o cimento e a cerâmica estudada.

Leite[22] (2005) se propôs em seu trabalho avaliar duas hipóteses:

a) diferentes tempos de condicionamento com ácido fluorídrico não influenciam nos valores de resistência de união entre uma cerâmica e um cimento resinoso;

b) a limpeza em ultra-som com água destilada dos precipitados do ácido fluorídrico formados sobre a superfície cerâmica após o condicionamento ácido,

independentemente do tempo de condicionamento, aumenta os valores de união entre uma cerâmica e um cimento resinoso.

Foram confeccionados 48 blocos cerâmicos *(VM7 VITA Zahnfabrik),* os quais foram duplicados em resina composta *(W3D Master).* Os blocos foram divididos em seis grupos (n=8) de acordo com os seguintes tratamentos de superfície:

a) G1- aplicação do ácido fluorídrico 10% por 20s;
b) G2- Ácido fluorídrico 10% por 1min;
c) G3- Ácido fluorídrico 10% por 2min;
d) G4- Ácido fluorídrico 10% por 20s + ultra-som com água destilada por 4min;
e) G5- Ácido fluorídrico 10% por 1min + ultra-som com água destilada por 4 min;
f) G6- Ácido fluorídrico 10% por 2 minutos + ultra-som com água destilada por 4 minutos.

Em seguida, cada bloco cerâmico já condicionado foi unido ao seu correspondente de resina composta com o cimento resinoso *Rely X ARC (3M)* sob carga constante de 750g. Após armazenagem (água destilada sete dias a 37ºC), cada conjunto cerâmica/cimento/resina composta foi seccionado no sentido X e Y, obtendo-se amostras que foram fixadas num paquímetro adaptado, sendo este acoplado em uma máquina de ensaio universal (EMIC) com célula de carga de 10Kgf e velocidade de 1,0mm/min. Os valores de resistência adesiva e os desvios-padrão (MPa) para os grupos foram: G1: 16,2 ± 3,48; G2: 14,7 ± 1,2 G3: 17,8 ± 3,9; G4:19,4 ± 4,2; G5: 19,2 ± 0,8; G6: 20,0 ± 1,1. Os diferentes tempos de condicionamento não proporcionaram valores de resistência adesiva estatisticamente diferentes (P=0,156) entre os grupos. A eliminação dos precipitados do ácido fluorídrico proporcionou valores de resistência de

união adesiva estatisticamente diferente entre os grupos (P=0.001) (ANOVA Two-way e Teste de Tukey, p<0.05). Pela análise dos resultados concluiu-se que diferentes tempos de condicionamento ácido fluorídrico não influenciaram os valores de resistência de união entre a cerâmica e o cimento resinoso e que a eliminação dos precipitados do ácido fluorídrico após o condicionamento, independentemente do tempo de condicionamento, aumentou os valores de união entre a cerâmica e o cimento resinoso.

Valandro et al.[43] (2005) avaliaram o efeito do processo de silicatilização da superfície cerâmica aluminizada densamente sinterizada sobre a resistência de união a um cimento resinoso contendo monômero fosfato. Quinze blocos (6mm x 6mm x 5mm) em cerâmica alumina densamente sinterizadas (Procera AllCeram, Nobel Biocarel) foram obtidos e duplicados em resina composta (W 3D Master, Wilcos), usando um molde confeccionado com silicona polimerizada por adição (Elite). Os blocos cerâmicos foram separados em 3 grupos segundo os tratamentos de superfície:

A) Grupo SB: a superfície cerâmica foi jateada por óxido de alumínio 110µm (distância de 10mm, 15s e 2,8bars);
B) Grupo RS: receberam tratamento com sistema Rocatec (partículas de óxido de alumínio 110µm, modificadas por sílica);
C) Grupo CS: receberam tratamento com sistema Cojet (partículas de óxido de alumínio 30µm, modificadas por sílica).

Os blocos cerâmicos foram cimentados aos blocos de resina utilizando o cimento resinoso PANAVIA F. Os espécimes foram armazenados em água destilada a 37ºC por 7 dias e cortados em 2 eixos X e Y, obtendo espécimes com área adesiva de aproximadamente 0,6mm^2 (n=30). Os espécimes foram submetidos ao ensaio mecânico de tração, (EMIC DL-1000), com velocidade de 1mm por minuto. Os

resultados mostraram que os valores de resistência adesiva dos grupos RS e CS não diferiram estaticamente entre si (P= 0,25), mas os valores desses grupos foram significativamente maiores em relação ao grupo SB (P= 0,0001). Os autores concluíram que os sistemas Rocatec e Cojet aumentaram de maneira significativa os valores de resistência adesiva entre uma cerâmica aluminizada densamente sinterizada e um cimento resinoso contendo monômero fosfato.

Magne e Cascione[24] (2006) determinaram diferenças na resistência da união adesiva, por meio da microtração, entre um cimento resinoso e uma cerâmica feldspática confeccionada por duas técnicas: troquel refratário e cerâmica injetada. O efeito da limpeza pós condicionamento também foi investigado. Dezesseis pares de blocos cerâmicos (7 x 8 x 4mm) foram confeccionados. Oito pares foram fabricados usando cerâmica feldspática (D-B4) pela técnica do troquel refratário. Quatro deste pares foram revestidos com a pasta (Ducera Lay Connector Paste; Grupo CON) como uma cerâmica de ligação, e os outros quatro pares foram revestidos com uma porcelana translúcida (CL-O; Grupo CLO). Os outros oito pares foram fabricados usando a técnica de injeção (Authentic porcelain SL B00+;Grupo AUTH e AUTH-N). O condicionamento das superfícies cerâmicas foi realizado com o jateamento com partículas abrasivas seguido da aplicação do HF (todos os grupos). A limpeza foi realizada com um pincel/ácido fosfórico/e imersão em banho ultrasônico (exceto o Grupo AUTH-N). Todos os espécimes foram então silanizados, secos, e os blocos da mesma cerâmica foram cimentados uns aos outros usando um adesivo (Optibond FL) e um compósito (Z100). Os espécimes foram armazenados em água por 24h. O teste de microtração foi aplicado. Dez fatias (0,9 x 0,9 x 8mm) para cada par de blocos foram selecionadas para o teste. Um bloco para cada Grupo foi analisado e o tipo de falha por meio da microscopia óptica e MEV. Os resultados mostraram que os valores de resistência da união adesiva a microtração dos Grupos CLO (46,3 MPa) e AUTH (49,7 MPa)

não diferiram estatisticamente entre si. Já para os Grupos CON e AUTH-N, os valores médios de resistência adesiva foram estatisticamente diferentes ($p<0,05$) em relação aos outro 3 grupos. A microscopia óptica revelou uma quantia significante de resíduos brancos para todos os grupos, como resultado do condicionamento com HF. A limpeza com pincel e ácido fosfórico a 37,5% por 1 min resultou na remoção dos resíduos cristalinos. A análise por MEV dos espécimes submetidos a limpeza por ácido fosfórico apenas revelou resíduos contaminando a superfície condicionada. Esses foram eficientemente removidos após a limpeza sônica. A análise por MEV das fatias fraturadas demonstrou uma tendência de falhas mistas para os Grupos CON e AUTH-N, envolvendo a resina composta e a superfície cerâmica, por outro lado, as falhas dos Grupos CLO e AUTH estavam confinadas na resina composta. Os autores concluíram que:

a) Para aumentar a resistência adesiva da cerâmica refratária, foi recomendada a limpeza da cerâmica translúcida para ser usada como um selador do troquel refratário ao invés da pasta de ligação.
b) A cerâmica reforçada por leucita (técnica de injeção) exibiu os maiores valores de resistência adesiva a microtração (49,7 MPa). A ausência da limpeza pós condicionamento resultou em uma diminuição de mais de 50% nos valores de resistência adesiva (24,1 MPa), porque o condicionamento com HF gerou uma quantia significante de resíduos superficiais. A aplicação do ácido fosfórico com um pincel e a imersão em banho ultrasônico promoveu remoção dos resíduos cristalinos da superfície condicionada.

Pinto[30] (2006) determinou o efeito do pH de armazenamento (pH 3,5; 7,0 e 10,0) nos parâmetros de crescimento subcrítico (n e $?_{f0}$) de duas porcelanas odontológicas com diferentes

microestruturas (com e sem leucita). A hipótese testada foi a de que o pH do meio afeta os parâmetros de crescimento subcrítico dos dois materiais. Duas porcelanas feldspáticas foram avaliadas: 1) Ultropaline Dentina (UD), JenDental/Ucrânia; 2) Veneer Material 7 (VM7), Vita/Alemanha. A porcelana UD é composta de matriz vítrea com dispersão de partículas de segunda fase de leucita, enquanto a porcelana VM7 apresenta exclusivamente fase vítrea. Espécimes em forma de disco com características específicas (diâmetro e espessura) foram sinterizados com os dois materiais seguindo o ciclo proposto pelos fabricantes. Os espécimes foram armazenados em diferentes soluções com pH específico (3,5; 7,0 e 10,0) por 10 dias antes de serem testados. Os parâmetros de fadiga foram obtidos pelo método de fadiga dinâmica utilizando o ensaio de resistência à flexão biaxial (“piston on three balls”) com cinco taxas constantes de carregamento (0,01; 0,1; 1; 10 e 100 MPa/s). A tenacidade à fratura e a dureza foram avaliadas pelo método da fratura por edentação (IF). A microestrutura dos materiais foi analisada por meio de microscopia eletrônica de varredura, difração de raios X e análise química por fluorescência de raios X. O efeito do pH no coeficiente de susceptibilidade ao crescimento subcrítico (n) foi diferente para os dois materiais estudados. Os resultados mostraram que, para a porcelana vítrea (VM7), o valor de n não variou significativamente em função do pH. Para a porcelana com leucita (UD), houve uma diminuição do valor de n quando a armazenagem foi feita em pH 3,5. O efeito do pH no parâmetro escalar ($?_{f0}$) também foi diferente para os dois materiais. Para a porcelana VM7, tanto o pH ácido como o básico, resultaram em menores valores de resistência em relação ao pH neutro. Para a porcelana UD, somente a armazenagem em pH básico resultou em queda do valor de $?_{f0}$. Os valores de dureza dos dois materiais diminuíram conforme o pH foi aumentado, porém, somente a diferença entre o grupo armazenado a seco e o grupo armazenado em pH 10 foi estatisticamente significativa para as duas porcelanas. Com relação à tenacidade, o pH não influenciou

significativamente nas médias obtidas para os dois materiais. Com base nos resultados foi possível concluir que o efeito pH do meio de armazenamento no crescimento subcrítico de porcelanas odontológicas varia de acordo com a microestrutura do material.

Addison et al.[2], 2007, estudaram o impacto que o condicionamento com o ácido fluorídrico exerce em uma cerâmica feldspática de baixa fusão, por meio do ensaio mecânico de flexão bi-axial. Foram confeccionados trezentos discos da cerâmica Vitadur Alpha - dentina (Vita, BadSckingen, Germany), seguindo a recomendações do fabricante, com dimensões de 15mm de diâmetro e 0.9mm de espessura, e separados aleatoriamente em dez grupos (N=30) segundo o tratamento superficial: Grupo A (Controle): após o glazeamento e sem tratamento superficial; e Grupos B-J com diferentes concentrações do ácido fluorídrico (5%, 10% e 20%) e diferentes tempos de condicionamento (45, 90 e 180s). Grupos B-D foram condicionados com HF 5% por 45, 90 e 180s, Grupos E-G com HF 10% por 45, 90 e 180s e Grupos H-J com HF 20% por 45, 90 e 180s respectivamente. Após o tratamento superficial, todos os espécimes foram lavados durante 60s com água destilada e secos com jato de ar(30s). Estes foram armazenados a 24°C com umidade relativa de 50%.

Os espécimes foram submetidos ao ensaio mecânico de flexão bi-axial apresentando os seguintes resultados:

- Superfície controle X superfície tratada com HF

O tratamento superficial com o HF proporcionou valores médios menores de resistência a flexão bi – axial estatisticamente significantes ($p<0,05$) em relação ao Grupo A – controle (94,4 MPa).

- Concentração do HF

A concentração do HF também proporcinou valores médios estatisticamente diferentes entre si. Aumentando a concentração de 5 para 10% no período de 45s (Grupos B e E), resultou em uma redução nos valores da resistência a flexão bi-axial que não foi significante estatisticamente, 83,4 e 84,9 MPa respectivamente, e aumentando a concentração para 20%, resultou numa diminuição significativa ($p<0,01$) dos valores médios 72,9 MPa de resistência flexural.

Uma redução não significativa nos valores médios foi observada nos espécimes tratados por 180s nas concentrações de 5, 10 e 20% (Grupos D, G e J).

- Tempo de condicionamento ácido

Não houve uma diferença estatisticamente significante ($p>0,05$) nos valores médios de resistência flexural quando o fator tempo foi considerado.

Pela análise dos resultados conclui-se que o processo de condicionamento da cerâmica feldspática é dinâmico e o impacto é dependente do substrato, topografia superficial, concentração do ácido e do tempo de condicionamento. Uma redução significativa da resistência flexural de uma cerâmica feldspática de baixa fusão foi demonstrada pelo condicionamento e limpeza evidenciando a existência de defeitos superficiais que se modificam em função do tempo de condicionamento e concentração do ácido fluorídrico.

Saavedra[34] (2008) se propôs avaliar três hipóteses: a) o processo de neutralização influencia nos valores de resistência de união entre uma cerâmica feldspática e um cimento resinoso; b) limpeza sônica dos precipitados do ácido fluorídrico aumenta os valores de resistência de união; c) associação entre o do processo de neutralização e a limpeza sônica melhora a resistência de união. Confeccionou-se 32 blocos

cerâmicos (VM7 VITA Zahnfabrik), os quais foram duplicados em resina composta (W3D Master). Cada bloco cerâmico (1face) foi condicionado (20s) com AF10% (Dentsply), seguida pela lavagem jato ar-água (60s) e secagem. Foram selecionados aleatoriamente e divididos em 4 grupos(n=8):

a) G1-o silano (Porcelain Primer,BISCO) foi aplicado na superfície cerâmica seguido da cimentação aos blocos de resina;
b) G2–os blocos foram imersos (40s) em solução supersaturada de bicarbonato de sódio, lavados jato ar-água por (60s) e secos antes da aplicação do silano e cimentação;
c) G3- limpeza sônica (4minutos), silano e cimentação;
d) G4-associação da neutralização e limpeza sônica, seguido da silanização e cimentação.

Posteriormente, cada bloco cerâmico já tratado foi unido ao seu correspondente de resina composta com o cimento resinoso Rely X ARC (3M). Após armazenagem (água destilada sete dias a 37ºC), cada conjunto cerâmica/cimento/resina composta foi seccionado no sentido X e Y, obtendo-se amostras (áreas reduzidas e padronizadas) que foram fixadas num paquímetro adaptado, sendo este acoplado em uma máquina de ensaios universal (EMIC) com célula de carga de 10Kgf, velocidade de 1,0mm/min e submetidos ao ensaio de tração. Os valores de resistência adesiva e os desvios-padrão (MPa) para os grupos foram : G1: 19,86 ± 2,42^{a}; G2: 15,64 ± 2,29^{b}; G3: 23,53 ± 1,07^{c}; G4: 29,36 ± 0,98^{d}. As quatro condições experimentais apresentaram diferença estatisticamente significante entre si ($p=0.0001$) (ANOVA one-way e Teste de Tukey, $p<0.05$). Os resultados deste estudo confirmaram que: a) o processo de neutralização influencia nos valores de resistência de união entre uma cerâmica feldspática e um cimento resinoso; b) a limpeza sônica dos precipitados do ácido fluorídrico aumenta os valores de resistência de

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

Saavedra et al.[35], 2008, avaliaram a hipótese de que o processo de neutralização do precipitado do ácido fluorídrico e a ciclagem mecânica influenciam na resistência de união de restaurações cerâmicas cimentadas a premolares humanos. Quarenta inlays (IPS Empress) foram confeccionadas e a superfície de cimentação submetida a dois tratamentos (N=20): 1- condicionamento (60s) com ácido fluorídrico, lavagem (60s), secagem e aplicação do silano; 2- condicionamento ácido (60s), *neutralização*, lavagem (60s), secagem e aplicação do silano. Posteriormente, todas as inlays foram cimentadas (Multilink). Dez premolares de cada grupo foram submetidos à ciclagem mecânica (1.400.000 de ciclos, 50N, 37°). Em seguida, todas as amostras foram seccionadas em forma de palitos (dentina vestibular, restauração, dentina lingual) e submetidas ao teste de microtração. A resistência de união foi influenciada significativamente pelo tratamento superficial ($p<.0001$) (sem neutralização > neutralização e a ciclagem mecânica ($p<.0001$) (não ciclados > ciclados). Concluíram que a neutralização do precipitado do ácido fluorídrico prejudicou significativamente a resistência de união e que a simulação clínica por meio da ciclagem mecânica foi importante para avaliar a união cerâmica – dentina.

3 PROPOSIÇÃO

O objetivo do trabalho foi avaliar cinco hipóteses:

a) o condicionamento ácido diminui a resistência à flexão de uma cerâmica feldspática;

b) a cimentação aumenta os valores de resistência à flexão de uma cerâmica feldspática;

c) o processo de neutralização dos precipitados do ácido fluorídrico diminui os valores de resistência à flexão de uma cerâmica feldspática;

d) a limpeza sônica (ultra-som) com água deionizada dos precipitados do ácido fluorídrico, formados sobre a superfície cerâmica após o condicionamento ácido, aumenta os valores de resistência à flexão de uma cerâmica feldspática;

e) a associação entre o processo de neutralização dos precipitados do ácido fluorídrico e a limpeza sônica melhora a resistência à flexão de uma cerâmica feldspática.

4 MATERIAL E MÉTODOS

4.1 Materiais

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

Quadro 1– Material, nome comercial e fabricante utilizados para a confecção dos corpos-de-prova.

Material	Nome comercial	Fabricante
Cerâmica	VITA VM®7 ***Lote: 7404***	VITA Zahnfabrik, Bad Säckingen, Alemanha
Ácido fluorídrico a 10%	Condicionador de Porcelanas ***Lote: 768846***	Dentsply,Petrópolis, RJ, Brasil
Silano	Porcelan Primer ***Lote: 400010696***	Bisco, Schaumburg, IL, EUA
Cimento resinoso convencional	RelyX™ ARC ***Lote: FLGE***	3M Dental Products Division, St Paul, MN, EUA

Quadro 2-Descrição da composição dos materiais utilizados para a confecção dos corpos-de-prova.

Nome comercial	Composição
VITA VM®7	Si :19,6%; Al:4,9%; K: 4,0%; Na: 2,4%; Ca: 0,7%; C: 25,7% e O: 42,2%
Ácido fluorídrico a 10%	Ácido fluorídrico, água, espessante e corante
Porcelain Primer	*y*-metacriloxipropiltrimetoxi-silano hidrolisado
RelyX™ ARC	Pasta A: Bis-GMA, TEGDMA, partículas de zircônio/sílica, fotoiniciador, pigmentos. Pasta B: Bis-GMA, TEGDMA, partículas de zircônio/sílica, peróxido de benzoila

4.2 Método

Inicialmente, foi confeccionado um molde metálico com dimensões de 24mm de comprimento, 4,8mm de largura e 1,45mm de altura (Figura 1), com o objetivo de se obter barras de cerâmica (corpos-de-prova) com tamanhos semelhantes para todos os grupos.

Figura 1: Molde metálico.

A partir desse dispositivo, foram confeccionados 60 corpos-de-prova que receberam o processo de cimentação, com um tipo

de agente de cimentação resinoso, e o conjunto foi submetido ao ensaio mecânico de flexão de 3 pontos (etapas descritas a seguir).

4.2.1 Confecção, controle de qualidade e refinamento das barras cerâmicas

O dispositivo metálico (Figura 2a) foi isolado internamente com óleo mineral, antes da preparação da cerâmica que seguiu as recomendações do fabricante e a especificação *ISO 6872*. O pó Vita VM7 Dentin 2M2 (Vita Zanhfabrik) e o líquido modelador (Modeling Liquid for Vita VM7) foram misturados até a obtenção de uma massa (Figura 2b). Com auxílio de uma espátula, pequenas porções dessa massa foram inseridas no interior do dispositivo e vibradas (com auxílio de um vibrador para gesso) para melhor escoamento e assentamento da mesma, até completar todo o espaço do dispositivo (Figura 2c). O excesso de líquido modelador foi removido com papel absorvente macio (Figura 2d). Ao final, foram obtidas 60 barras da cerâmica de cobertura VITA VM®7 Dentin 2M2 (VITA Zahnfabrik) (Figuras 2e e 2f), a partir de um único molde, os quais foram sinterizadas sobre base refratária no forno Vacumat (VITA Zahnfabrik) (Figura 3a), seguindo o ciclo de queima recomendado pelo fabricante: Programa 84 (500°C por 6min, 55°C/min até atingir 910°C, permanecendo por 1min e diminuição da temperatura a 710°C para o final do ciclo. Aos 7 minutos e 27 segundos do início do ciclo, o vácuo foi acionado automaticamente). Considerando que a contração de sinterização da cerâmica é em torno de 20%, as barras pós-cocção tiveram as dimensões aproximadas de 20mm x 4mm x 1,2mm (Figura 3b). A estrutura interna de cada barra cerâmica sofreu uma verificação radiográfica a fim de se observar possíveis falhas no interior do corpo (como bolhas, por exemplo). A presença de defeitos internos determinou a exclusão de duas amostras do estudo.

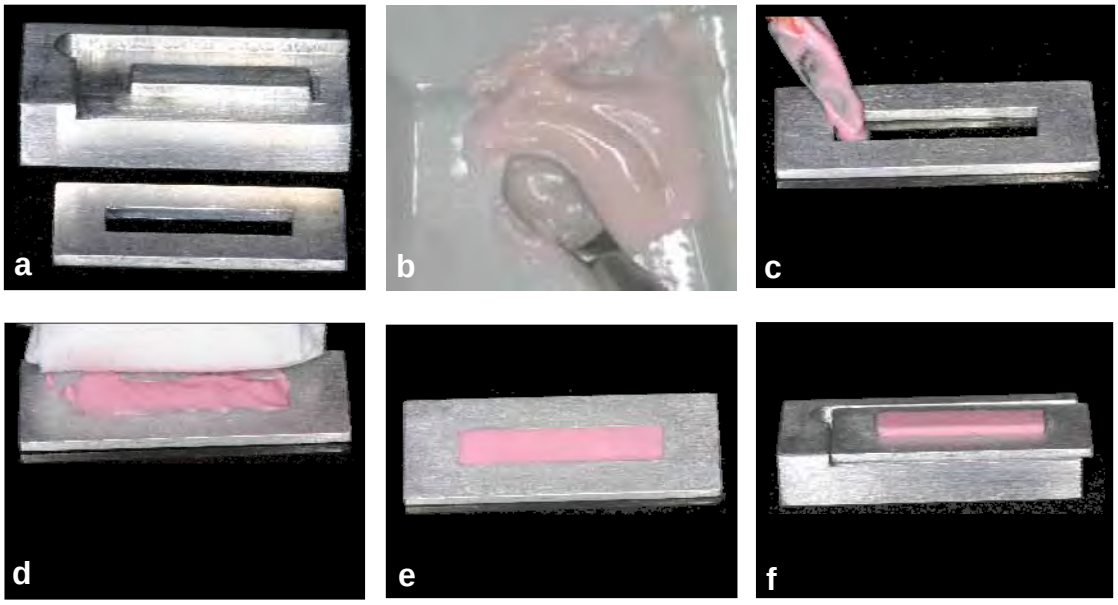


FIGURA 2- Seqüência de confecção das barras cerâmicas: a- matriz para a barra cerâmica; b- manipulação da cerâmica; c- início da inserção da massa; d- remoção do excesso de líquido modelador; e- matriz preenchida; f- barra cerâmica antes da cocção.

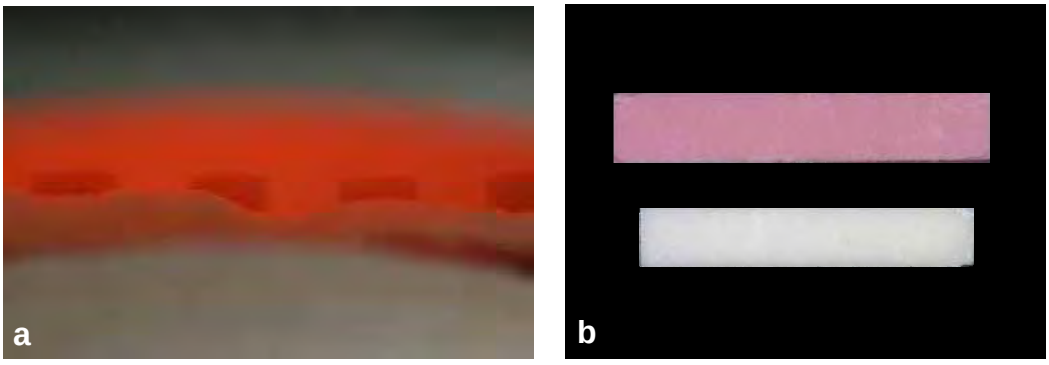


FIGURA 3- Barras cerâmicas durante processo de cocção: a- vista aproximada das barras no interior do forno; b- barras cerâmicas antes e após a cocção.

Todos os corpos-de-prova sofreram acabamento, com umedecimento constante com água, empregando lixas d'água de

granulação 1000 (Della Bona et al.[14] 2002) para possibilitar as dimensões padrões (20mm x 4mm x 1,2mm) e foram submetidos à limpeza sônica em ultra-som (Vitasonic - VITA) com água deionizada (DentalVille, Brasil - ISO 11134) por 5 minutos (Figuras 4a e 4b). Esses passos permitiram um contato mais uniforme da superfície cerâmica pelo agente cimentante.

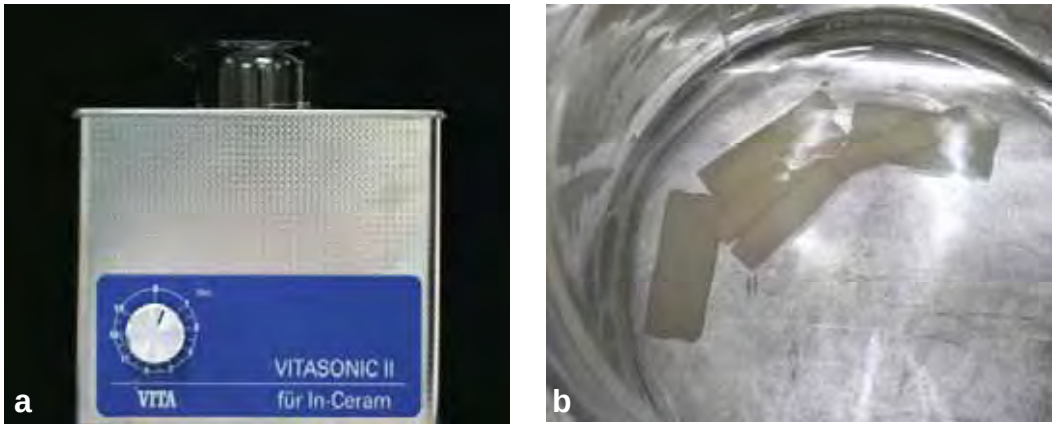


FIGURA 4- Limpeza sônica das barras cerâmicas: a- aparelho de ultra-som utilizado; b- barras cerâmicas durante processo de limpeza.

Com o objetivo de eliminar os possíveis estresses residuais, os corpos-de-prova receberam tratamento térmico (annealing). Este consistiu em elevar a temperatura do forno em até 50° graus acima da temperatura de transição de fases (tg) da cerâmica estudada (550° até 600°) durante 15 minutos (Scherrer et al.[37] 1998).

4.2.2 Tratamento da superfície dos corpos-de-prova

A seguir, as 60 barras cerâmicas foram separadas aleatoriamente em seis grupos (n=10) (Quadro 3), conforme os tratamentos de superfície: presença ou ausência do condicionamento ácido, utilização ou não do processo de neutralização do precipitado do ácido fluorídrico, quanto a limpeza sônica ou não do precipitado ácido em ultra-som (Vitasonic - VITA) com água deionizada (DentalVille, Brasil – ISO 11134) por 4minutos e quanto a submissão ou não ao processo de cimentação. A seguir estão relacionados os grupos estudados:

a) Grupo 1: Ausência de tratamentos;
b) Grupo 2: AF (20s) + lavagem *spray* ar-água (DentalVille, Brasil – ISO 11134) (60s), secagem com ar comprimido (30s);
c) Grupo 3: AF (20s) + lavagem *spray* ar-água (DentalVille, Brasil – ISO 11134) (60s), secagem com ar comprimido (30s) e cimentação;
d) Grupo 4: AF (20s) + lavagem *spray* ar-água (60s) + neutralização com solução supersaturada de bicarbonato de sódio (40s) + lavagem *spray* ar-água (5s) secagem com ar comprimido (30s) e cimentação;
e) Grupo 5: AF (20s) + lavagem *spray* ar-água por (60s) + ultra-som em água deionizada (4min), secagem com ar comprimido (30s) e cimentação;
f) Grupo 6: AF (20s) + lavagem *spray* ar-água (60s) + neutralização com solução supersaturada de bicarbonato de sódio (40s) + ultra-som em água

deionizada (4min), secagem com ar comprimido (30s) e cimentação.

Quadro 3- Descrição da divisão dos grupos conforme o condicionamento ácido, a presença ou não do processo de neutralização do precipitado do ácido fluorídrico, quanto à limpeza sônica ou não com água deionizada por 4 minutos do precipitado ácido e a presença da cimentação

Grupos	Cond. ácido	Neutralização	Limp. Sônica	Cimentação
1	-	-	-	-
2	20 segundos	-	-	-
3	20 segundos	-	-	Sim
4	20 segundos	40 segundos	-	Sim
5	20 segundos	-	4 minutos	Sim
6	20 segundos	40 segundos	4 minutos	Sim

Todos as barras cerâmicas pertencentes aos grupos 2, 3, 4, 5 e 6 foram condicionadas (20s) com ácido fluorídrico a 10% (Dentsply, Brasil) (Figuras 5a e 5b), seguindo o recomendado pela literatura (Peumans et al.[28], 1999; Saavedra et al.[33,34,35],2005 e 2008) e após o condicionamento ácido, as barras foram lavadas com jatos ar-água deionizada por 60 segundos (Figura 5c) e secas com jato de ar por 30 segundos (Figura 5d).

Os grupos (4 e 6) receberam o processo de neutralização. Este foi realizado através da imersão das barras cerâmicas em solução supersaturada de bicarbonato de sódio (ADV®TAYUYNA, Brasil), por 40 segundos - dobro do tempo do condicionamento ácido, conforme indicação de Magne e Cascione[24], 2006 e Saavedra et al.[33, 34, 35] (2005 e 2008) (Figuras 6a e 6b). Já para a limpeza sônica, as barras (grupos 5 e 6) ficaram imersas durante 4 minutos em água deionizada (100ml) contida

em um Becker (padronização), sendo removidas com o aparelho em funcionamento, segundo indicação de Aida et al.[3], 1995; Peumans et al.[27], 1999; Canay et al.[8], 2001; Leite [22], 2005 e Saavedra et al.[34], 2008 (Figuras 7a e 7b).

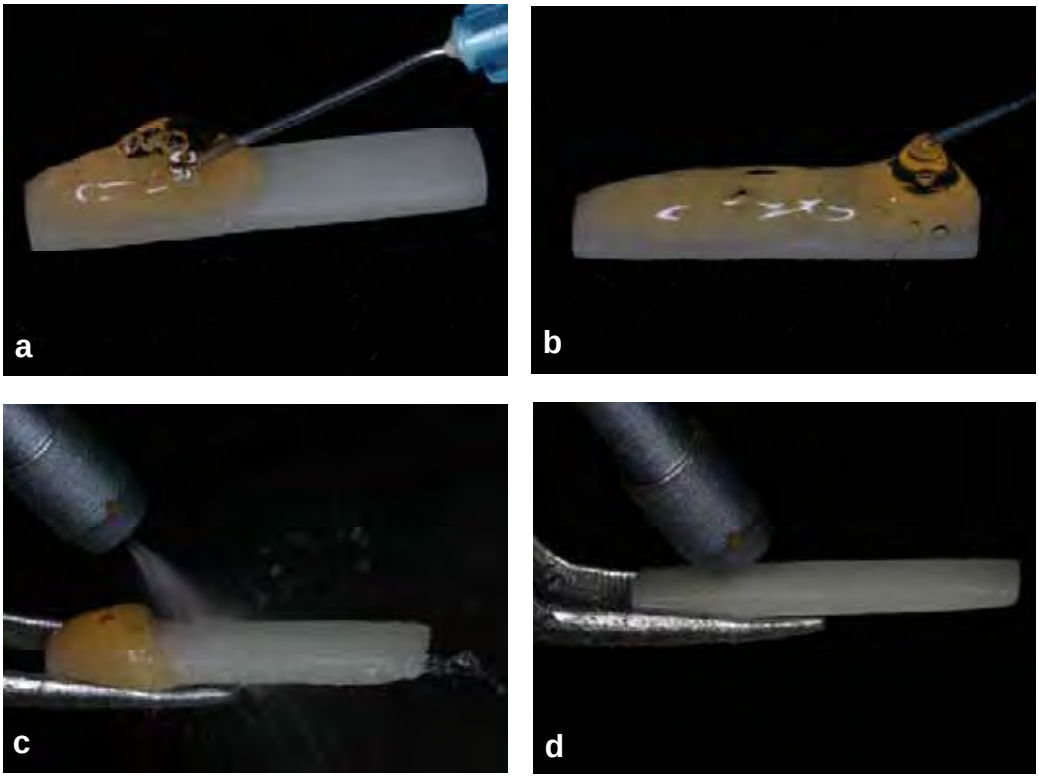


FIGURA 5- Seqüência de condicionamento com ácido fluorídrico a 10% das superfícies cerâmicas: a- início da aplicação do ácido; b- ácido fluorídrico aplicado; c-lavagem *spray* ar-água (60s); d- secagem da superfície cerâmica condicionada pelo ácido fluorídrico.

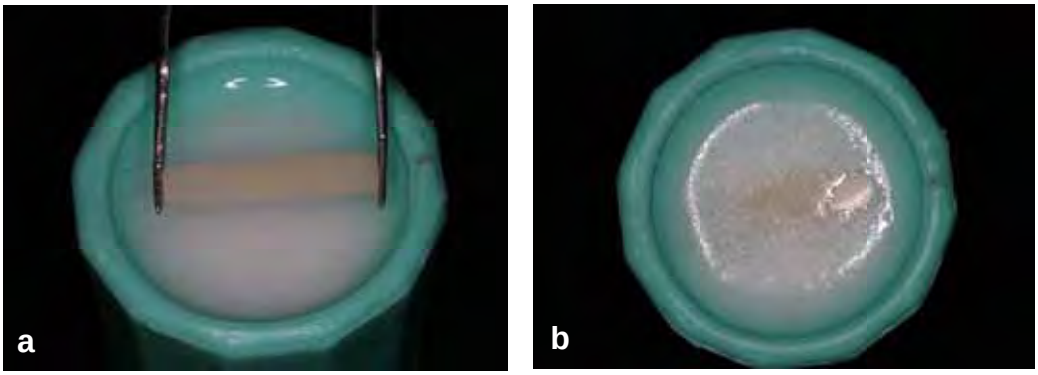


FIGURA 6- Processo de neutralização do ácido fluorídrico: a- inserção da barra cerâmica em solução supersaturada de bicarbonato de sódio; b- barra cerâmica imersa na solução.

FIGURA 7- Limpeza sônica das barras cerâmicas: a- aparelho de ultra-som utilizado; b- barra cerâmica durante processo de limpeza.

4.2.3 Processo de cimentação

Inicialmente, a superfície de cimentação de cada barra cerâmica recebeu uma aplicação do agente de silanização Porcelain Primer (Bisco) (Figura 8a). Aguardou-se por 4 minutos e aplicou-se um jato de ar por 5 segundos. O agente cimentante resinoso de dupla ativação RelyX^{TM} ARC (3M -ESPE) foi manipulado segundo as recomendações do seu fabricante. Este foi aplicado com o auxílio de uma espátula plástica sobre a superfície já tratada de cada segmento cerâmico (Figura 8b). Sobre o cimento, foi posicionada uma tira matriz de poliéster e uma lâmina de vidro com o objetivo de simular a cimentação através do extravasamento do excesso de cimento e padronização da película do agente cimentante. Este conjunto (barra cerâmica/cimento/tira matriz poliéster/lâmina de vidro) foi posicionado em um delineador adaptado para cimentação com a superfície de colagem perpendicular à aplicação de uma carga vertical estática de 750g utilizada durante todo o procedimento (Figura 8c).

Após o posicionamento do conjunto cerâmica-cimento, os excessos de cimento foram removidos, sendo então realizada a fotoativação por 40 segundos em cada lado do conjunto (totalizando 160 segundos), utilizando uma unidade foto-ativadora com intensidade de luz de 460mW/cm^2 (UltraLED-Ultradent) (Figura 8d). Os conjuntos cerâmica-cimento foram armazenados em água destilada a 37°C durante sete dias, até a realização do ensaio mecânico (Della Bona et al.[16], 2000).

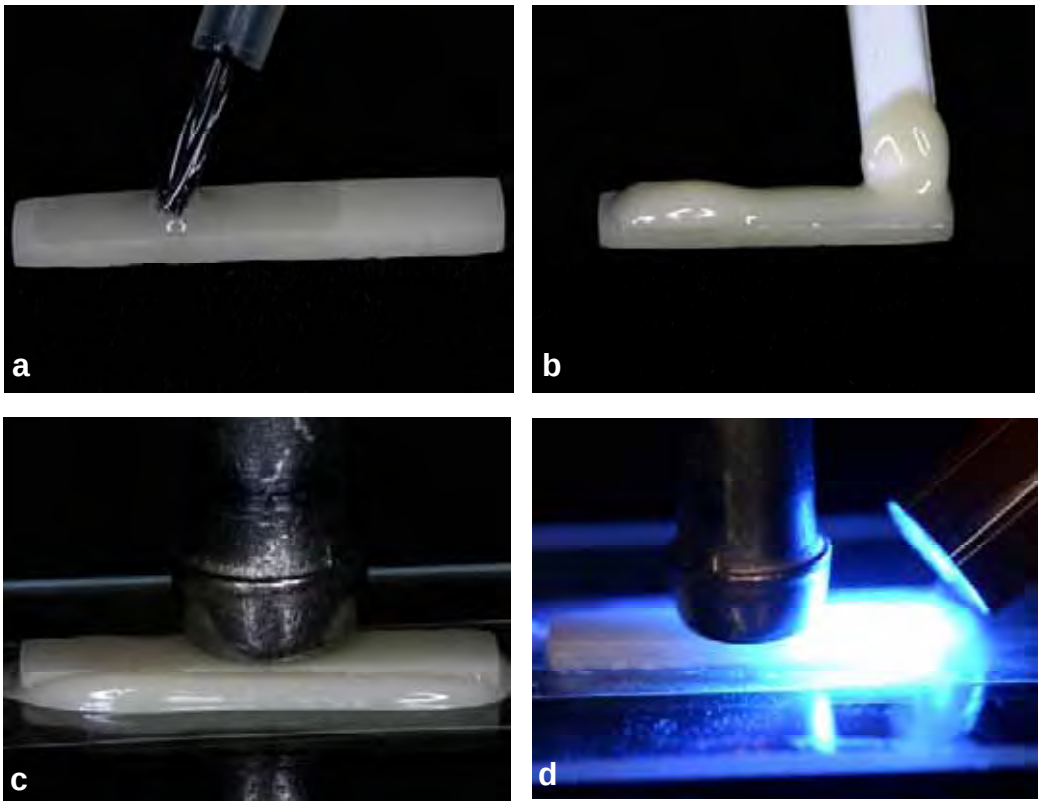


FIGURA 8- Sequência de cimentação: a-) barra cerâmica sendo silanizada; b-) aplicação do cimento; c-) conjunto barra cerâmica-cimento posicionado no delineador adaptado; d-) fotoativação do cimento.

Ao final desta etapa foram obtidos 10 conjuntos cerâmica/cimento (n=10) para cada grupo do estudo.

4.2.4 Ensaio de flexão 3 pontos (Padrão ISO 6872)

Inicialmente, uma fita adesiva foi aderida na superfície da barra que recebeu a carga (oposta à cimentação), para impedir a separação por completa das partes após a falha catastrófica.

Para realizar o ensaio mecânico, cada barra foi posicionada em um dispositivo metálico confeccionado para este teste (Figura 9). Esta foi apoiada sobre dois cilindros (2mm de diâmetro) com distância entre os centros de 16mm. Somente as extremidades da amostra foram utilizadas para apoio, de tal forma que a zona central permanecesse livre para receber a carga. Esta foi aplicada na superfície oposta a cimentação, por uma haste com ponta ativa de forma cilíndrica (2mm de diâmetro) que estava acoplada a máquina de ensaios universal (EMIC DL 1000), sendo submetida à compressão (v=1mm/min, célula de carga de 10kgf) até a falha catastrófica (YEN et al.[46],1993; Della Bona et al.[13], 2002) (Figura 10a e 10b). Todo o ensaio mecânico ocorreu em ambiente com 100% de umidade (imerso em água deionizada), a 37^0C, baseado no aumento da velocidade de propagação das trincas em função da maior concentração de íons hidroxila (Anusavice e Lee[4], 1989). Para isto, foi construído um recipiente de vidro que recebeu uma resistência elétrica e um termômetro, permitindo que o dispositivo para ensaio mecânico ficasse localizado no seu interior.

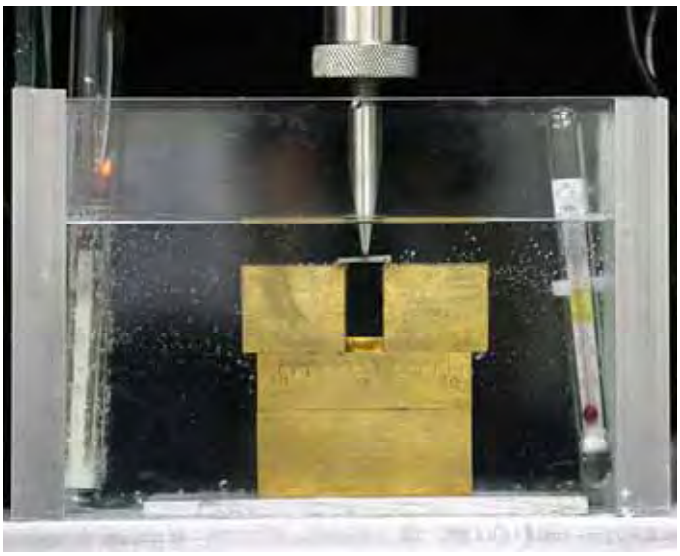


FIGURA 9 - Espécime posicionado no dispositivo para realização do ensaio mecânico.

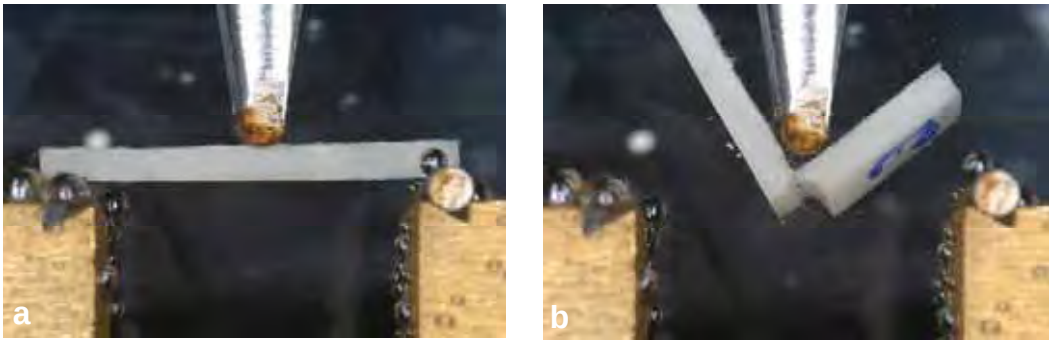


FIGURA 10 – Ensaio mecânico: a- espécime pronto para ser carregado; b- após falha catastrófica.

Para calcular a resistência a flexural (MPa), foi utilizada a seguinte fórmula: $3PL/2WT^2$, onde: P é a força registrada no momento da fratura; L, a distância entre os suportes; W, largura do espécime e T, espessura do espécime (YEN et al[46]., 1993).

Após o ensaio mecânico, um espécime de cada grupo foi avaliado por Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) quanto à morfologia da área fraturada. Esta análise serviu para ilustrar as características superficiais e morfológicas dos defeitos (fendas, poros e

precipitados) ao final dos diferentes tratamentos e esquematizar se houve influência no resultado da resistência à flexão após o ensaio mecânico.

4.2.5 Delineamento experimental

Em nosso experimento, cuja unidade experimental foi a barra cerâmica, seguindo-se um esquema fatorial tipo 1 x 6, com 10 repetições, tendo um grupo controle (sem tratamento superficial). A variável independente foi: Tratamento superficial, estudada em 3 níveis; neutralização do precipitado ácido (2 subníveis: presença ou ausência); limpeza sônica em ultra-som com água deionizada (2 subníveis: presença ou ausência); e cimentação (2 subníveis presença ou ausência). A variável resposta (ou dependente) foi a resistência à flexão obtida no ensaio de flexão 3 pontos entre a cerâmica e o agente cimentante de cada uma das condições experimentais. Para a análise dos 60 dados obtidos foi utilizado o programa computacional STATISTICA (versão 5.5, StatSoft Inc., 2000) para efetuar a estatística descritiva (média e desvio padrão) e a inferencial, mediante o teste paramétrico ANOVA, um fator e o teste de Tukey. O nível de significância adotado foi o valor de 5%.

4.2.6 Análise microscópica

4.2.6.1 Análise por microscopia óptica

Após a realização dos ensaios de flexão, as superfícies da região de fratura foram examinadas em uma lupa estereoscópica (Microscopia óptica ZEISS MC 80 DX) com 50 vezes de aumento para verificação do padrão de falha característica deste tipo de ensaio mecânico.

4.2.6.2 Análise topográfica por microscopia eletrônica de varredura (MEV)

Para a análise da microestrutura, três pares de amostras (zona de fratura), representativo de cada grupo, foram utilizados para ilustração do modo de falha em MEV (Jeol-JSM-T330A- Scanning Microscope-Japão*) com aumentos de 500, 1000 e 2000 vezes (Figura 11).

A obtenção das imagens foi conseguida pelo princípio da reflexão do feixe de elétrons secundários que foi projetado sobre a superfície da amostra por meio de um MEV. As amostras foram posicionadas numa plataforma de alumínio *stub* para a realização da análise.

FIGURA 11- Microscópio eletrônico de varredura.

4.2.7 Análise química e mapeamento de superfície via MEV+EDS

A análise dos elementos químicos presentes no substrato cerâmico foi feita pela técnica de EDS (Espectrometria por Energia Dispersiva de Raios X ou *Energy Dispersive Spectrometry* – EDS). Esta é baseada na análise das energias características de raios X emitidos por cada elemento componente de uma amostra, como resultado da incidência de um feixe de elétrons na superfície da amostra analisada. O espectrômetro EDS está acoplado ao microscópio eletrônico de varredura (MEV) utilizado para as análises.

Os três pares mais representativos de cada grupo foram utilizados para análise dos elementos químicos presentes na superfície do mesmo, utilizando a técnica de EDS (Espectrometria por energia dispersiva ou Energy Dispersive Spectrometry - EDS), por meio do mapeamento por área, para verificar a presença ou não dos elementos do cimento resinoso na superfície cerâmica. O mesmo procedimento foi realizado em barras cerâmicas que não tiveram sua superfície condicionada, com o intuito de se identificar os elementos químicos presentes em sua microestrutura.

As imagens do MEV (2000x) para o mapeamento de superfície foram obtidas no modo de baixo vácuo com pressão de 40 Pa e foram realizadas no modo de elétrons secundários com 20 kV de voltagem de aceleração e com uma distância de trabalho de 15mm. A região mapeada tinha uma dimensão de 4mm x 1,2mm.

A microanálise de raios X foi realizada na superfície de cada barra cerâmica utilizando-se: um MEV modelo LEO1450VP, da LEO-Zeiss, Inglaterra e um sistema EDS da Oxford com programa INCA *Energy* e detector EDS de 133 eV de resolução (Figura 12). As leituras de cada amostra foram realizadas a uma distância de trabalho de 15 mm e 20 kV de voltagem de aceleração (20 keV de energia de aceleração). As imagens das amostras foram obtidas utilizando o modo de elétrons

retroespalhados. Os espectros de raios-X foram obtidos com a aquisição de 50 s.

Desta forma, as análises composicionais foram realizadas pela obtenção dos espectros de concentração de cada elemento químico presentes em cada uma das 18 amostras.

FIGURA 12- MEV* e EDS*.

* Laboratório de Microscopia Eletrônica. Departamento de Engenharia de Materiais. FAENQUIL.

5 RESULTADOS

5.1 Ensaio mecânico de Flexão

A influência do condicionamento ácido, do processo de neutralização, da limpeza sônica e da cimentação, na resistência à flexão do conjunto cerâmica/cimento resinoso, constituíram as seis condições experimentais estudadas, conforme descrição:

a) G1: *Ausência de tratamentos* (Controle);
b) G2: *AF*;
c) G3: AF e *cimentação*;
d) G4: AF, *neutralização* e cimentação;
e) G5: AF, *ultra-som* e cimentação;
f) G6: AF, *neutralização, ultra-som* e cimentação.

A estatística descritiva dos dados obtidos nessas condições está apresentada na Tabela 1.

Tabela 1- Estatística descritiva dos dados de resistência à flexão (MPa) obtidos para os diferentes tratamentos da superfície cerâmica.

	G1	G2	G3	G4	G5	G6
n	10	10	10	10	10	10
Média	73,79	***60,65***	85,10	80,91	85,18	83,86
Desvio padrão	5,83	10,07	12,40	14,01	10,03	10,37
Mínimo	62,19	42,44	64,71	59,80	73,43	65,21
Máximo	82,64	78,13	96,67	93,55	101,01	98,67

Verificou-se com a informação acima, que os valores médios de resistência à flexão das barras que receberam apenas o condicionamento com ácido fluorídrico (G2) são inferiores aos valores obtidos nos demais grupos (Figura 13).

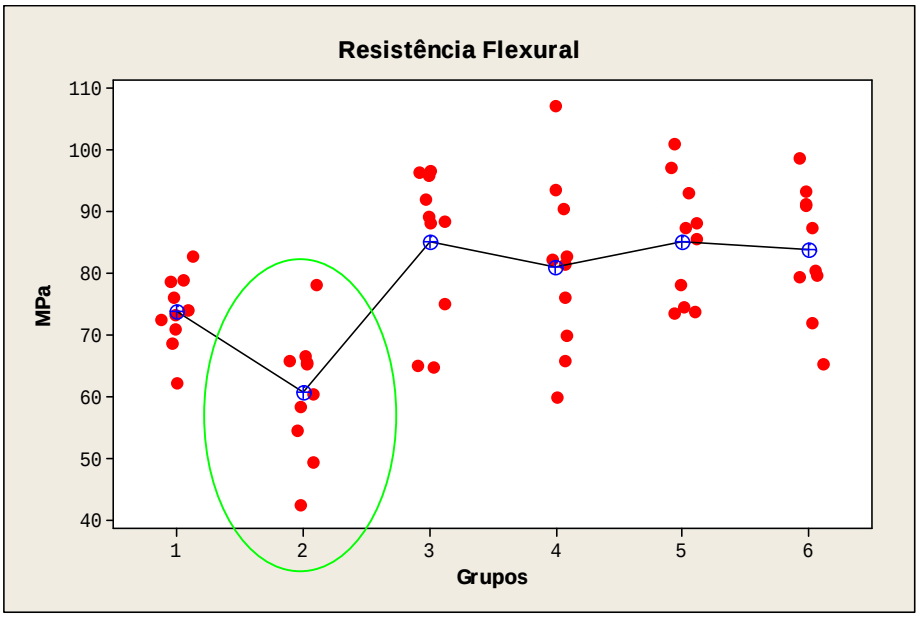


FIGURA 13- Distribuição dos valores de resistência à flexão, ao redor da média, segundo o tipo de tratamento de superfície.

Quando se aplicou o teste ANOVA para avaliação estatística dos resultados obtidos durante o ensaio, verificou-se que o tratamento de superfície foi estatisticamente significante ($p<0,05$), Tabela 2. Posteriormente foi aplicado o Teste de Comparação Múltipla de TUKEY (5%) (Tabela 3).

Tabela 2- ANOVA para os dados de resistência à flexão (MPa) obtidos.

Efeito	Gl	SQ	QM	F	P
Tratamento	5	46,32	926	8,02	**0,00001***
Resíduo	54	62,42	116		
Total	59	108,74			

*p<0,05

Tabela 3- Teste de Comparação Múltipla de Tukey (5%).

Tratamento	Médias	Grupos homogêneos*
G1 (sem tratamento)	73,79	*a*
G2 (ácido fluorídrico (AF))	60,65	***b***
G3 (AF+ Cimentação(C))	85,10	*a*
G4 (AF+ Neutralização (N) + C)	80,91	*a*
G5 (AF + Ultrasom (U) +C)	85,18	*a*
G6 (AF + N + U + C)	83,86	*a*

*conjuntos que apresentam letras iguais indicam diferença estatisticamente não significante

Verificou-se com o teste TUKEY (5%) (Tabela 3) que o G2(AF) apresentou diferença estatisticamente significante em relação a todos os grupos do estudo ($p<0,05$), sendo os menores valores médios de resistência à flexão. As condições onde ocorreu a cimentação (G3, G4, G5 e G6) apresentaram os maiores valores de resistência à flexão, porém não significante entre si (Figura 13).

Quanto ao efeito neutralização do precipitado ácido, pôde-se verificar (Tabela 3) que os valores médios de resistência à flexão (MPa) não diferiram estatisticamente entre si, contudo apresentaram numericamente(G4 e G6) os menores valores médios entre os grupos que receberam o processo de cimentação.

Quanto à limpeza sônica, pôde-se verificar que os valores médios de resistência à flexão também não diferiram estatisticamente entre si. No entanto, o Grupo 5 (85,18±10,03) apresentou os maiores valores médios de resistência à flexão do estudo.

O condicionamento ácido quando realizado isoladamente (G2), apresentou valores (60,65±10,07MPa) inferiores aos outros grupos condicionados e também ao grupo 1, que não recebeu tratamento superficial.

5.2 Análise por microscopia óptica

Os resultados referentes à avaliação dos padrões de falhas, das superfícies fraturadas, observados em microscopia óptica, nos corpos-de-prova submetidos ao ensaio de flexão (3 pontos), mostraram que houve 100% de falhas semicirculares (zona de tração e compressão), características do ensaio de flexão.

5.3 Análise topográfica por MEV

A análise em MEV das superfícies de fratura, das amostras selecionadas, revelou que todas foram semicirculares, sendo um padrão de falha característica deste tipo de ensaio mecânico (Figura 14).

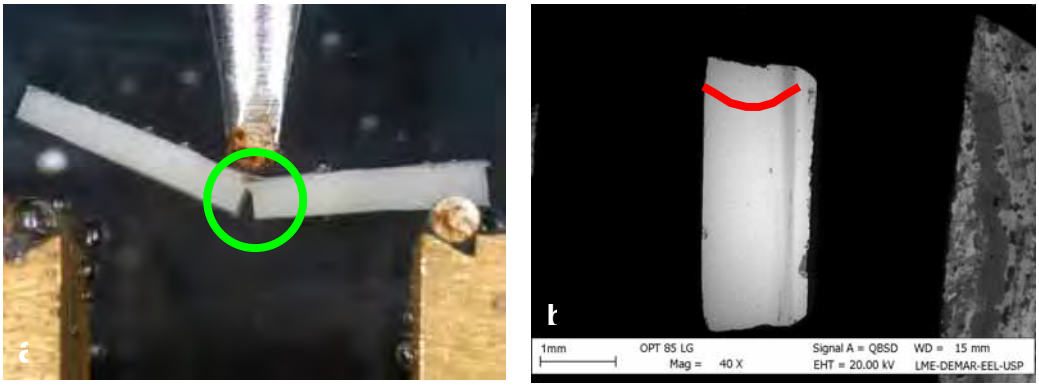


FIGURA 14- MEV: a- área analisada; b- imagem do padrão de falha das amostras.

Nas Figuras 15a e 15b podem ser observadas as imagens obtidas em MEV (500 X e 2000X, respectivamente) da superfície de fratura das amostras que não receberam nenhum tratamento (G1). Pode-se notar

a presença de uma alteração morfológica da superfície cerâmica (defeito), possível origem da falha catastrófica (setas verdes).

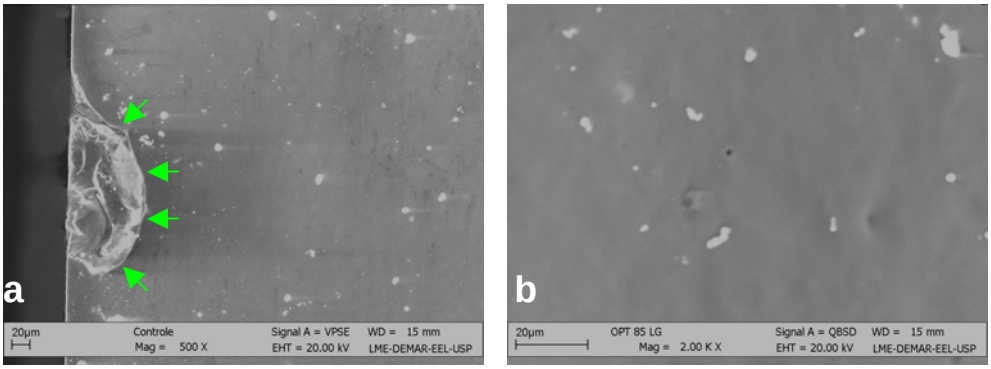
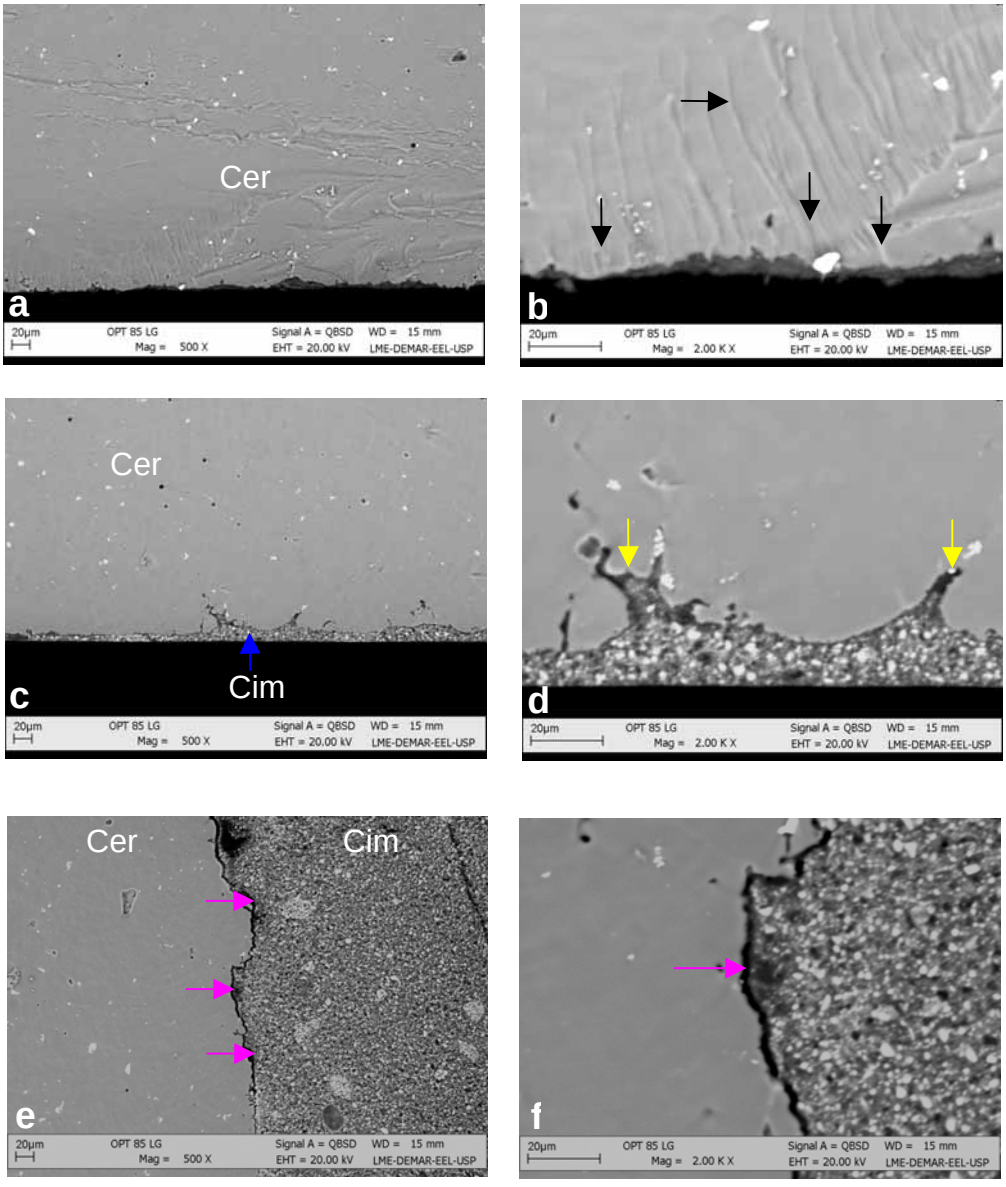


FIGURA 15- Imagens da superfície de fratura cerâmica do G1 (sem tratamento), As setas indicam a possível origem da falha catastrófica: a)padrão (x500); b) padrão (x2000).

Nas Figuras 16a à 16h, podem ser observadas uma seqüência de imagens obtidas com o MEV (500X e 2000X, respectivamente) das superfícies de fratura após os tratamentos nos diferentes grupos. A avaliação das imagens **a** e **b** (G2) mostrou a formação de sulcos (setas pretas). Estes seriam a representação de um corte longitudinal de três tipos de alterações morfológicas: poros, sulcos ou fendas e deposição de precipitados resultantes do condicionamento das superfícies cerâmicas (Cer) pelo ácido fluorídrico. Nas imagens **c** e **d** (G3) foi possível verificar a presença da película de cimentação (Cim) (seta azul) e do preenchimento, pelo cimento resinoso, dos defeitos criados pelo condicionamento ácido (setas amarelas), respectivamente. As imagens **e** & **f** (G4) apresentaram uma fenda entre o cimento e cerâmica (setas rosa), demonstrando que o cimento não preencheu por completo os poros criados pelo condicionamento ácido e posterior neutralização dos precipitados. Nas imagens **g** e **h** (G5) a película de cimentação foi mensurada (88µm) e está em contato com a superfície cerâmica (setas laranja), sugerindo um preenchimento dos poros, fenda e sulcos criados pelo condicionamento ácido e limpeza sônica dos precipitados. Já nas

imagens **i** e **j** (G6) foi possível verificar o cimento resinoso em íntimo contato com a superfície cerâmica, preenchendo as retenções criadas pelo condicionamento ácido, neutralização dos precipitados e posterior limpeza sônica (setas azuis).



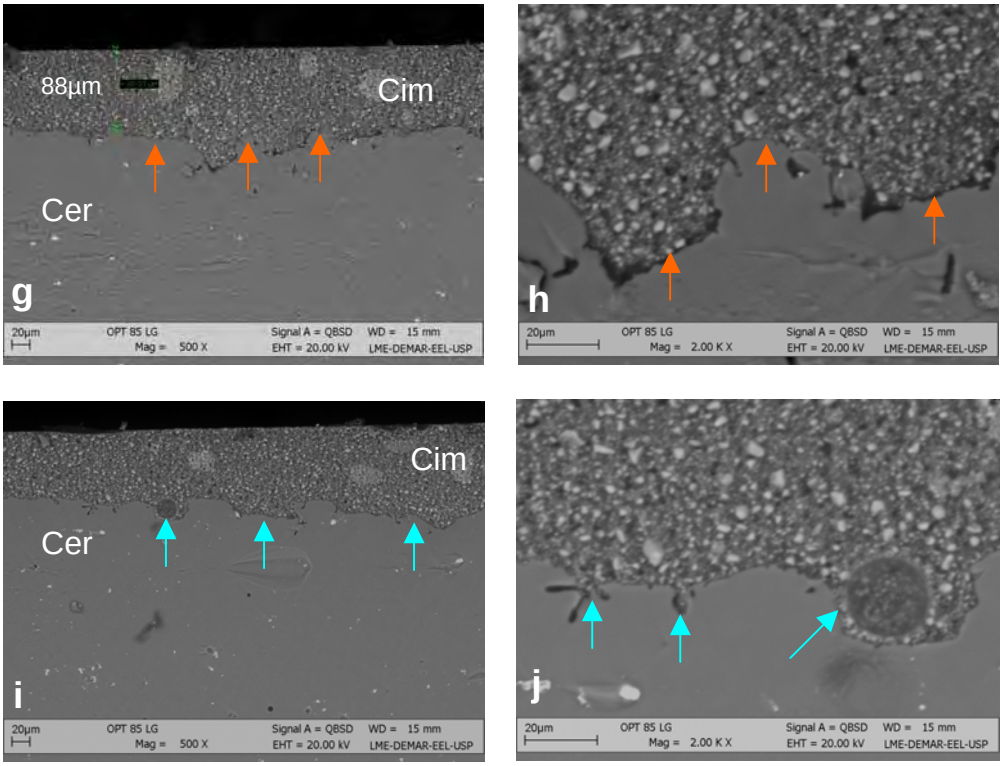


FIGURA 16- Imagens das superfícies de fratura nos diferentes tratamentos realizados: a) G2 (x500); b) G2 (x2000); c) G3 (x500); d) G3 (x2000); e) G4 (x500); f) G4 (x2000); g) G5 (x500); h) G5 (x2000); i) G6 (x500); j) G6 (x2000).

5.4 Análise química e mapeamento de superfície via MEV e EDS

A análise química utilizando EDS permitiu a identificação dos elementos químicos presentes na superfície de fratura dos corpos-de-prova .

Observando-se a Figura 17 (G1), nota-se a presença de elementos como o Si, Al, Na, K e O que caracterizam a microestrutura de uma cerâmica vítrea que é baseada em uma rede de sílica (SiO_2) e feldspato de potássio ($K_2O.Al_2O_3.6SiO_2$) ou de sódio ($Na_2O.Al_2O_3.6SiO_2$) ou ambos.

Na Figura 18, referente ao espectro da amostra do G2(AF), notou-se a ausência do elemento químico flúor que é característico do

precipitado ácido (produtos da reação do fluorsilicato de Na, K, Ca e Al). Isso pode estar relacionado com a alta volatilidade deste elemento.

Na Figura 19, referente ao espectro do cimento da amostra do G3(AF + Cimentação), nota-se a presença do elemento zircônio que é característico da microestrutura do cimento resinoso utilizado. Quando se analisa as Figuras 20 (G4), 21 (G5) e 22 (G6) referente aos espectros das superfícies de fratura das amostras neutralizadas por solução supersaturada de bicarbonato de sódio e/ou limpas com água deionizada, nota-se espectros muito semelhantes.

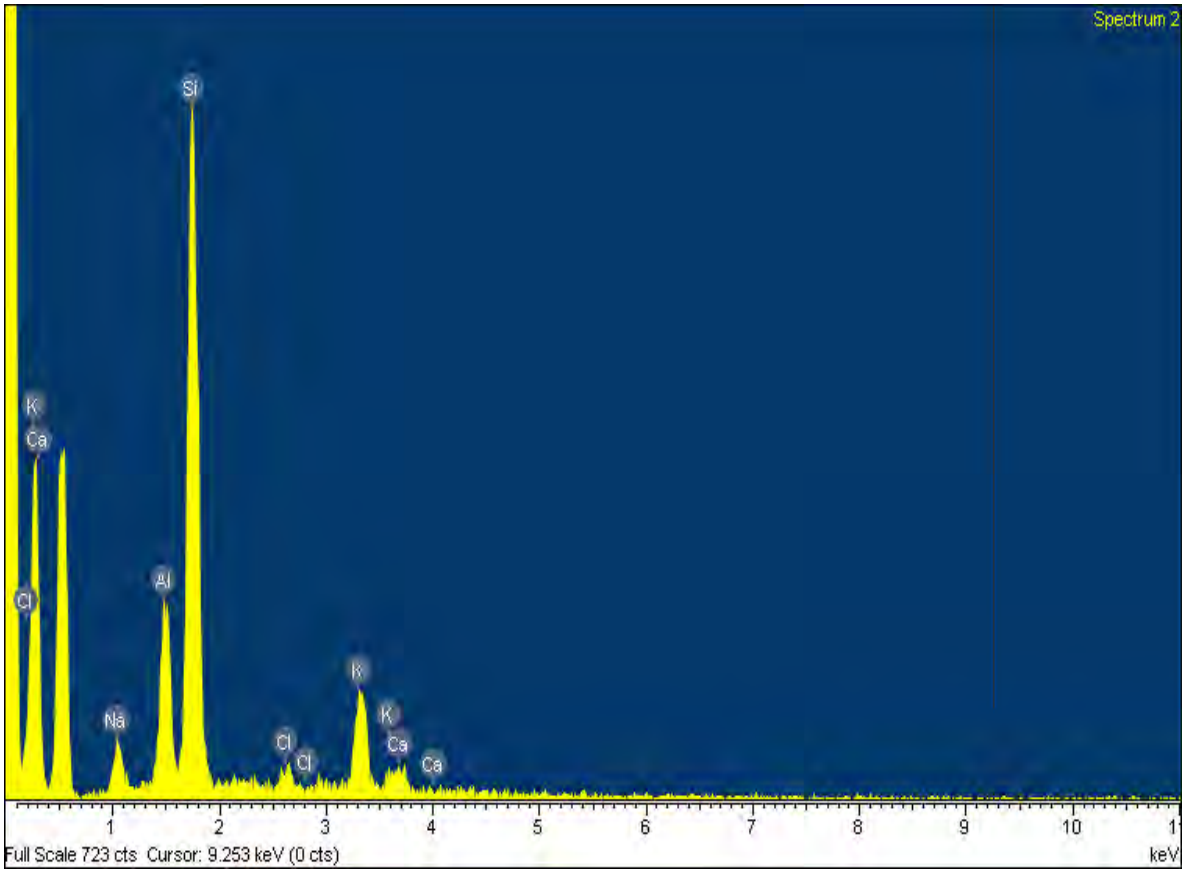


FIGURA 17- Espectro de raios-X da superfície de fratura do G1(sem tratamento).

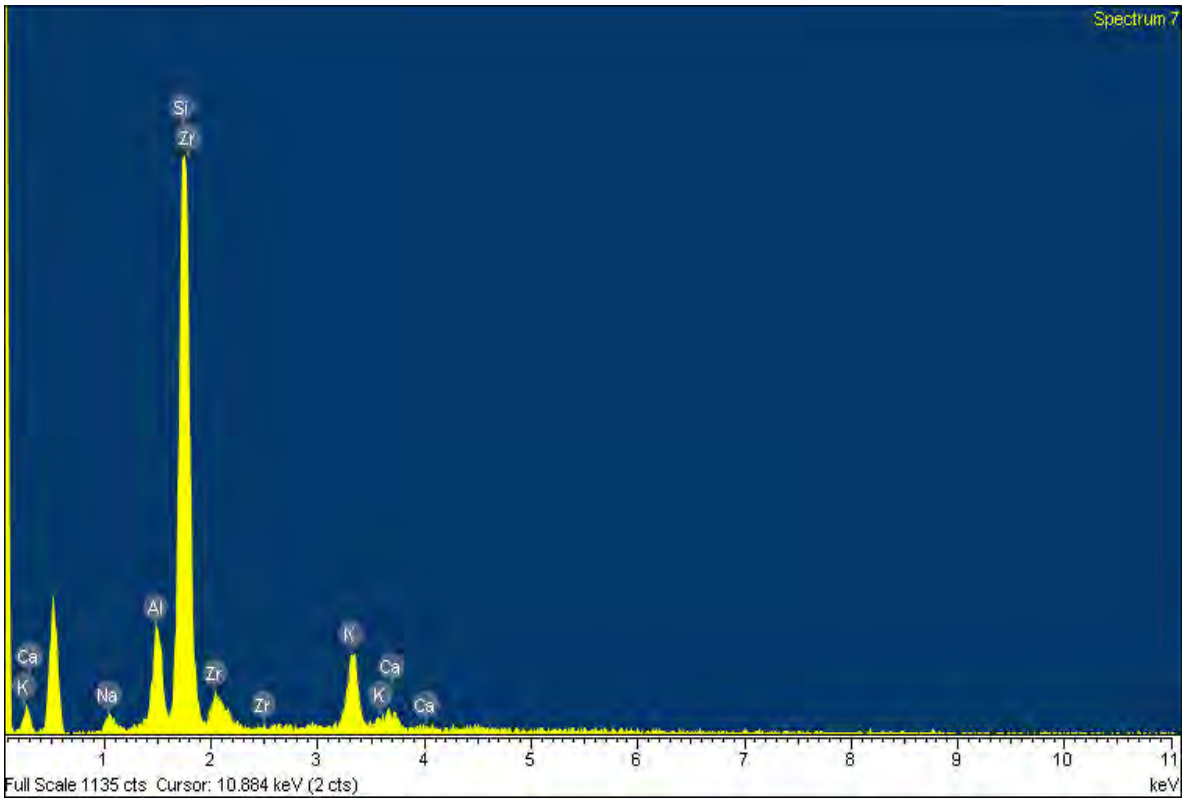


FIGURA 18- Espectro de raios-X da superfície de fratura do G2 (AF). Não foi possível identificar o íon flúor.

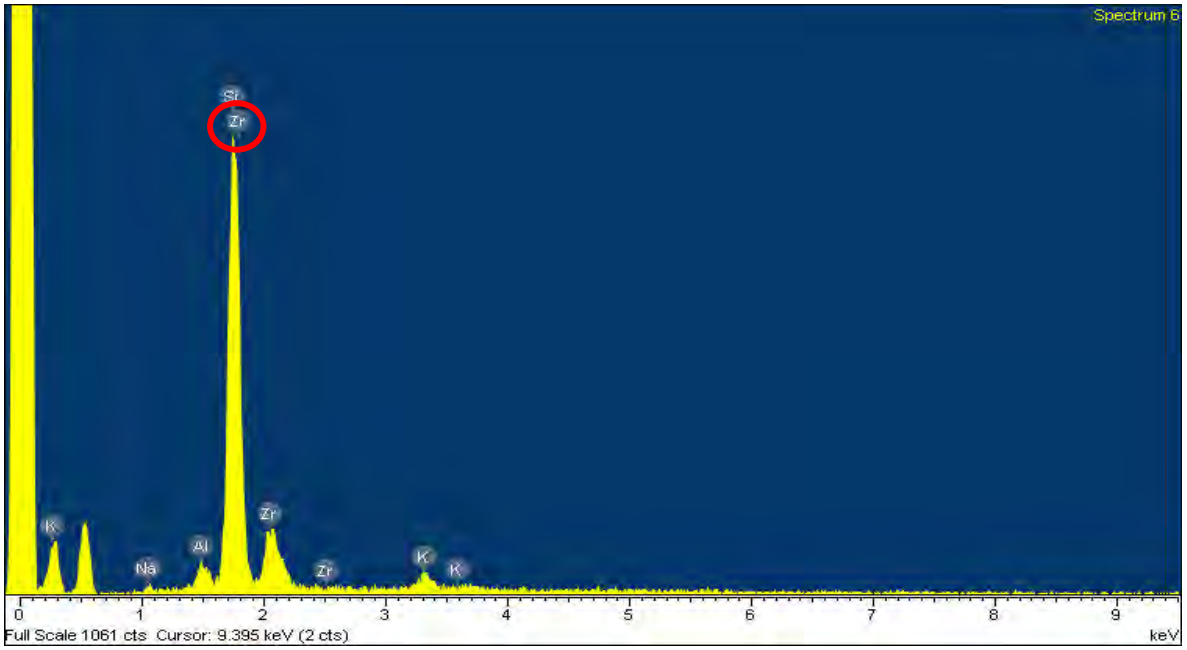


FIGURA 19- Espectro de raios-X da superfície de fratura do G3 (AF e cimento). Nota-se a presença do elemento zircônio que é característico da microestrutura do cimento resinoso.

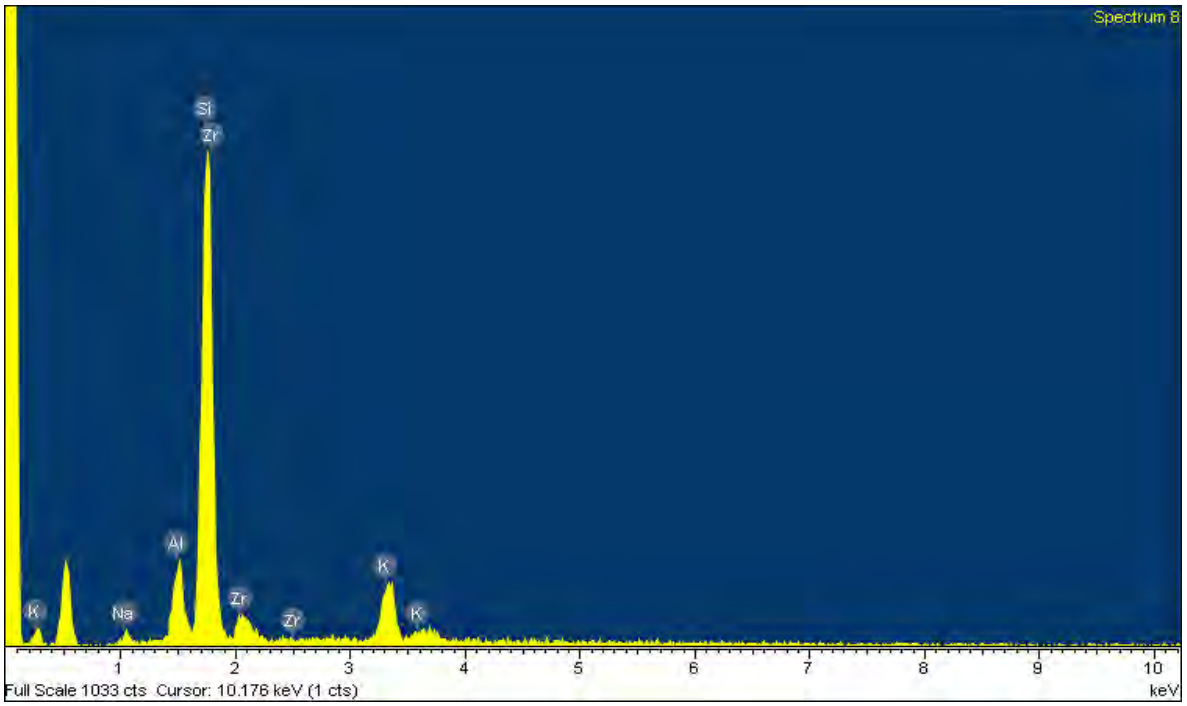


FIGURA 20- Espectro de raios-X da superfície de fratura do G4 (AF, neutralização e cimento).

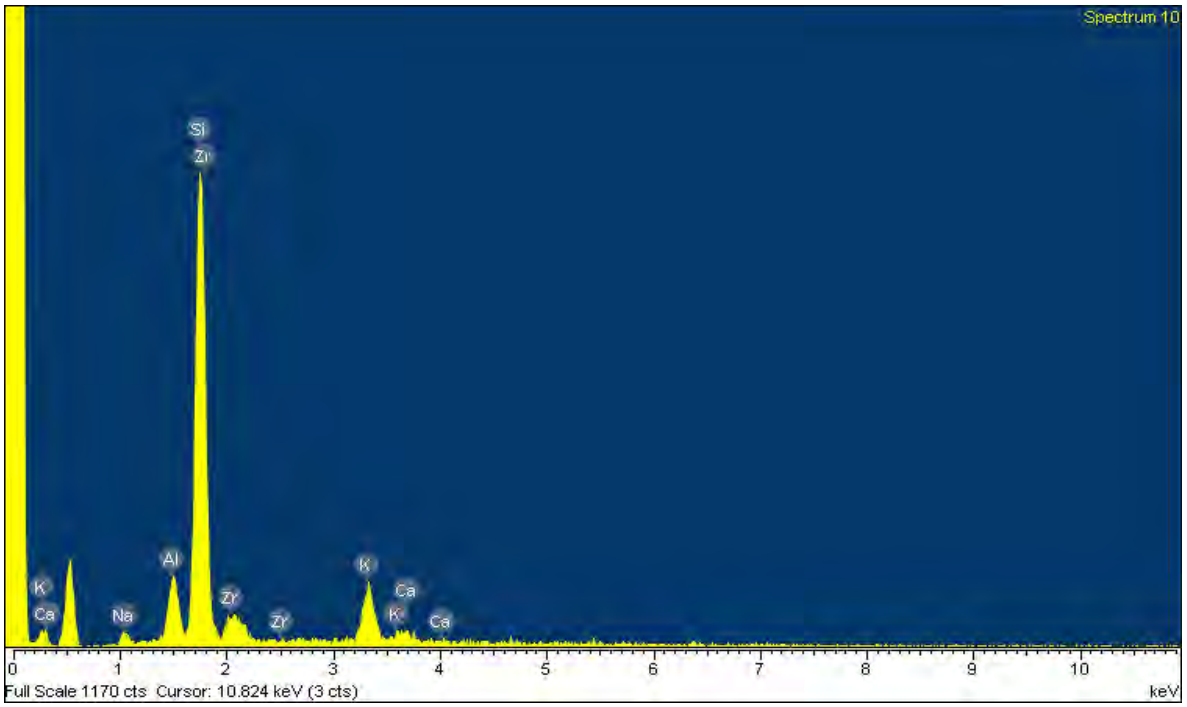


FIGURA 21- Espectro de raios-X da superfície de fratura do G5 (AF, ultra-som e cimento).

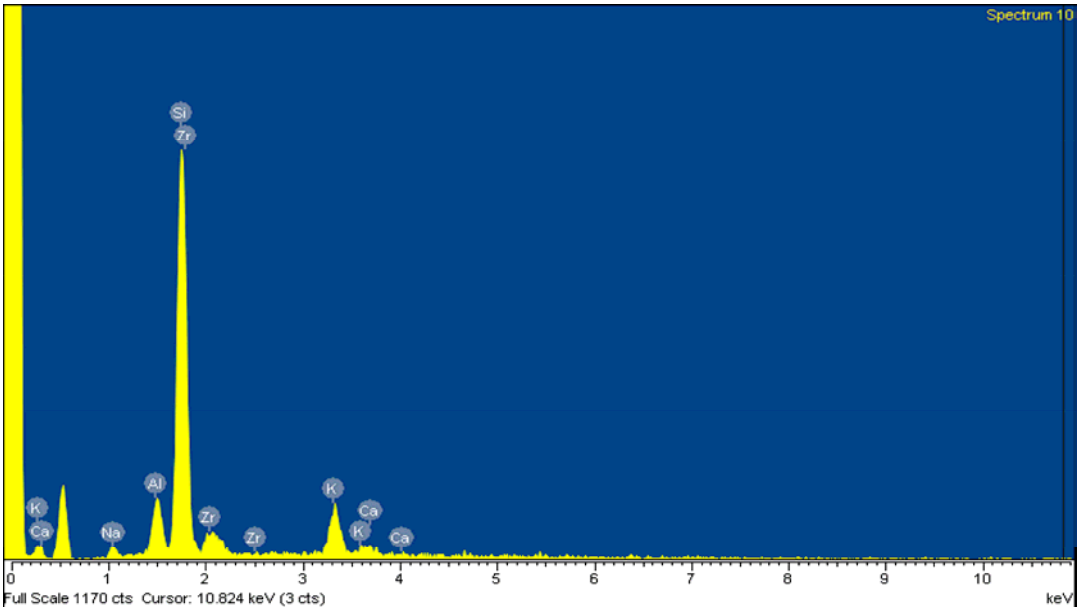


FIGURA 22- Espectro de raios-X da superfície de fratura do G6 (AF, neutralização, ultra-som e cimento).

6 DISCUSSÃO

6.1 Dos resultados do ensaio de resistência à flexão

O sucesso e a longevidade das restaurações cerâmicas indiretas estão intimamente relacionados com o tratamento superficial submetido pré-cimentação e a cimentação propriamente dita (Stewart et al.[41], 2002).

Della Bona e Anusavice[13] em 2002 avaliaram a hipótese que o padrão da superfície estrutural muda de acordo com o tipo de tratamento recebido, microestrutura e composição da cerâmica. Os autores concluíram que diferenças na microestrutura e composição da porcelana são fatores controladores na retenção micromecânica após procedimentos de condicionamento ácido e que o ácido fluorídrico promove o mais proeminente padrão de condicionamento nas cerâmicas ácido sensíveis, devendo ser utilizado dentro do protocolo de cimentação.

O tipo de tratamento de superfície mais utilizado para cerâmicas feldspáticas é o condicionamento com ácido fluorídrico seguido da silanização (Phoenix e Shen[29], 1995; Jardel et al.[18], 1999; Canay et al.[8], 2001; Della Bona et al.[14], 2002; Saraçoglu et al.[36], 2004).

Outro fator a ser considerado nas restaurações cerâmicas é sua incapacidade em sofrer deformações, tornando-a friável. Em relação a esta propriedade, essas restaurações apresentam alta susceptibilidade à fratura (Burke e Watts[7], 1994). A cerâmica VM7 (Vita) é um tipo de cerâmica feldspática indicada para confecção de restaurações indiretas e para cobertura de infra-estrutura do sistema In-ceram.

A literatura apresenta alguns estudos como os de Yen et al.[46], 1993; Pinto[30], 2006, que abordam o efeito do condicionamento com ácido fluorídrico e do pH do ambiente sobre a resistência a flexão de cerâmicas odontológicas.

Yen et al.[46] (1993) estudaram os efeitos do condicionamento ácido sobre a resistência a flexão de restaurações cerâmicas. Verificaram que a superfície da cerâmica feldspática foi alterada pelo condicionamento com HF e que essas alterações não tiveram efeito deletério sobre a resistência a flexão. A análise por MEV da superfície da cerâmica feldspática ilustrou numerosos flocos com lacunas (vazios) e para a cerâmica Dicor, uma superfície com cristais na forma de prismas.

À medida que se aumenta o tempo de condicionamento ácido, os poros e os sulcos tornam-se mais evidentes e maiores (crateras), podendo prejudicar o processo de adesão entre os sistemas adesivos e as cerâmicas e enfraquecer a estrutura do material, segundo Tylca e Stewart[42], 1994; Chen et al.[9], 1998; Canay et al.[8], 2001; Della Bona e Anusavice[14], 2002; Della Bona et al.[16], 2000; Saraçoglu et al.[36], 2004; Leite[22], 2005. Deste modo, o primeiro objetivo desse estudo foi verificar o efeito do condicionamento ácido na superfície cerâmica sobre a resistência a flexão.

De acordo com o Tabela 3 e Figura 13 verificou-se que o condicionamento da superfície cerâmica com o ácido fluorídrico (grupo 2) foi estatisticamente significante (p= 0,0001) e que os valores médios da resistência a flexão (60,65MPa) são inferiores aos valores obtidos nos demais grupos, concordando com o estudo realizado por, Hussain et al.[17], 1979; Baez e Blackman[5], 1988 e Jones et al.[19], 1983. Fato esse que não corrobora com os resultados de Yen et al.[46] (1993), cujos valores médios das amostras condicionadas não diferiram de maneira significativa estatisticamente das amostras não condicionadas. Porém, esse trabalho usou uma cerâmica diferente da utilizada neste estudo. Segundo, Della Bona e Anusavice[13] (2002) a microestrutura e a composição da cerâmica são fatores controladores do desenvolvimento de microretenções mecânicas produzidas pelo condicionamento com ácido fluorídrico, podendo ser esse um motivo para não ter existido concordância nos

resultados. Além disso, o tamanho das barras (13mm x 8mm x 1mm) também foi diferente. Esses fatores influenciam na obtenção das médias, pois para calcular a resistência a a flexão (MPa), foi utilizada a seguinte fórmula: $3PL/2WT^2$, onde: P é a força registrada no momento da fratura; L, a distância entre os suportes; W, largura do espécime e T, espessura do espécime.

O fato de o condicionamento ácido ter diminuído a resistência a flexão pode ser explicado pela natureza química do processo de condicionamento. O ácido fluorídrico reage preferencialmente com a sílica presente na microestrutura da cerâmica formando hexafluorsilicatos. Como resultado dessa reação, a superfície da cerâmica torna-se porosa e irregular (Ozcan e Vallittu[26], 2003). Esses poros e fendas criados podem ser responsáveis pelo enfraquecimento da estrutura do material, pois nas extremidades dessas estruturas poderia haver concentração de tensões. Desta forma, o defeito tende a crescer lentamente até atingir o tamanho crítico para a fratura (sob uma determinada tensão), levando à falha de forma catastrófica (Ritter[31], 1995).

De acordo com a Tabela 3 e Figura 13 verificou-se que as condições onde ocorreu a cimentação (G3, G4, G5 e G6) apresentaram os maiores valores de resistência a flexão, porém não significante estatisticamente. Os maiores valores poderiam ser explicados pelo preenchimento dos poros e fendas, por meio do silano e cimento, criados pelo condicionamento ácido com o objetivo de promover um padrão superficial de retenção micromecânica (Stewart et al.[41], 2002). A película de cimentação não aumentou a resistência a flexão. Isto pode ser sugerido pela comparação dos grupos que receberam a cimentação com o grupo controle (G1), pois não houve diferença estatisticamente significante.

Dentro da necessidade de limitar o efeito do ácido fluorídrico sobre a superfície cerâmica para criar um padrão de

condicionamento regular, uniforme e minimizar o enfraquecimento da microestrutura cerâmica causado pela remoção seletiva, porém, em excesso, da matriz vítrea (Tylka e Stewart[42], 1994; Della Bona e Anusavice[13], 2002; Della Bona et al.[14], 2002), foi incorporado ao estudo o processo de neutralização com bicarbonato de sódio. Este é um sal que reage com o ácido fluorídrico e neutraliza seu efeito, limitando sua ação. A neutralização com solução supersaturada de bicarbonato de sódio após o condicionamento ácido é um procedimento pré-cimentação, sendo realizado pelo dobro do tempo do condicionamento ácido (40 segundos) (Magne e Cascione[24], 2006; Saavedra et al.[33,34,35], 2005, 2008).

De acordo com a Tabela 3 e Figura 13 verificou-se que o efeito da neutralização do ácido fluorídrico (grupos 4 e 6) com solução supersaturada de bicarbonato de sódio não foi estatisticamente significante, porém foram os menores valores numéricos entre os grupos que receberam o processo de cimentação. O fato do processo de neutralização (G4) ter diminuído numericamente a resistência a flexão pode ser explicado pela formação de precipitados pela reação ácido fluorídrico + sal ($NaHCO_3 + HF \rightleftharpoons NaF + <H_2CO_3>$) tendo como produto sal (fluoreto de sódio) e o instável ácido carbônico ($H_2O + CO_2$), além dos precipitados ácidos originários do condicionamento ácido. Segundo Canay et al.[8] (2001), estes ficam localizados na superfície cerâmica, obliterando e dificultando a penetração do agente de união pelos sulcos e poros.

A limpeza sônica com água deionizada em ultra-som dos precipitados do ácido fluorídrico da superfície cerâmica após o condicionamento ácido é um procedimento pré-cimentação e foi o outro fator analisado neste estudo. Segundo Peumans et al.[28], 1999; Canay et al.[8], 2001; Leite[30], 2005; Saavedra et al.[33,34 e 35], 2008, esses precipitados ácidos são sais de fluorsilicato insolúveis que ficam localizados na entrada dos poros obliterando-os, podendo dificultar a penetração do silano e agente de cimentação, o que poderia levar a falhas clínicas.

De acordo com a Tabelas 3, Figura13 verificou-se que o efeito da limpeza sônica com água deionizada do precipitado ácido (grupo 5 e 6) não foi estatisticamente significante, porém os valores médios de resistência a flexão com a limpeza em ultra-som do precipitado ácido (grupo 5) (85,18MPa) são superiores aos valores obtidos nos outros grupos. Isso pode ter ocorrido devido ao fato da limpeza sônica, segundo Peumans et al.[27], 1999; Canay et al.[10], 2001; Magne et al.[23], 1999 e Leite[22], 2005; Saavedra et al[34]. 2008, favorecer a remoção do precipitado ácido na superfície cerâmica, facilitando assim a penetração do agente de união pelos poros.

Quando se associou ao processo de neutralização a limpeza sônica (grupo 6), os resultados também não foram estatisticamente significantes.

Um fato relevante foi o resultado obtido no grupo 3 (85,10MPa), que recebeu o condicionamento ácido e também o processo de cimentação. Os valores não foram estatisticamente significantes em relação aos grupos que receberam o processo de cimentação (G4, G5 e G6), porém, apresentou valores numericamente superiores a maioria dos grupos. Isto pode estar relacionado à ação do agente de silanização e também ao cimento utilizado.

O uso do silano tem elevada importância para a técnica de cimentação adesiva segundo, Della Bona et al.[16], 2000 e Jardel et al.[18], 1999, uma vez que o mesmo é considerado uma molécula organo-funcional que promove a adesão química entre o substrato inorgânico, que neste estudo está representado pelo silício contido na matriz vítrea da cerâmica feldspática (Vita VM7) e os polímeros orgânicos como o HEMA que é encontrado no cimento resinoso Rely X. Segundo, Canay et al.[8], 2001, a aplicação do silano sobre a superfície cerâmica condicionada pelo ácido fluorídrico, pode causar uma dissociação dos sais de fluorsilicato. Isso é realizado pela hidrólise e absorção do silano na superfície cerâmica condicionada. Outro fator importante é a capacidade do silano em

promover um melhor umedecimento de superfície, levando ao maior contato e infiltração do agente de união nas porosidades da superfície cerâmicas pelo condicionamento com ácido fluorídrico (Söderholm e Reetz [39], 1996).

6.2 Da análise topográfica por MEV

Segundo Della Bona e Anusavice[13] em 2002 o uso de análise microscópica é importante para o estudo e caracterização de materiais, sendo por isso realizada nesta pesquisa.

Primeiramente foi realizada a análise das superfícies de fratura das amostras cerâmicas, antes de receber o condicionamento pelo ácido fluorídrico (G1), para realizar a comparação com as superfícies de fratura das figuras do MEV obtidas após o condicionamento ácido (G2), condicionamento + cimentação (G3), neutralização + cimentação (G4), limpeza sônica + cimentação (G5) e após a associação dos dois processos anteriores + cimentação (G6). Ao se analisar as Figuras 14a e 14b, pôde-se notar um padrão de falhas característica do ensaio mecânico de flexão; a presença da falha semicircular, caracterizando a região onde se concentra as forças de compressão e também as forças de tração.

O tratamento da superfície com ácido fluorídrico (grupo 2) (Figuras 16a e 16b) produziu um padrão de condicionamento esperado, com a presença de porosidades, sulcos, fendas e precipitados (corte longitudinal), o que corrobora com Tylca e Stewart[42], 1994; Della Bona et al.[16] , 2000; Canay et al.[8], 2001; Della Bona e Anusavice[13], 2002; Della Bona et al.[14], 2002, resultantes da dissolução seletiva da matriz vítrea o que vai favorecer a penetração do agente de união.

Observando as imagens do MEV no grupo 3, onde foi realizado o condicionamento ácido + cimentação (Figuras 16c e 16d), foi

possível verificar a presença da película de cimentação (Cim) (seta azul) e do preenchimento, pelo cimento resinoso, dos defeitos criados pelo condicionamento ácido (setas amarelas). Nas Figuras 16e e 16f (grupo 4), foi possível verificar a presença de um gap entre o cimento e cerâmica (setas rosas), demonstrando que o cimento possivelmente não preencheu por completo os poros criados pelo condicionamento ácido e posterior neutralização dos precipitados. Isto provavelmente seria uma conseqüência de uma maior quantidade de precipitados obliterando os poros, sulcos e fendas, o que dificultaria a penetração do agente de união, sendo uma possível causa para a diminuição (não significante) da resistência a flexão. Após a limpeza sônica com água deionizada das amostras cerâmicas (grupo 5), verificou-se pela observação das Figuras 16g e 16h que a película de cimentação foi mensurada (88µm) e está em contato com a superfície cerâmica (setas laranja), sugerindo um preenchimento dos poros, fenda e sulcos criados pelo condicionamento ácido e limpeza sônica dos precipitados. Ao se analisar as Figuras 16i e 16j, onde foi associado ao processo de neutralização a limpeza sônica (grupo 6), visualizou-se o cimento resinoso em íntimo contato com a superfície cerâmica, preenchendo as retenções criadas pelo condicionamento ácido, neutralização dos precipitados e posterior limpeza sônica (setas azuis). Apesar dos valores numéricos do G6 não apresentarem diferença estatisticamente significante em relação aos outros grupos que receberam tratamentos superficiais e o processo de cimentação, acreditamos que mais estudos devem ser realizados para verificar, por exemplo, o fator longevidade, pois segundo Saavedra[34] et al. 2008, a associação da neutralização com a limpeza sônica promoveu um padrão de condicionamento regular e uniforme (poros e fendas) na superfície cerâmica, o que favoreceu o estabelecimento de um melhor intertravamento mecânico entre o sistema adesivo e a cerâmica, e a obtenção dos melhores valores médios de resistência adesiva.

6.3 Da análise química e mapeamento de superfície via MEV e EDS

A análise química via MEV e EDS foi realizada em uma superfície de fratura de cada grupo do estudo. Com relação ao espectro (Figura 17) referente a essa amostra, observou-se a presença das linhas espectrais dos elementos químicos presentes na microestrutura de uma cerâmica vítrea que é baseada em uma rede de sílica (SiO_2) e feldspato de potássio ($K_2O.Al_2O_3.6SiO_2$) ou de sódio ($Na_2O.Al_2O_3.6SiO_2$).

A análise dos espectros de raios-X das amostras cerâmicas do grupo 2 (Figura 18) evidenciou a presença dos elementos químicos do precipitado ácido (Na, K, Ca e Al) que são produtos da reação do fluorsilicato de Na, K, Ca e Al. Não foi possível detectar as linhas características de raios-X do íon Flúor pois ele é um elemento químico muito leve o que faz com que suas linhas espectrais sejam pouco intensas. Quando se analisou os espectros de raios-X referentes às amostras cerâmicas que foram cimentadas, neutralizadas e/ou limpas com água deionizada em ultra-som (grupos 3, 4, 5 e 6) (Figuras 19, 20, 21 e 22, respectivamente), observou-se presença do elemento zircônio que é característico da microestrutura do cimento resinoso utilizado, além de espectros muito semelhantes.

De acordo com os resultados obtidos neste estudo, os tratamentos superficiais associados à cimentação não influenciaram a resistência a flexão. Contudo, os procedimentos pré-cimentação mostram-se necessários para obtenção trabalhos restauradores mais qualificados, o que não descarta a necessidade da realização de mais estudos para avaliar a longevidade dessas restaurações.

7 CONCLUSÕES

Dentro do que foi proposto no presente trabalho e com base nos resultados, pode-se concluir que:

a) o condicionamento ácido (G2) diminuiu a resistência à flexão da cerâmica feldspática;

b) a cimentação aumentou os valores de resistência à flexão da cerâmica feldspática, porém de maneira não significativa estatisticamente;

c) o processo de neutralização dos precipitados do ácido fluorídrico não diminuiu os valores de resistência à flexão da cerâmica feldspática, estatisticamente;

d) a limpeza sônica (ultra-som) com água deionizada dos precipitados do ácido fluorídrico, sem neutralização, formados sobre a superfície cerâmica após o condicionamento ácido, aumentou os valores de resistência à flexão da cerâmica feldspática, mas de maneira não significativa estatisticamente;

e) a associação entre o processo de neutralização dos precipitados do ácido fluorídrico e a limpeza sônica não melhorou a resistência à flexão da cerâmica feldspática.

8 REFERÊNCIAS*

1 Addison O, Fleming GJ. The influence of cement lute, thermocycling and surface preparation on the strength of a porcelain laminate veneering material. Dent Mater. 2004 Mar;20(3):286-92.

2 Addison O, Marquis PM, Fleming GJ. The impact of hydrofluoric acid surface treatments on the performance of a porcelain laminate restorative material. Dent Mater. 2007 Apr;23(4):461-8.

3 Aida M, Hayakawa T, Mizukawa K. Adhesion of composite to porcelain with various surface conditions. J Prosthet Dent. 1995 May;73(5):464-70.

4 Anusavice KJ, Lee RB. Effect of firing temperature and water exposure on crack propagation in unglazed porcelain. J Dent Res. 1989 Jun;68(6):1075-81.

5 Baez R, Blackman R. Glazing inside surface of castable ceramic crown segments to improve strength. J Dent Res. 1988 Jun; 378.

6 Boscato N, Della-Bona A, Cury ADB. Caracterização de uma cerâmica vítrea bifásica. Pesq Odontol Bras. 2004;18(1): p.186.

* Baseado em:
International Committee of Medical Journal Editors Uniform Requirements for Manuscripts Submitted to Biomedical Journals: U.S. National Library of Medicine, 2007.

7 Burke FJ, Watts DC. Fracture resistance of teeth restored with dentin-bonded crowns. Quintessence Int. 1994 May;25(5):335-40.

8 Canay S, Hersek N, Ertan A. Effect of different acid treatments on a porcelain surface. J Oral Rehabil. 2001 Jan;28(1):95-101.

9 Chen JH, Matsumura H, Atsuta M. Effect of different etching periods on the bond strength of a composite resin to a machinable porcelain. J Dent. 1998 Jan;26(1):53-8.

10 Chen JH, Matsumura H, Atsuta M. Effect of etchant, etching period, and silane priming on bond strength to porcelain of composite resin. Oper Dent. 1998 Sep-Oct;23(5):250-7.

11 Correr Sobrinho L. et al. Materiais cerâmicos. In: ____. Odontologia estética: o estado da arte. São Paulo: Artes Médicas; 2004. Cap.6, p.156-80.

12 DeGOES M. Cimentos resinosos. In: Baratieri LN, Chain M. Restaurações estéticas com resina composta em dentes posteriores. São Paulo: Artes Médicas; 1998, Cap. 12, p.169-76.

13 Della Bona A, Anusavice KJ. Microstructure, composition, and etching topography of dental ceramics. Int J Prosthodont. 2002 Mar-Apr;15(2):159-67.

14 Della Bona A, Anusavice KJ, Hood JA. Effect of ceramic surface treatment on tensile bond strength to a resin cement. Int J Prosthodont. 2002 May-Jun;15(3):248-53.

15 Della Bona A, Anusavice KJ, DeHoff PH. Weibull analysis and flexural strength of hot-pressed core and veneered ceramic structures. Dent Mater. 2003 Nov;19(7):662-9.

16 Della Bona A, Anusavice KJ, Shen C. Microtensile strength of composite bonded to hot-pressed ceramics. J Adhes Dent. 2000 Winter; 2(4):305-13.

17 Hussain MA, Bradford EW, Charlton G. Effect of etching on the strength of aluminous porcelain jacket crowns. Br Dent J 1979;147:89-90.

18 Jardel V, Degrange M, Picard B, Derrien G. Correlation of topography to bond strength of etched ceramic. Int J Prosthodont. 1999 Jan-Feb;12(1):59-64.

19 Jones DW. The strength and strengthening mechanisms of dental ceramics. In: McLean JW, ed. Dental ceramics. Proceedings of the First Internacional Symposium on Ceramics. Chicago: Quintessence Pub; 1983;83-136.

20 Kamada K, Yoshida K, Atsuta M. Effect of ceramic surface treatments on the bond of four resin luting agents to a ceramic material. J Prosthet Dent. 1998 May;79(5):508-13.

21 Lacy AM, LaLuz J, Watanabe LG, Dellinges M. Effect of porcelain surface treatment on the bond to composite. J Prosthet Dent. 1988 Sep;60(3):288-91.

22 Leite, FPP. Efeito do tempo do condicionamento e da limpeza em ultrassom do precipitado do ácido fluorídrico sobre a resistência de união entre uma cerâmica e um cimento resinoso. [Tese]
São José dos Campos: Faculdade de Odontologia de São José dos Campos: Universidade Estadual Paulista – UNESP; 2005.

23 Magne P, Kwon KR, Belser C, Hodges JS, Douglas WH. Crack propensity of porcelain laminate veneers: A simulated operatory evaluation. J Prosthet Dent 1999 March;81:327-34.

24 Magne P, Cascione D. Influence of post-etching cleaning and connecting porcelain on the microtensile bond strength of composite resin to feldspathic porcelain. J Prosthet Dent. 2006 Nov;96(5):354-61.

25 Myers ML, Ergle JW, Fairhurst CW, Ringle RD. Fatigue failure parameters of IPS-Empress porcelain. Int J Prosthodont. 1994 Nov-Dec;7(6):549-53.

26 Ozcan M, Vallittu PK. Effect of surface conditioning methods on the bond strength of luting cement to ceramics. Dent Mater. 2003 Dec;19(8):725-31.

27 Peumans M, Van Meerbeek B, Yoshida Y, Lambrechts P, Vanherle G. Porcelain veneers bonded to tooth structure: an ultra-morphological FE-SEM examination of the adhesive interface. Dent Mater. 1999 Mar;15(2):105-19.

28 Peumans M, De Munck J, Fieuws S, Lambrechts P, Vanherle G, Van Meerbeek B. A prospective ten-year clinical trial of porcelain veneers. J Adhes Dent. 2004 Spring;6(1):65-76.

29 Phoenix RD, Shen C. Characterization of treated porcelain surfaces via dynamic contact angle analysis. Int J Prosthodont. 1995 Mar-Apr; 8(2):187-94.

30 Pinto MM. Influência do pH de armazenamento no crescimento subcrítico de trincas de porcelanas odontológicas com diferentes microestruturas. 2006. [Dissertação]
São Paulo: Faculdade de Odontologia: Universidade de São Paulo – USP; 2006.

31 Ritter JE. Predicting lifetimes of materials and material structures. Dent Mater. 1995 Mar;11(2):142-6.

32 Rosa V, Della Bona Á, Penzetta C. Tenacidade de fratura e dureza de uma nova cerâmica de uso odontológico. Pesq Odontol Bras, 2004:18(1):37.

33 Saavedra GSFA, Kimpara ET, Vasquez,VZC, Landim KT, Alonso AA, Goia TS, Leite FPP, Bottino MA. Influência da neutralização do precipitado do ácido fluorídrico na resistência de união entre um cimento resinoso e uma cerâmica vítrea. Pesq Odontol Brás**.** 2005;19(1):146.

34 Saavedra GSFA, Tango RN, Paes-Junior TJA, Avelar RP, Kimpara ET. Effect of surface treatment on resin cement/feldspar ceramic bond strength. Dent Mater. 2008.(submitted)

35 Saavedra GSFA, Ariki EK, Federico CD, Galhano GA, Baldissara P, Bottino MA, Valandro LF. Mechanical cycling of pre-molars restored

with resin-bonded glass-ceramic inlay restorations: effect of the acid neutralization and mechanical cycling on microtensile bond strength. Oper Dent. 2008. (*forthcoming*)

36 Saraçoğlu A, Cura C, Cötert HS. Effect of various surface treatment methods on the bond strength of the heat-pressed ceramic samples. J Oral Rehabil. 2004 Aug;31(8):790-7.

37 Scherrer SS, Denry IL, Wiskott HWA. Comparison of three fracture toughness testing techniques using a dental glass and a dental ceramic. Dent Mater. 1998 July;14:246–255.

38 Shimada Y, Yamaguchi S, Tagami J. Micro-shear bond strength of dual-cured resin cement to glass ceramics. Dent Mater. 2002 Jul;18(5):380-8.

39 Söderholm KJ, Reetz EA. Factors affecting reliability of a resin-based cement joint. Gen Dent. 1996 Jul-Aug;44(4):296-8, 300, 302.

40 Stangel I, Nathanson D, Hsu CS. Shear strength of the composite bond to etched porcelain. J Dent Res 1987**;** 66(7):1460-5.

41 Stewart G, Jain P, Hodges J. Shear bond strength of resin cements to both ceramic and dentin. J Prosthet Dent 2002; 88(3):277-84.

42 Tylca DF, Stewart GP. Comparison of acidulated phosphate fluoride gel and hydroflenoric acid etchants for porcelain composite repair. J Prosthet Dent 1994 Aug;72(2)121-7.

43 Valandro LF, Della Bona A, Antonio Bottino M, Neisser MP. The effect of ceramic surface treatment on bonding to densely sintered

alumina ceramic. J Prosthet Dent. 2005 Mar;93(3):253-9.

44 van Dijken JW, Ormin A, Olofsson AL. Clinical performance of pressed ceramic inlays luted with resin-modified glass ionomer and autopolymerizing resin composite cements. J Prosthet Dent. 1999 Nov;82(5):529-35.

45 Wolf DM, Powers JM, O'Keefe KL. Bond strength of composite to etched and sandblasted porcelain. Am J Dent. 1993 Jun;6(3):155-8.

46 Yen TW, Blackman RB, Baez RJ. Effect of acid etching on the flexural strength of a feldspathic porcelain and a castable glass ceramic. J Prosthet Dent 1993; 70:224-33.

SAAVEDRA, G S F A. **Effect of neutralization, ultrasonic cleaning of hydrofluoric acid precipitates and cementation on flexural strength between a feldspathic porcelain and a resin cement** [doctorate thesis]. São José dos Campos: School of Dentistry of São José dos Campos, UNESP – São Paulo State University; 2008.

ABSTRACT

The purpose of this study was to evaluate five hypotheses: a) hydrofluoric acid etching decreases the flexural strength of a feldspathic porcelain; b) cementation increases the flexural strength of a feldspathic porcelain; c) the neutralization process of hydrofluoric acid precipitates decreases the flexural strength of a feldspathic porcelain; d) hydrofluoric acid precipitates cleaning with ultrasonic bath in deionized water, formed on the ceramic surface after acid etching, increases flexural strength values of a feldspathic porcelain; e) the association between the neutralization process of the hydrofluoric acid precipitated and ultrasonic sonic cleaning improves the flexural strength of a feldspathic porcelain.
Sixty ceramic bars (20x4x1.2mm) (VM7 VITA Zahnfabrik) were made and each one (1 surface) (except G1) was etched (20s) with HF10% (Dentsply), followed by water spray (60s) and drying. The specimens were randomly divided into 6 groups (n=10): G1 - Control (no treatment); G2 – hydrofluoric acid; G3 – silane(Porcelain Primer,BISCO) was applied on porcelain surface followed adhesive cementation (Rely X ARC/3M); G4 – the bars were immersed on a oversaturated sodium bicarbonate solution (40s), washed by water spray (5s) and drying before silane application and cementation; G5 – ultrasonic cleaning (4min), silane and cementation; G6 – association between neutralization and ultrasonic cleaning, followed by silanization and cementation. After storage (distillated water/ 7 days at 37ºC), each set (ceramic/cement) was carry to test device, which was mounted in universal test machine (EMIC) with a load cell of 10 Kgf, crosshead speed of 1,0mm/min, and submitted to the three-point bending mechanical test (immersed on water at 37 ºC). The flexural strength values and standard deviation (MPa) of the groups were: G1: 73,79±5,83^{a}; G2: 60,65±10,07^{b}; G3: 85,10±12,40^{a}; G4: 80,91± 14,01^{a}; G5: 85,18±10,03^{a}; G6: 83,86±10,37^{a}. It was verified that the surface treatment factor was statistically significant different, being the G2 statistically different among all study groups (p=0.0001) (one-way ANOVA and Tukey test, p<0.05). It was conclude that: a) the acid etching decreased the flexural strength of a feldspathic porcelain; b) the cement increased flexural strength values, however they were not significant; c) the neutralization process did not decrease the flexural strength of a feldspathic porcelain; d) the ultrasonic cleaning of hydrofluoric acid precipitates increased the flexural strength values, but they were not significant; e) the association between the neutralization process and ultrasonic cleaning did not improve the flexural strength of a feldspathic porcelain.

Key words: acid etching, hydrofluoric acid; neutralization; ultrasonic cleaning; flexural strength; dental porcelain.