

REGINA AMARAL

**ADESÃO DE UM CIMENTO RESINOSO A UMA CERÂMICA
FELDSPÁTICA: avaliação da resistência adesiva, ângulo de contato e
ph, em função de diferentes técnicas de condicionamento.**

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

REGINA AMARAL

**ADESÃO DE UM CIMENTO RESINOSO A UMA CERÂMICA
FELDSPÁTICA: avaliação da resistência adesiva, ângulo de contato e
ph, em função de diferentes técnicas de condicionamento.**

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

Orientador: Prof. Adj. Luiz Felipe Valandro

São José dos Campos

2008

Apresentação gráfica e normalização de acordo com:
Bellini AB. Manual para elaboração de monografias: estrutura do trabalho científico. São José dos Campos: FOSJC/UNESP; 2006.

A13a Amaral, Regina.

Avaliação da resistência adesiva entre uma cerâmica feldspática e um cimento resinoso submetida a diferentes tipos e técnicas de condicionamento / Regina Amaral. __ São José dos Campos : [s.n.]; 2008

86.f. : il.

Dissertação (Mestrado em Odontologia Restauradora) – Faculdade de Odontologia de São Jose dos Campos, Universidade Estadual Paulista, 2008.

Orientador: Prof. Dr Luiz Felipe Valandro

1. Adesão. 2. Ácido fluorídrico. 3. Cerâmica I. Valandro, Luiz Felipe. 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, 17 de Outubro de 2008 .

Assinatura :

E-mail: reginamaral82@yahoo.com.br

FOLHA DE APROVAÇÃO

Amaral, R. Avaliação da resistência adesiva entre uma cerâmica feldspática e um cimento resinoso submetida a diferentes tipos e técnicas de condicionamento. [Dissertação]. São José dos Campos: Faculdade de Odontologia de São José dos Campos, UNESP; 2008.

São José dos Campos, 27 de Junho de 2008

Banca examinadora

1. Prof. Dr. Luiz Felipe Valandro

Faculdade de Odontologia

Universidade Federal de Santa Maria

Julgamento: _____Assinatura

2. Prof.Dr. Marco Antonio Bottino

Faculdade de Odontologia de São José dos Campos

Universidade Estadual Paulista – UNESP

Titulação: Prof. Titular da disciplina de Prótese da UNESP

Julgamento: _____Assinatura

3. Prof.Dr. Roberto Ruggiero Braga

Faculdade de Odontologia de São Paulo - USP

Titulação: Prof da disciplina de Materiais Dentários da USP

Julgamento: _____Assinatura

DEDICATÓRIA

À minha querida mãe, Elizabeth Maria Amaral, meu exemplo de mulher e pessoa, a quem devo minhas conquistas meus diplomas, meus títulos e tudo o que irei ainda conquistar na minha carreira.

Aos meus irmãos, Luiz Fernando, Renata e Mariana Amaral dos Santos, vocês foram e serão meus melhores amigos, sempre.

Ao meu avô Ayrton Amaral, minhas saudades são do tamanho de minha gratidão. Seu trabalho foi e esta sendo cumprido. Espero estar fazendo por merecer.

AGRADECIMENTOS ESPECIAIS

À minha mãe, Elizabeth Maria Amaral, por todo seu esforço durante a minha vida e de meus irmãos e pela incansável vontade de nos ver vencendo na vida e em nossas carreiras. Vou te amar pra sempre e espero que continue do meu lado nas minhas decisões.

Ao meu irmão Luiz Fernando meu amigo, pelo cuidado de irmão que só uma pessoa como você pode dar. Obrigada pelos conselhos e companheirismo; a minha irmã, Renata Amaral, por ter a sua historia de vida como um exemplo de luta e pelo apoio sempre torcendo pelas minhas conquistas; por ultimo e não menos importante, Mariana Amaral, nosso orgulho como artista, profissional, nosso mascote a quem confiamos nossa fiel torcida. Por toda vida se mostrou madura e obstinada com seus sonhos. Essas três pessoas fizeram parte da formação do meu caráter e vão fazer sempre parte da minha vida como confidentes e melhore amigos. Orgulho-me de cada um de vocês.

Ao meu orientador, amigo, professor, parceiro, Luiz Felipe Valandro. Ter tido a sorte de ter você como meu “precep em 2003, me fez aprender desde o início com o profissional mais dedicado à área científica que já conheci. Você me fez e ainda faz, amadurecer meus pensamentos e me faz voar alto em meus sonhos. Quero sua presença para sempre ao meu lado, como amigo e professor.

Ao meu padrinho, Marco Antonio Bottino, a quem entrego minha total admiração. Desde o início, quando te conheci aos meus recém completos 20 anos, me conquistou e me ajudou como um

padrinho literalmente. Alguns anos se passaram e nossa relação é e será sempre de fidelidade e admiração. Obrigada pela completa dedicação e amizade na minha carreira profissional e pessoal. Sua figura teve um papel fundamental na minha caminhada.

À minha professora Mutlu Özcan, que nos fez aumentar e aperfeiçoar nossos estudos com sua grande experiência e competência na área científica internacional. Pela amizade que construiu com nosso grupo e sinceridade em nossas conversas. Espero poder agradecer um dia, tudo o que me ensinou.

As minhas amigas de São José dos Campos, que me acompanharam nesses quase oito anos de vida nesta cidade. Sem vocês, minha vida não teria sido uma festa! Somos em 10 meninas-mulheres e não posso esquecer-me de nenhuma, com o risco de ser eliminada do grupo para todo o sempre. Em ordem alfabética, porque eu sei que cada palavra pode ser usada contra mim ao fim desse agradecimento!! **Georgia Pacas**, amiga que até hoje ainda não descobrimos se é a mais devagar ou mais esperta da turma. Queria te agradecer por todas as risadas causadas nas nossas reuniões de diretoria. **Manuela Fonseca**, tive a sorte de ter você como minha companheira de casa por duas vezes. Sua amizade é muito sincera e sei que posso contar com você para toda a hora. Gosto muito, mas muito de você. **Mara Nunes**, alegria em pessoa e diversão para qualquer hora. Temos muitas coisas em comum e nunca perdemos o contato uma com a outra mesmo estando longe por algum tempo. **Maria Julia Antunes**, sempre a chefe e comandante da cantina da **Tia Nê**, cuja

qual eu devo muitos e muitos fins de semana de sol e alegria. Obrigada pela amizade, pelas risadas e sabotagens. **Mel Guedes**, amiga para todas as programações. Sei que para você, tempo ruim não existe. Conto com você pro restos dos meus anos nesta cidade. **Mia Antunes**, minha QUERIDA. Por ser mos mais belas e jovens que as outras, nos demos muito bem logo de cara. Torço por você da mesma maneira que sinto que torce por mim. **Paula Nasrauí**, a guardiã do código de ética. Eu como as outras, tenho certeza, devemos muitos agradecimentos pela sua amizade sincera. Obrigada por tudo que já fez por mim e espero que São José seja sua cidade de veraneio para toda eternidade. **Rosinha Cabral**, meu AMORE! De todas, a última que conheci, mas nos últimos anos se tornou meu braço direito. Tenho certeza que nossa amizade será muito longa. Sua felicidade já esta completa, pois tem ao seu lado, dois homens muito queridos para mim. Por ultimo, mas graças ao alfabeto, **Silvia Barbosa**, minha querida DRAG. Nunca me desculpei pelo apelido que te coloquei, mas sinto que pelo sucesso que causou você não ficou chateada comigo. Tenho muitas saudades de ter você pertinho de mim, mas sinto que esta muito feliz e é isso o que mais te desejo.

Meus colegas Paula Elaine, minha querida companheira de conversas. Rodrigo Dias, obrigada pela amizade. Flávio Vieira, por todo apoio no meu inicio de carreira, muito obrigada pelo apoio.

Aos meus amigos Susana Salazar (BATMAM), Aline Scalone, Aleska Vanderlei e Gustavo Vasconcelos, meus

queridos colegas de turma do mestrado. Tive muita sorte em ter vocês como meus companheiros.

A minha aluna Anamaria Tavares, pelo auxílio na realização da parte experimental deste estudo e companheirismo.

Meus amigos da pós-graduação, primeiramente os mais graduados: Nori, Alfredo, Guilherme e Lucas. Renata Faria, querida amiga e admirável profissional. Renata Melo, que nos fez sentir muitas saudades e me deixou sem seus conselhos por muito tempo. Graziela Galhano, amiga dentro e fora da Universidade, espero contar com você ainda muitos anos aqui. Fernanda Pelogia, super amiga para todas as horas, sinto que a curso nos fez crescer muito, mas de maneira oposta, acho que para melhor.

Aos meus amigos de curso, Rodrigo Othávio, Sandra Zamboni, Sheila Passos, Silvia Massae, pela amizade e pelos bons momentos compartilhados.

Aos mais recentes, Kaizo, Anderson, Celina, Diana, Priscila e Humberto, adorei conhecer e dividir meus momentos com vocês. Temos alguns anos de convivência por vir.

AGRADECIMENTOS

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

Ao Programa de Pós-Graduação em Odontologia Restauradora, Especialidade Prótese Dentária,

coordenado pelo Prof. Adjunto **Clóvis Pagani**, pela oportunidade concedida.

Aos **Professores do Programa de Pós-Graduação em Odontologia Restauradora**, pela contribuição na minha formação acadêmica e científica.

Ao chefe do departamento de Materiais Odontológicos e Prótese da Faculdade de Odontologia de São José dos Campos – UNESP, Prof. Adjunto **Estevão Tomomitsu Kimpara**

Ao Prof. Doutores **Fernando Eidi Takah** exemplo de cirurgião dentista e com quem aprendi o pouco que sei na Disciplina de Prótese Parcial Fixa da Faculdade de Odontologia de São José dos Campos – UNESP pelos ensinamentos transmitidos.

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

À quera secretária e amiga **Suzana Cristina de Oliveira**, do departamento de Materiais Odontológicos e Prótese, pelo apoio.

Aos técnicos de laboratório, **Maria Inês Moreira dos Santos e Fernando Carlos Fontes** pelo suporte nos trabalhos realizados.

Ao Prof. **Ivan Balducci**, pela atenção dispensada e pela disponibilidade na realização da parte estatística de muitos outros trabalhos realizados.

Ao **Sr. Nilson Cruz** e a aluna **Rita Rangel** do Departamento de Tecnologia de Materiais da Universidade Estadual Paulista de Sorocaba pela paciência, disponibilidade e atenção durante a realização dos experimentos com o Goniômetro desse estudo.

À Prof. **Maria Nadir Gasparoto Mancini**, do Departamento de Bioquímica da Universidade Estadual Paulista de São José dos Campos, pelo auxílio na parte experimental de análise de pH das amostras deste trabalho.

À Diretora Técnica dos Serviços de Biblioteca e Documentação, **Ângela de Brito Bellini**, da Faculdade de

Odontologia de São José dos Campos – UNESP, por realizar as correções com competência e muita dedicação.

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

À **Fundação de Amparo à Pesquisa – FAPESP**, pelo financiamento das minhas duas Iniciações Científicas, Bolsa Mestrado e Auxílio Pesquisa, muito importantes para a finalização de todo este trabalho.

SUMÁRIO

LISTA DE FIGURAS.....	14
LISTA DE QUADROS E TABELAS.....	17
LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS.....	18
RESUMO.....	20
1 INTRODUÇÃO.....	21
2 REVISÃO DE LITERATURA.....	26
3 PROPOSIÇÃO.....	42
4 MATERIAL E MÉTODOS.....	43
4.1 Material.....	43
4.2 Métodos.....	44
4.2.1 Medição do pH da superfície cerâmica.....	44

4.2.2 Análise do ângulo de contato.....	49
4.2.3 Ensaio de microtração.....	51
5 RESULTADOS.....	58
6 DISCUSSÃO.....	73
7 CONCLUSÃO.....	79
8 REFERÊNCIAS.....	80
<i>ABSTRACT</i>	86

LISTA DE FIGURAS

FIGURA 1 - Amostra para análise de pH com dimensões 6,4mm x 2,4mm.....	44
FIGURA 2 - Materiais condicionantes utilizados.....	46
FIGURA 3 - a) condicionamento com ácido 9% (CS2); b) condicionamento com ácido 4% (CS3); c) condicionamento com ácido 5%; d) neutralização; e) limpeza em ultra-som; f) silanização.....	47
FIGURA 4 - Potenciômetro digital microprocessado com eletrodo de vidro de superfície de membrana chata.....	48
FIGURA 5 - Eletrodo de vidro de superfície de membrana chata, exemplificando a análise do pH com diferentes	

	condicionamentos de superfície.....	48
FIGURA 6 -	Goniômetro utilizado para medição do ângulo de contato.....	50
FIGURA 7 -	Seringa utilizada para colocação da gota de água deionizada sobre o disco cerâmico após condicionamento prévio.....	51
FIGURA 8 -	Cimento resinoso sendo aplicado sobre a superfície cerâmica.....	53
FIGURA 9 -	Conjunto cerâmico/cimento resinoso com base metálica.....	54
FIGURA 10 -	cp em forma de barra	54
FIGURA 11 -	Gráfico de média e desvio padrão dos resultados de pH, nas diferentes condições.....	--
FIGURA 12 -	Gráfico de médias e desvio padrão dos dados de análise do ângulo de contato nos grupos.....	52
FIGURA 13 -	Fotografias dos ângulos de contato nas superfícies submetidas aos condicionamentos: a) CS1 – Sem tratamento; b) CS2 – HF 9% gel/1 min + lavagem/30s + secagem; c) CS3 - HF 4% gel/1 min + lavagem/30s + secagem; d) CS4 - HF 5% líquido/1 min + lavagem/30s + secagem; e) CS5 - CS4 + neutralização + lavagem/secagem + ultra-som/5 min.	63
FIGURA 14 -	Gráfico de colunas (média ± desvio padrão) dos dados de resistência adesiva (MPa) para as 8 condições experimentais.....	65
FIGURA 15 -	MEV do cp representando um modo de fratura do tipo mista: a) porção cerâmica da barra fraturada com resíduo de material resinoso; b) porção de cimento resinoso com resíduo cerâmico; c) aumento de X400 da porção da provável região do início da fratura no material cerâmico; d) aumento de X1600 do início da fratura.....	67

- FIGURA 16 - Micrografias representativas das fraturas do tipo mista cp após o ensaio de microtracção (MEV – 75x a, 70x b), onde C = cera mica e CR = cimento resinoso a) porção cerâmica da barra; b) porção de cimento resinoso da barra..... 67
- FIGURA 17 - a) porção cerâmica da barra com remanescente de cimento resinoso (CR) e bolhas positivas; b) porção de cimento resinoso da barra com a presença de bolhas negativas..... 68
- FIGURA 18 - micrografia representativa da superfície tratada com CS1 - HF 9% gel / 1 min + lavagem / 30s + secagem (700x a, 1500x b e 3000x c). Na figura 18c, aspecto morfológico das crateras criadas após condicionamento, com a presença de imagens sugestivas de precipitado (P) que pode ser proveniente da reação com o condicionador ácido..... 69
- FIGURA 19 - micrografia representativa da superfície tratada com CS2 - HF 4% gel / 1 min + lavagem / 30s + secagem (700x a, 1500x b e 3000x c). Na figura 19c, aspecto morfológico das crateras criadas após condicionamento, com a presença de imagens sugestivas de precipitado (P) que pode ser proveniente da reação com o condicionador ácido..... 70
- FIGURA 20 - micrografia representativa da superfície tratada com CS3 - HF 5% líquido / 1 min + lavagem / 30s + secagem (700x a, 1500x b e 3000x c). Na figura 20c, aspecto morfológico das crateras criadas após condicionamento, com a presença de imagens sugestivas de precipitado (P) que pode ser proveniente da reação com o condicionador

	ácido.....	71
FIGURA 21 -	micrografia representativa da superfície tratada com CS4 – HF 5% líquido / 1 min + lavagem / 30s + secagem (CS3) + neutralização + lavagem/secagem + ultra-som / 5min (700x a, 1500x b e 3000x c). Na figura 21c, aspecto morfológico das crateras criadas após condicionamento, com a presença de imagens sugestivas de precipitado (P) que pode ser proveniente da reação com o condicionador ácido.....	72

LISTA DE QUADROS E TABELAS

Tabela 1 -	Materiais, nome comercial, fabricante e composição.....	43
Tabela 2 -	Condição experimental para cada um dos 12 grupos.....	45
Tabela 3 -	Métodos de condicionamento.....	49
Tabela 4 -	Condicionamento de superfície para o teste de microtração.....	52
Tabela 5 -	Grupos experimentais conforme os fatores do estudo (condicionamento de superfície [4 níveis] e armazenagem [2 níveis]).....	55

Tabela 6 - ANOVA para os dados da análise do pH de superfície..	58
Tabela 7 - Média e desvio padrão de pH proporcionados pelos diferentes condicionamentos (Teste de Tukey, alpha=5%).....	59
Tabela 8 - Teste ANOVA 1-fator dos dados de ângulos de contato.....	61
Tabela 9 - Média e desvio-padrão (em graus) dos dados de ângulo de contato (teste de Tukey, alpha=5%).....	61
Tabela 10 - ANOVA 2-fatores dos dados de resistência adesiva.....	64
Tabela 11 - Média (\pm desvio padrão) dos dados de resistência adesiva (MPa) das condições experimentais estabelecidas pelas variáveis condicionamento e armazenagem.....	64
Tabela 12 - Número e percentuais dos tipos de fratura nos 8 grupos.....	66

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

% = porcentagem

\pm = mais ou menos

$^{\circ}$ C = grau Celsius

A = área

ABF = bifluoreto de amônia

APF = flúor fosfato acidulado

cp = corpo-de-prova

EDS = análise espectroscópica de energia dispersiva

F = força

g = gramas

h = hora

HF = ácido fluorídrico

$K_2O \cdot Al_2O_3 \cdot 6SiO_2$ = feldspato de potássio

Kgf = quilograma força

m/s = metros por segundo

MEV = microscópio eletrônico de varredura

min = minuto

mm = milímetro

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

mm^2 = milímetro quadrado

MPa = mega Pascal

MPTS = metacriloxipropiltrimetoxi-silano

N = força em Newton

$Na_2O \cdot Al_2O_3 \cdot 6SiO_2$ = feldspato de sódio

nm = nanômetros

n^o = número

pH = pontes de hidrogênio

R = resistência

Ra = rugosidade superficial

s = segundo

SiO₂ = Sílica

Si-OCH₃ = grupos methoxy

TC = termociclagem

W_A = capacidade de adesão

α = alpha

γ_{LV}^o = tensão superficial de um líquido

γ_{SL} = energia de interface

γ_{sv}^o = energia livre de uma superfície sólida

θ_a = molhabilidade

Πe = pressão de difusão

Amaral R. Adesão de um cimento resinoso a uma cerâmica feldspática: avaliação da resistência adesiva, ângulo de contato e pH, em função de diferentes técnicas de condicionamento [dissertação]. São José dos Campos: Faculdade de Odontologia de São José dos Campos, Universidade Estadual Paulista; 2008. 85f.

RESUMO

O objetivo deste trabalho foi avaliar a durabilidade da resistência adesiva entre um cimento resinoso e uma cerâmica feldspática, o pH e o ângulo de contato da superfície cerâmica, submetida à diferentes tratamentos de superfície. Para análise do pH de superfície foram confeccionados 96 discos (8X3mm) da cerâmica feldspática (Vita VM7), os quais, foram divididos em 12 grupos (n=8): CS1- sem condicionamento; CS2- ácido fluorídrico (HF) 9% 1 min; CS3- CS2+lava/seca; CS4- CS3+silano (S); CS5- HF 4% 1 min; CS6- CS5+lava/seca; CS7- CS6+silano; CS8- HF 5% 1 min; CS9- CS8+lava/seca; CS10- CS9+silano

5min; CS11- CS9+neutralização+lava/seca+ultra-som; CS12- CS11+siano. Após, o pH foi medido com um peagâmetro digital. Para a análise do ângulo de contato foram confeccionados 40 discos com as mesmas dimensões (n=8): CS1- sem condicionamento; CS2- HF 9%; CS3- HF 4%; CS4- HF 5%; CS5- HF 5%+neutralização+lava/seca+ultra-som. As medidas foram realizadas com um Goniômetro. Para a resistência de união, foram confeccionados 40 blocos (6,4X6,4X4,8mm), os quais foram submetidos aos tratamentos (n=10): CS1- HF 9% 1 min; CS2- HF 4% 1 min; CS4- HF 5% 1 min; CS5- CS3+neutralização+lava/seca+ultra-som. Os espécimes foram armazenados em água destilada (37°C) por 24h e seccionados nos sentidos x e y. Os corpos-de-prova obtidos foram divididos em 2 condições (**Seco**- ensaio imediato; **TC**- armazenagem + termociclagem) e submetidos ao teste de microtração. Na análise do pH, CS6 obteve o maior resultado e CS5, CS8 e CS2, obtiveram os menores valores estatisticamente. Para o ângulo de contato, CS1 obteve médias maiores comparados aos outros grupos. Para resistência de união, CS2=CS1>CS3=CS4, independente do fator armazenagem. Somente o CS4 sofreu redução na resistência adesiva após TC. Conclui-se que a neutralização parece afetar negativamente a resistência adesiva - os altos valores de ângulo de contato quando a superfície é neutralizada suportam esse fato.

PALAVRAS-CHAVE: pH de superfície, condicionamento ácido, resistência à tração, cerâmica, energia de superfície.

1 INTRODUÇÃO

O tratamento de superfície de cerâmicas feldspáticas, através do condicionamento com ácido fluorídrico 4% - 10% (HF) gel ou líquido resulta na formação de micro-retenções para gerar adesão micro-mecânica a materiais resinosos. Cerâmicas sem a presença de Leucita em sua composição, como as cerâmicas de baixa fusão (mono-fases), impossibilitam a criação de micro porosidades pela ação do HF, evidenciadas microscopicamente (Bargui e Shoaee⁴, 1998).

As cerâmicas feldspáticas, entre elas a recém lançada cerâmica micro-particulada Vita VM7[®] (Vita Zanhfabrik), podem ser

indicadas para restaurações *inlays/onlays* e facetas laminadas. Leite et al.²⁸; 2005 analisaram, por MEV e EDS, a micro-estrutura e a composição química da cerâmica feldspática VM7[®], e constataram que essa é baseada em uma rede de sílica (SiO₂) e feldspato de potássio (K₂O.Al₂O₃.6SiO₂) ou de sódio (Na₂O. Al₂O₃.6SiO₂). O sucesso clínico dessas restaurações depende de uma adesão durável à estrutura dental, via cimentação adesiva (Hayashi et al.²², 2000; Tinschert et al.⁵⁵, 2000; Fradeani et al.²¹, 2002).

O condicionamento com ácido HF cria um padrão micro-morfológico na superfície cerâmica, o que parece ter significativa influência na formação e manutenção na adesão química e mecânica aos materiais resinosos, pois além de criar micro-poros que facilitam a interligação com polímeros de baixa viscosidade como os cimentos resinosos, também modificam a molhabilidade da superfície cerâmica, promovendo maior proximidade ou contato das resinas à superfície cerâmica. O aumento no número e no tipo de irregularidades na superfície de cerâmicas previamente condicionadas, têm sido associada ao aumento da resistência adesiva (Phoenix e Shen³⁹, 1995), além do aumento da área de condicionamento, que parece promover mudanças na molhabilidade de cerâmicas, as quais podem também apresentar mudanças na energia de superfície e no potencial de adesão às resinas (Della Bona et al.¹², 2002; Phoenix e Shen³⁹, 1995).

O processo de união dessas cerâmicas denominadas ácido-sensíveis (baseadas em sílica e baixo conteúdo de alumina) aos materiais resinosos parece estar estabelecido, pois a união é proporcionada pelo condicionamento com ácido fluorídrico, potencializada pelo agente silano. O uso de apenas um desses recursos, pode não resultar em resultados satisfatórios (Stacey⁵⁰, 1993; Matinlinna et al.³², 2004; Shimada et al.⁴⁷, 2002).

Além disso, o silano desempenha função de ligação entre a sílica contida na cerâmica e a matriz orgânica dos cimentos resinosos através de uniões siloxanas (Lu et al.³¹, 1992; Söderholm e Shang⁴⁹, 1993; Della Bona et al.¹³, 2000; Debnath et al.¹⁰, 2000; Della Bona et al.¹⁵, 2004). Essa reação, ocorre entre os grupos methoxy (Si-OCH₃) dos silanos do tipo MPTS, e os grupos OH da superfície cerâmica, e são iniciadas e aceleradas por catalisadores ácidos, normalmente ácido acético. É por volta do pH 4 que a condensação entre as moléculas é suficiente para tornar a solução de silano, uma solução estável. Na maioria dos tipos comerciais de silano, monômeros ácidos são associados para catalisar essa reação (Matinlinna et al.³², 2004; Pluedmann⁴¹, 1991; Pluedmann,⁴⁰, 1970; Arkles³, 1977).

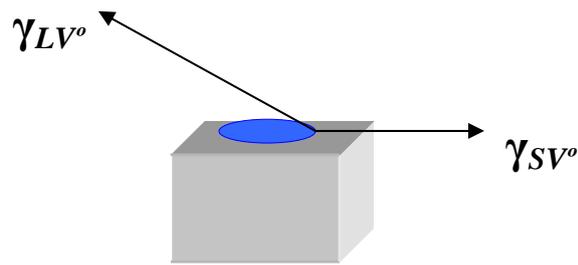
A maioria dos trabalhos utiliza o EDS para investigar os efeitos do ataque ácido, o que não evidencia a concentração dos variados elementos e de íons H⁺, necessários para a hidrólise do agente de união silano e a formação de ligações siloxanas entre a cerâmica à base de sílica e o silano.

Variando tipos de condicionamentos ácidos, o tempo de lavagem e o uso de diferentes primers cerâmicos (com ou sem monômeros fosfatados), Foxton et al.²⁰ em 2003 mostrou através da análise do pH de uma superfície cerâmica com alto teor de sílica, que o pH da superfície cerâmica aumenta, ou seja, tende a se tornar neutro, de acordo com o aumento no tempo de lavagem. Ainda neste estudo, foi comprovado que com o aumento no tempo de lavagem, o grupo tratado com primer cerâmico sem catalisador ácido, aumentou seus valores de pH e diminuiu a resistência adesiva. Estes resultados tornam evidente a necessidade da presença de íons H⁺, fazendo a função de monômeros ácidos, na hidrólise do agente de união silano para a formação das ligações siloxanas.

Outro fator com potencial para interferir na adesão à cerâmicas diz respeito à incompatibilidade química observada entre adesivos com pH baixo (ou ambientes ácidos) e cimentos resinosos, especialmente aqueles com polimerização química (Sanares et al.⁴⁶, 2001; Suh et al.⁵², 2003; Tay et al.⁵³, 2004). O baixo pH e a característica hidrofílica dos adesivos, bem como, o fato da camada do adesivo comportar-se como membrana permeável parecem ser as condições impróprias para a interação com os cimentos resinosos. Nesse sentido, a adesão à superfície cerâmica irá depender do pH da superfície pós-condicionamento.

Como responsável pelos fenômenos físicos relacionados à resistência adesiva, está a energia de superfície de um material, que pode ser alterada naturalmente ou artificialmente, como pelo condicionamento ácido e silanização. Ambos têm a propriedade de aumentar a molhabilidade do cimento na superfície (Lu et al.³¹, 1992; Phoenix e Shen³⁹, 1995; Melo et al.³³, 2004), facilitando o contato com os cimentos resinosos. Devido a topografia superficial irregular das cerâmicas, como também a superfície dental e de outros biomateriais, possuem alto valor de energia de superfície. Dupré e Young (Jardel et al.²⁵, 1999) explicam que por esse motivo, um líquido pode escoar parcialmente ou totalmente. Dupré's determinou que a "capacidade de adesão" W_A é o resultado da energia da interface γ_{SL} , formada entre a energia livre de uma superfície sólida e γ_{SV} somada à tensão superficial de um líquido γ_{LV} . Young descreveu que o equilíbrio entre uma gota de um líquido em um sólido, é expressa através de uma função do ângulo de contato θ : (Jardel et al.²⁵, 1999)

$$W_A = \gamma_{SL} = \gamma_{LV} (1 + \cos \theta) + \pi e$$



Onde,

W_A = capacidade de adesão

γ_{SL} = energia da interface

γ_{SV}° = energia livre de uma superfície sólida

γ_{LV}° = tensão superficial de um líquido

Πe = pressão de difusão (geralmente ignorada quando baixa)

Na escolha do tipo de condicionantes de superfície cerâmica, temos opção de se utilizarmos de materiais na forma GEL ou LÍQUIDA, os quais também podem ser acompanhados ou não de neutralizadores de condicionamento.

Existe uma grande preocupação em neutralizar ou limpar a superfície após condicionamento com o intuito de remover o ácido residual, paralisar o processo de degradação da superfície e mudança topográfica, diminuir o risco de acidentes no meio bucal, remoção de impurezas e do precipitado cerâmico que se forma no interior das micro retenções na cerâmica, aumentando a resistência adesiva. Para tanto, têm-se usado aparelhos de ultra-som e agentes neutralizadores. Não existe um consenso dos estudos no que diz respeito à influência desses procedimentos sobre a resistência adesiva de materiais resinosos a cerâmicas. Alguns trabalhos mostraram que a limpeza em ultra-som otimiza a adesão (Aida et al.¹, 1993) enquanto outros demonstraram não haver influência (Aida et al.¹, 1995).

Assim, fundamentados na literatura científica, a proposta desse trabalho é avaliar o pH e o ângulo de contato (molhabilidade) da superfície cerâmica submetida a diferentes condicionamentos. A

resistência adesiva de um cimento resinoso a cerâmica feldspática também será avaliada.

2 REVISÃO DA LITERATURA

Em 1983, Horn²³ sugeriu o uso do ácido fluorídrico (HF) para condicionar a porcelana de facetas laminadas e subsequente ao exame da superfície cerâmica condicionada, demonstrou que as

diferentes fases da porcelana dissolveram preferencialmente dependendo da composição, desse modo, criando uma superfície mais preparada à adesão. As observações do efeito do condicionamento em vidros de dissilicato revelaram que o condicionamento com ácido HF pode ser benéfica ao aumento da resistência dos vidros removendo ou estabilizando os defeitos de superfície.

Com uma baixa concentração do ácido HF, é sugerido que a fase cristalina tem sido preferencialmente atacada, segundo Stangel et al.⁵¹ em 1987 e Addison et al.³⁶ em 2007.

A extensão preferencial das falhas na superfície pré-existente seguido do condicionamento com ácido HF têm sido demonstrada no atual estudo para os tempos de condicionamento e as concentrações ácidas utilizadas, pelo aumento no pico máximo até à profundidade da cratera criada, após a profilometria. (Della Bona et al.¹⁶, 1998). Em uma cerâmica mais amorfa, a dissolução preferencial dos cristais de Leucita sobre o volume vítreo foi demonstrada mas a seletividade entre o vidro ou a dissolução dos cristais tem sido reportada por ser dependente da concentração do ácido.

Com uma baixa concentração do ácido HF, é sugerido que a fase cristalina tem sido preferencialmente atacada. (Stangel et al.⁵¹, 1987 e Addison et al.³⁶, 2007).

A estrutura da cerâmica feldspática de baixa fusão tem sido descrita como uma matriz vítrea amorfa, consistindo numa rede aleatória Sílica tetragonal envolvida por uma variada quantidade de cristais insolúveis de Feldspato e Leucita. (Jones²⁶, 2002; 1998 e Della Bona¹⁴, 2002).

Jardel et al.²⁵ em 1999 avaliou o efeito das modificações da superfície tratada com ácido hidrofúorídrico 10%, na energia da superfície de 2 cerâmicas odontológicas (GC – GC Dental e PVS – SS White). Para

tanto, 30 espécimes de cada cerâmica foram confeccionadas e divididas em 4 grupos de (n = 15). Os grupos avaliados foram: Grupo A – cerâmica GC após polimento; Grupo B – cerâmica GC condicionada com ácido hidrofluorídrico 10%; Grupo C – cerâmica PVS após polimento; Grupo D - Cerâmica PVS condicionada com ácido hidrofluorídrico 10%.

O ângulo de contato foi mensurado com o equipamento G1 Krüss Instrument (Zeiss) (temperatura ambiente controlada a 37°C), onde uma gota de volume padronizado foi posicionada na superfície do disco cerâmico e o ângulo de contato foi mensurado após 5 segundos. A água destilada foi escolhida como líquido para monitorar o ângulo contato dependente da rugosidade e determinar a energia de superfície.

O polimento e o condicionamento ácido produziram resultados de energia de superfície (W_A) estatisticamente diferentes para as duas cerâmicas. A cerâmica PVS obteve melhor potencial adesivo.

O comportamento de cerâmicas policristalinas em contato com uma solução ácido HF têm sido intensamente examinadas com o mecanismo de condicionamento controlado pela dissolução rápida das fases sílicas, que se encontram em forma de grão e não pela dissolução do volume (Mikeska et al.³⁴, 2000).

Em um estudo de Canay et al.⁷ em 2001, foi realizado com o objetivo de caracterizar por meio do MEV e EDS a superfície da porcelana condicionada com ácido HF e flúor fosfato acidulado e verificar os efeitos do tempo de condicionamento ácido, uso do silano e da limpeza com ultrassom. Foram confeccionados 24 discos de (3 X 7mm) da cerâmica CERAMCO II. Após a preparação das amostras, as mesmas foram armazenadas em água a 37° por 24 horas, e em seguida, divididas em 3 grupos (n=8): A - Condicionamento com flúor fosfato acidulado em gel 1,23% por 10 min; B - Condicionamento com ácido fluorídrico a 9,5% por 1 min; C - Condicionamento com ácido fluorídrico a 9,5% por 4 min.

Quatro amostras de cada grupo após condicionamento receberam jato de ar/água por 10 segundos e as outras quatro, foram colocadas em banho ultra-sônico por 1 min. Duas amostras de cada grupo foram silanizadas. Por fim, 12 grupos foram formados:

- Grupo 1 – 10 min de flúor fosfato acidulado + lavagem com jato de ar/água;
- Grupo 2 – 10 min de flúor fosfato acidulado + lavagem com jato de ar/água + silano;
- Grupo 3 – 10 min de flúor fosfato acidulado + limpeza em ultrassom;
- Grupo 4 – 10 min de flúor fosfato acidulado + limpeza em ultrassom + silano;
- Grupo 5 – Ácido fluorídrico por 1 min + lavagem em jato ar/água;
- Grupo 6 - Ácido fluorídrico por 1 min + lavagem em jato ar/água + silano;
- Grupo 7 - Ácido fluorídrico por 1 min + limpeza em ultrassom;
- Grupo 8 - Ácido fluorídrico por 1 min + limpeza em ultrassom + silano;
- Grupo 9 - Ácido fluorídrico por 4 min + lavagem em jato ar/água;
- Grupo 10 - Ácido fluorídrico por 4 min + lavagem em jato ar/água + silano;

- Grupo 11 - Ácido fluorídrico por 4 min + limpeza em ultrassom;
- Grupo 12 - Ácido fluorídrico por 4 min + limpeza em ultrassom + silano.

O MEV foi realizado na primeira fase da pesquisa, a fim de avaliar a superfície topográfica das amostras condicionada com ácido HF e pelo flúor fosfato acidulado. Após, foi feita a difração óptica de raioX para avaliar se houve alguma mudança na distribuição dos elementos químicos das amostras. O efeito do banho de ultrassom e da aplicação do silano foi também avaliado. 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 pode-se notar a presença de microscópio 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 min do que nas condicionadas por 1 min. 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 min. O pico do flúor nas amostras condicionadas com ácido fluorídrico por 4 min foi maior que por 1 min. Os autores concluíram que, com relação à qualidade do condicionamento com ácido HF, o tempo de 1 min mostrou-se bem adequado. Apesar do tempo mais longo promover superfície da porcelana mais rugosa, aumentando a área superficial e facilitando a penetração do agente de união, 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 à lavagem convencional com água destilada.

As topografias da superfície demonstram um aumento nas modificações na superfície do grupo controle. Esse aumento inicial pode ser explicado como uma extensão de defeitos pré-existentes. Com o aumento das concentrações de ácido HF, o aumento do número de defeitos pode ser explicado como consequência da introdução de novas falhas. A cerâmica feldspática utilizada nessa investigação contém um pequeno conteúdo cristalino (Della Bona e Anusavice¹⁴, 2002) e consequentemente menos limites da fase a qual o ácido do HF preferencialmente ataca. Se nota que com uma baixa concentração (5 e 10%) os defeitos superficiais preferencialmente se entendem com o aumento da assimetria, mostrado em baixos níveis de estresse na probabilidade de sobrevivência. Com o aumento da concentração para 20%, novos defeitos apareceriam e seriam introduzidos na topografia da superfície, sugerindo a dissolução da superfície da porcelana, manifestada pelo correspondente aumento nas médias de rugosidade (valores em Ra), os quais foram observados nos tempos de condicionamento examinados.

Conclui-se neste trabalho, que o condicionamento de cerâmicas feldspáticas é um processo dinâmico e o impacto depende da constituição do substrato, topografia da superfície, concentração do ácido e tempo de condicionamento. Uma significativa redução da resistência flexural de uma cerâmica feldspática de baixa fusão, têm sido demonstrada como resultado do condicionamento. Uma clara evidência existe entre a natureza das modificações dos defeitos de superfície em função do tempo de condicionamento do ácido HF e sua concentração. Favoráveis combinações entre a concentração de ácido HF e o tempo de condicionamento também foram identificados. Como resultado, foi proposto que a longevidade das restaurações de facetas laminadas

cerâmicas pode ser melhorada pela adesão, com a otimização do tempo e a concentração ácida do HF antes da cimentação.

Della Bona e Anusavice¹¹ em 2002 testaram a seguinte hipótese: se o padrão da topográfica 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-Ceramic (VITA), Mirage II Fiber (Mirage), Mirage (Mirage), Fortress (Mirage), Colorlogic (Ceramco), IPS Classic (Ivoclar) e Duceram LFC (Ducera). Por meio de MEV, difração óptica de raioX, perfilômetro óptico, análise espectroscópica dispersiva de comprimento de onda foi realizados este estudo. Esta é baseada na PRZ, um tipo de esquema para correção de matriz que utiliza um conjunto de equação para modular a absorção de raioX, o efeito do número atômico e a fluorescência de diferentes elementos foram fabricados para cada tipo de cerâmica. Todas as amostras cerâmicas foram polidas com lixas d'água de granulações 240 a 1200 e limpas em ultrassom com água destilada por 10 min. Os ácidos utilizados foram: 1 - Ácido fluorídrico a 9,6%; 2 - Flúor fosfato acidulado a 4%; 3 - Ácido com gel de amônia a 10% e para a utilização de cada um seguiu-se a recomendação do fabricante.

A topografia da superfície produzida pelos três tipos de ácidos foi diferente. As irregularidades da superfície produzidas pelo ácido fluorídrico foram, na sua grande maioria, em forma de micro-poros. 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 da rugosidade superficial para as cerâmicas condicionadas com ácido HF. O ácido HF 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 controlados no desenvolvimento da retenção micro-mecânica, produzidos pelo condicionamento ácido. O mecanismo de condicionamento ácido foi diferente para os três ácidos, sendo que o ácido HF produziu o padrão de condicionamento mais proeminente para todas as cerâmicas avaliadas.

Della Bona et al.¹² em 2002 avaliaram duas hipóteses:

a) o condicionamento com ácido fluorídrico produziria os maiores valores de adesão ao cimento resinoso, independentemente de microestrutura e da composição da cerâmica;

b) o teste de tração é apropriado para análise dessa adesão.

Foram utilizados 7 tipos de cerâmica: 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 condições experimentais de condicionamento de superfície: 1 - ácido fluorídrico 9,6%; 2 - flúor fosfato acidulado a 4%; 3 - ácido com gel de amônia a 10%; 4 - silano.

Quarenta amostras de cada cerâmica foram confeccionadas e divididas em quatro grupos (n=10) de acordo com o tipo de tratamento de superfície empregado. O cimento resinoso utilizado foi o Rely-X (3M) e a carga utilizada foi de 0,73N. Todas as amostras foram armazenadas por 24 horas à 37°C antes do ensaio de tração (velocidade = 0,5mm/min). Foi realizada a análise do 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 produziu os menores valores de resistência adesiva. O uso do silano produziu valores de resistência adesiva, superiores quando comparados a qualquer um dos três tipos de ácidos, independente da cerâmica utilizada.

Não houve diferença estatística para a cerâmica tratada com flúorfosfato acidulado e com ácido com gel de amônia. O condicionamento com ácido HF produziu os maiores valores de resistência adesiva para todas as cerâmicas analisadas. A análise por MEV mostrou que todas as falhas ocorreram na zona adesiva. Os autores concluíram que o condicionamento com ácido HF foi mais efetivo que os outros dois grupos. O uso do silano obteve uma contribuição relevante para a 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.

Em 2002, Oh et al.³⁵ caracterizou o efeito da topografia na molhabilidade de superfícies de cerâmicas, através de água e cimento resinoso. Para tanto, foram utilizadas as cerâmicas Eris (ERV), e 2 cerâmicas de infra-estrutura, Empress 1 (E1C) e uma cerâmica experimental (EXC). Quatro procedimentos na superfície foram utilizados: lixa de granulação 1200 (P), abrasão com óxido de alumínio 50 μ m (A), condicionamento com ácido HF 5% gel (E) e combinação de abrasão e condicionamento ácido HF (A/E). Para a confecção dos espécimes, foram utilizadas 40 barras de 15 X 10 X 1.5mm (N=120). 20 grupos de 10 espécimes foram preparados de acordo com os 4 tratamentos de superfície. O ângulo de contato foi mensurado com um aparelho de análise de ângulo de contato CAHND, utilizando a técnica Wilhelmy, com água e adesivo. A energia de superfície (WA) foi calculada, baseada nas médias de ângulo de contato. Os dados foram analisados pelo Teste de t e análise de Variância de Duncan (5%) para determinar se houve diferença estatística do ângulo de contato entre cerâmica e a água ou o adesivo em função da rugosidade da superfície. Os valores médios foram maiores quando água foi usada para os grupos E e A/E. Os tratamentos E e A/E obtiveram os menores valores de ângulo de contato, seguidos de A e P (p<0.001). A cerâmica E1C obteve as maiores médias de ângulo de contato, enquanto EXC exibiu as menores médias, exceto com o adesivo. Os valores médios usando o adesivo foram maiores do que quando foi

utilizada a água como meio de medição, quando mensuradas sobre as mesmas superfícies cerâmicas.

Os autores concluíram que o condicionamento ácido ou a combinação de abrasão e condicionamento, aumentaram a área de superfície para a adesão. As superfícies com maior molhabilidade foram as EXC seguidas da ERV e E1C, usando o adesivo.

Flôr et al.¹⁹, em 2003. Analisaram a influência da neutralização do ácido HF com bicarbonato de sódio na resistência de união entre um cimento resinoso (Rely X, 3M/ESPE) e uma cerâmica vítrea (IPS Empress, Ivoclar). Foram confeccionados 14 blocos cerâmicos (dimensões: 6 X 6 X 6mm), sendo duplicados em blocos idênticos de resina composta (3D Master, WILCOS). Uma face de cada bloco cerâmico foi condicionada com HF 10% por 20 segundos, seguida pela lavagem com água por 30 segundos e secagem. Após, os blocos foram aleatoriamente divididos em dois grupos (n = 7):

G1 – silano (Primer Ceramic, 3M/ESPE) foi aplicada na superfície cerâmica e os blocos de resina foram cimentados;

G2 – os blocos cerâmicos permaneceram imersos em solução de bicarbonatos de sódio por 1 min e foram lavados com água (30 segundos) antes da aplicação do silano e a cimentação aos blocos de resina.

A cimentação de todos os blocos foi realizada sob pressão constante de 750g e o cimento foi polimerizado por 60 segundos em cada margem. Após o período de armazenagem em água destilada a 37°C por sete dias, os conjuntos foram seccionados, em uma máquina de corte adaptada, em dois eixos, X e Y, obtendo-se 28 espécimes “*non-trimming*” por grupo (quatro por bloco) com aproximadamente 1 mm² de área adesiva. Cada espécime foi fixado com cianoacrilato em um paquímetro adaptado e acoplado em uma máquina universal de ensaio (EMIC), para

ser realizado o ensaio com velocidade de 1 mm/min. Os dados obtidos (MPa) foram submetidos ao test t (Student). Verificou-se que G1 ($20,25 \pm 4,9$) e G2 ($27,82 \pm 5,57$) diferiram entre si. Os autores concluíram que o processo de neutralização do ácido fluorídrico aumentou a resistência adesiva da união entre o cimento e a cerâmica estudados.

Foxton et al.²⁰ em 2003, avaliou em um estudo, a influência de diferentes tipos de agentes silano e do pH de superfície cerâmica na adesão de um cimento resinoso dual e uma cerâmica feldspática. Para tanto, foi-se utilizados blocos cerâmicos (VITA Celay Blanks), onde dois pares foram deixados sem tratamento para servirem de controle, 6 pares foram tratados com ácido fosfórico 40% (PA), 6 pares com ácido fosfórico 20%(HFA), e lavados com água por 15, 30 e 60 segundos. Metade dos espécimes foram silanizados com Tokuso (Tokuyama) (TCP) e a outra metade com TCP sem os monômeros fosfatados (TCP-NoPM). Todos os pares foram cimentados com o cimento resinoso dual Bisite II (Tokuyama) e polimerizados. Após 24horas de os espécimes cimentados foram cortados em barras e a adesão por microtração foi determinada. Para o escaneamento químico, as fatias polidas foram cortadas em quatro e divididas entre o seis grupos e tratadas da mesma maneira do que para o teste de microtração. O pH de superfície foi determinados usando um microscópio de escaneamento químico. Para a análise em MEV, 1 quarto de cada um dos 7 grupos, foi utilizado. Os resultados mostraram que a adesão com o TCP foi significativamente maior do que o TCP-NoPM sem nenhum tratamento ácido ($p<0.05$). Entretanto, após tratamento da superfície cerâmica com PA ou HFA e lavados por 15s, não teve diferença estatística no pH ($p<0.05$) e nenhuma diferença significativa na adesão entre TCP e TCP-NoPM ($p<0.05$). Para o TCP, não houve diferença estatística na adesão e no modo de falha entre o controle, PA a o tratamento com HFA, quando o tempo de lavagem foi aumentado. Para TCP-NoPM e sem nenhum tratamento com PA, o aumento no tempo de lavagem teve uma significante redução na adesão por microtração e um significante aumento no pH de superfície ($p<0.05$).

Sendo assim, o tratamento ácido da superfície cerâmica não aumentou significativamente a adesão do cimento dual quando o silano TCP foi utilizado. Isso sugere que quando não existem monômeros fosfatados presentes no silano, a adesão ao cimento dual é dependente da concentração de íons H⁺ na superfície cerâmica.

Um estudo de Della Bona et al.¹⁵ em 2004 teve como objetivo testar a hipótese que o condicionamento ácido e a silanização da superfície cerâmica, influenciam na energia de superfície e molhabilidade do cimento resinoso à superfície cerâmica. Para isso, uma cerâmica injetável à base de Dissilicato de Lítio foi utilizada para investigar a influência do tratamento de superfície na energia de superfície, usando um equipamento de análise de ângulo de contato dinâmico CAHN DCA-312 Analyzer (Cahn Thermo, Madison, WI, USA). 80 espécimes (8 X 15 X 1.5mm) foram aleatoriamente divididos em 8 grupos (n=10). Dois tipos de experimento foram realizados:

- a) determinar o ângulo de contato (Grupos 1 a 4);
- b) investigar o efeito do condicionamento ácido e a aplicação do silano no ângulo de contato, usando um líquido resinoso (Grupos 3 a 8).

Todos os espécimes foram lavados em ultrassom com álcool etílico por 10 min antes do tratamento. Os tratamentos de superfície realizados foram: grupo 1 e 3 – polimento; grupo 2 e 4 – condicionado com ácido hidrófluorídrico (HF) 9,5% por 1 min; grupo 5 – condicionado com flúor fosfato acidulado (APF) 4% por 2 min; grupo 6 – silanizado; grupo 7 - condicionado com ácido hidrófluorídrico (HF) 9,5% por 1 min e silanizado; grupo 8 – condicionado com flúor fosfato acidulado (APF) 4% por 2 min e silanizado.

Os valores de θ aumentaram em todas as superfícies tratadas com agente silano (grupos 6 e 8). Esse aumento deve ser

antecipados desde que se observou que o adesivo resinoso freqüentemente “beads up” sobre uma superfície cerâmica silanizada. Esse fenômeno indica que a superfícies tratada com silano tem uma menos energia de superfície do que tratada com adesivo.

Condicionando a superfície cerâmica com ácido HF a subseqüentemente à aplicação com silano (grupo 7) resultou nos maiores valores de adesão, apesar do fato de que a cerâmica ter a energia de superfície semelhante, comparada com as outras duas superfícies tratadas com silano (grupos 6 e 8).

Os autores acreditam que esses dados, influenciam nos valores de molhabilidade calculados, pois, usando a tensão de superfície da água, os valores serão maiores do que se usar a tensão de superfície de resina. Os espécimes condicionados apresentaram menores valores de θ_a (melhor molhabilidade) do que os espécimes não tratados. Esse fenômeno é relacionado à topografia da superfície tratada.

Della Bona et al.¹⁷ em 2004, afirmaram que a retenção micro-mecânica na superfície cerâmica é um dos mecanismos de adesão às resinas. Sendo assim, realizaram um estudo cujo objetivo foi analisar o efeito de três ácidos sobre diferentes tipos de cerâmica, testando a hipótese de que o tratamento com ácido fluorídrico (HF) produz a maior média de rugosidade superficial (R_a) nos tipos de cerâmicas testadas. Espécimes de um vidro monofásico (Duceram LFC, Ducera LC), duas cerâmicas feldspáticas (Ceramco II, Ceramco C2, VMK95, Vita-VD) e duas injetáveis sob calor, uma à base de leucita (IPS Empress, Ivoclar, E2) foram fabricadas e polidas até a lixa 1200 e divididas em quatro grupos (n=10) para os seguintes tratamentos de superfície:

- a) AP – sem tratamento (controle);
- b) APF – fluorfosfato acidulado A 4% (Mirage) por 2 min;
- c) ABF – bifluoreto de amônia a 10% (Dentisply) por 1 min;

d) HF – ácido fluorídrico 9,5% (Ultradent) por 1 min.

Os valores em Ra obtidos fora, medidos por um rugosímetro óptico (Wyko NT1000) e analisados estatisticamente por ANOVA. O MEV foi usado para análise qualitativa das mudanças topográficas. Os valores médios de Ra (nm) foram:

- 1 **LC:** AP-91, APF-101, ABF-456, HF-982;
- 2 **C2:** AP-85, APF-175, ABF-317, HF-704;
- 3 **VD:** AP-95, APF-120, ABF-197, HF-1390;
- 4 **E1:** AP-117, APF-159, ABF-646, HF-799;
- 5 **E2:** AP-184, APF-194, ABF-545, HF-604.

Os autores concluíram que as medias de Ra foram estatisticamente maiores após o uso do HF, confirmando a hipótese inicial. O MEV confirmou essa tendência revelando superfícies mais irregulares após a aplicação de HF.

Saavedra et al.⁴⁵ em 2005, estudaram o efeito da neutralização do ácido fluorídrico (HF), com solução supersaturada de bicarbonato de sódio, na resistência de união entre um cimento resinoso (Rely X, 3M/ESPE) e uma cerâmica vítrea (VITA VM7, VITA). Foram confeccionados, 20 blocos cerâmicos (6 X 8 X 8 mm), sendo duplicados em resina composta (W3D Master, WILCOS). Cada bloco cerâmico (1 face) foi condicionada por 20 segundos com HF 10% (Dentsply), seguida pela lavagem jato ar-água (60 segundos) e secagem. Os blocos foram selecionados aleatoriamente e divididos em dois grupos (n=10):

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

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

Após armazenagem (água destilada/ 7 dias/ 37°C), os conjuntos foram seccionados nos eixos X e Y obtendo-se quarenta espécimes (sp) “non-trimming” por grupo (4 por bloco) com $0.8 \pm 0.1 \text{ mm}^2$ de área adesiva. Cada sp foi fixado com cianoacrilato em paquímetro adaptado e o conjunto acoplado em máquina de ensaio universal para a realização do ensaio para a realização do ensaio de tração (1 mm/min). As medias (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, evidenciado 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 estudados.

No trabalho de Leite et al.³⁰ em 2005, avaliou-se as hipóteses de:

a) diferentes tempos de condicionamento com ácido HF não influenciam os 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 HF formados sobre a superfície cerâmica após o condicionamento ácido, independente do tempo de condicionamento, aumenta os valores de união entre uma cerâmica e um cimento resinoso.

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

G1 – aplicação do ácido HF 10% por 20 segundos;

G2 - aplicação do ácido HF 10% por 1 min;

G3 - aplicação do ácido HF 10% por 2 min;

G4 - aplicação do ácido HF 10% por 20 segundos + ultra-som com água destilada por 4 min;

G5 - aplicação do ácido HF 10% por 1 min + ultra-som com água destilada por 4 min;

G6 - aplicação do ácido HF 10% por 2 mins + ultra-som com água destilada por 4 min.

Em seguida, cada bloco cerâmico já condicionado foi unido ao seu correspondente de resina composta com cimento resinoso Rely X ARC (3M) sob carga constante de 750g. Após armazenagem (água destilada/ 7 dias/ 37°C), cada conjunto cerâmica/cimento/resina composta foi seccionado no sentido X e Y, obtendo-se amostras que foram fixadas num paquímetro adaptado, sendo este acoplado em uma máquina de ensaio universal (EMIC) com célula de carga de 10 Kgf e velocidade de 1 mm/min. Os valores de resistência adesiva e os desvios-padrão (MPa) para os grupos foram: G1 - $16,2 \pm 3,48$; G2 - $14,7 \pm 1,2$; G3 - $17,8 \pm 3,9$; G4 - $19,4 \pm 4,2$; G5 - $19,2 \pm 0,8$; G6 - $20,0 \pm 1,1$. Os diferentes tempos de condicionamento não proporcionam valores de resistência adesiva estatisticamente diferente ($P=0.156$) entre os grupos. A eliminação dos precipitados do ácido HF 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 de ácido HF após o condicionamento, independente do tempo de condicionamento, aumentou os valores de união entre a cerâmica e o cimento resinoso.

Em 2007, Addison et al.³⁶ avaliaram as falhas na superfície internas de restaurações cerâmicas relacionadas ao processo de condicionamento ácido na tentativa de se determinar e um consenso entre os pesquisadores a respeito de regime condicionamento apropriado. A proposta deste presente estudo foi examinar o impacto da variação da concentração de ácido HF e tempo de condicionamento, na resistência à flexão bi-axial de uma cerâmica feldspática de baixa utilizada para o uso de restaurações para facetas laminadas. Para tanto, 30 discos da cerâmica Vitadur Alpha (15 X 8 mm) foram confeccionados e condicionados com ácido HF com 3 diferentes concentrações (5, 10 e 20%) e três diferentes tempos de condicionamento (45, 90 e 180 segundos). As medias de resistência flexural, desvio padrão e análise de *Weibull* foi determinada utilizando a resistência flexural biaxial “*ball on ring*”. A profilometria foi utilizada para caracterizar a rugosidade das superfícies condicionadas.

O aumento da concentração de 5 a 10% quando o período 45 segundos foi utilizado resultaram em nenhuma redução significativa na média de resistência à flexão bi-axial e aumentando a concentração ácida para 20% resultou em uma diminuição significativa na média de resistência.

Quando a concentração ácida foi aumentada de 5 para 10 e 20% as médias de rugosidade foram aumentadas. O exame dos perfis revelou um aumento na frequência e formato agudo dos defeitos com o aumento da concentração de HF, embora a amplitude máxima dos defeitos não variasse consideravelmente.

3 PROPOSIÇÃO

O objetivo do trabalho foi:

- a) avaliar os valores de pH da superfície cerâmica após diferentes condicionamentos;
- b) avaliar o ângulo de contato da superfície cerâmica, submetida ao condicionamento com 3 ácidos fluorídricos diferentes;
- c) avaliar a durabilidade da resistência adesiva entre um cimento resinoso e uma cerâmica feldspática, variando-se o tipo de condicionador de superfície.

4 MATERIAL E MÉTODOS

4.1 Material

Os materiais utilizados para a realização da experimental, nome comercial e fabricante e a composição, estão descritos no Tabela 1.

Tabela 1 - Materiais, nome comercial, fabricante e composição.

Material	Nome comercial e fabricante	Composição
Cerâmica	Veneering Materials VITA VM7 (Vita Zahnfabrik, Bad Säckingen, Alemanha)	Si:19,6%; Al:4,9%; K:4,0%; Na:2,4%; Ca:0,7%; C:25,7% e O:42,2%
Ácido fluorídrico 9%	Ultradent Porcelain Etch (Ultradent Products Inc, EUA)	Ácido fluorídrico, água, espessante e corante
Ácido fluorídrico 4%	Porcelain Etchant (Bisco, Schaumburg, IL, EUA)	Ácido fluorídrico, água, espessante e corante
Ácido fluorídrico 5% + neutralizador	Kit IPS Ceramic (Ivoclar Vivadent, Liechtenstein)	Ácido fluorídrico, água, espessante e corante + Neutralizador básico
Cimento resinoso	Panavia F (Kuraray Co, Osaka, Japan)	
Silano	Porcelain Primer (Bisco, Schaumburg, IL, EUA)	Etanol (30-70%); Acetona (30-70%); Silano (MPS)

4.2 Métodos

4.2.1 Medição do pH da superfície cerâmica

4.2.1.1 Obtenção das amostras cerâmicas

Foram confeccionados 96 discos da cerâmica Vita VM7 Dentin 5M2 (Vita Zanhfabrik), conforme as instruções do fabricante. A massa cerâmica foi inserida dentro da matriz (diâmetro: 8mm; espessura: 3mm), e os blocos “verdes” foram submetidos à sinterização em um forno e um programa específico da cerâmica. Considerando que a contração de sinterização da cerâmica é entorno de 20%, as amostras pós-sinterização obtiveram as dimensões aproximadas de 6,4mm x 2,4mm (Figura 1).

A superfície de condicionamento foi planificada e polida em politriz empregando lixas d'água de granulações nº 600, 800 e 1200.



Figura 1 - Amostra para análise de pH com dimensões 6,4mm x 2,4mm.

4.2.1.2 Condicionamento da superfície cerâmica

As amostras de cerâmica foram aleatoriamente divididas em 12 grupos (n=8), conforme o método de condicionamento (Tabela 2) de superfície (CS):

Tabela 2 - Condição experimental para cada um dos 12 grupos.

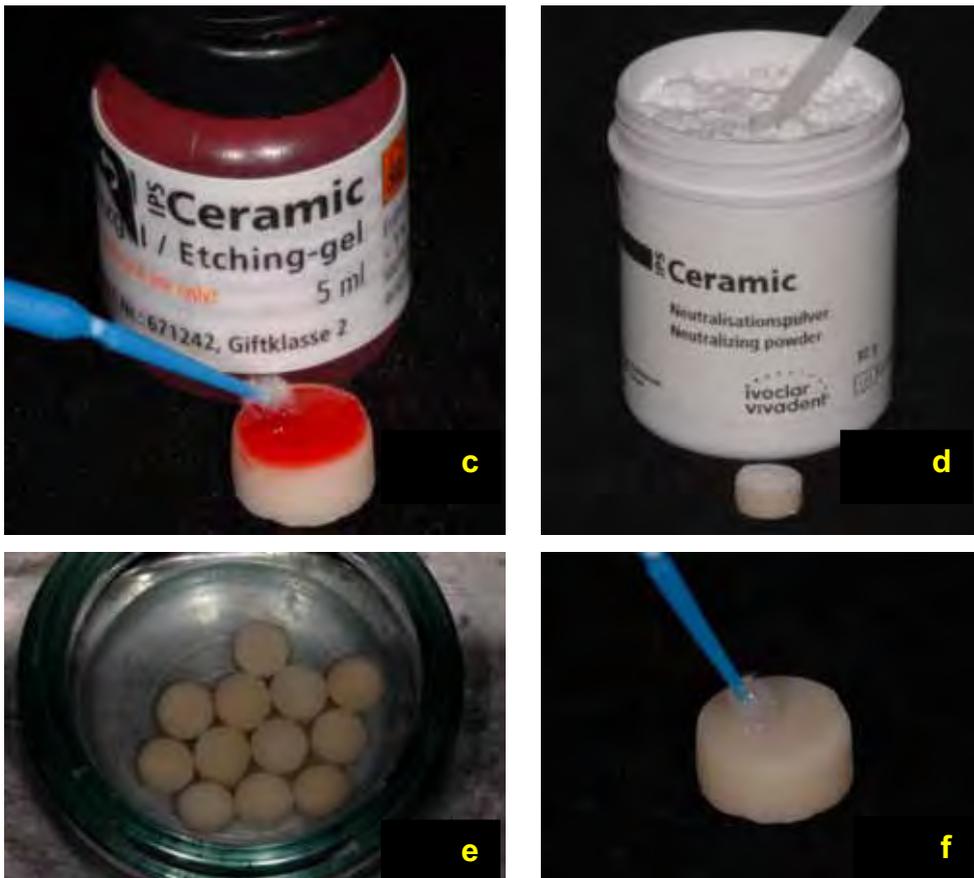
CS1	Nenhum condicionamento
CS2	Condicionamento com o ácido fluorídrico 9% gel (Ultradent Porcelain Etch, Ultradent) por 1 min
CS3	CS-2 + lavagem por 30 segundos + secagem
CS4	CS-3 + aplicação do silano (Porcelain Primer, Bisco) aguardando-se 5 min
CS5	Condicionamento com o ácido fluorídrico 4% gel (Porcelain Etchant Bisco) por 1 min
CS6	CS-5 + lavagem por 30 segundos + secagem
CS7	CS-6 + aplicação do silano (Porcelain Primer, Bisco) aguardando-se 5 min
CS8	Condicionamento com o ácido fluorídrico 5% líquido (IPS Ceramic Etching, Ivoclar Vivadent) por 1 min
CS9	CS-8 + lavagem por 30 segundos + secagem
CS10	CS-9 + aplicação do silano (Porcelain Primer, Bisco) aguardando-se 5 min
CS11	CS-9 + aplicação no neutralizador (IPS Ceramic Neutralizing powder, Ivoclar Vivadent) + lavagem/secagem + limpeza em ultra-som por 5 min em água destilada
CS12	CS-11 + aplicação do silano (Porcelain Primer, Bisco) aguardando-se 5 min

Após cada condicionamento, as amostras foram submetidas à análise de pH da superfície. Os materiais utilizados para o condicionamento da superfície cerâmica estão dispostos na Figura 2 e os processos de condicionamento, neutralização, lavagem em ultrassom e silanização (Figura 3).



Figura 2 - Materiais condicionantes utilizados.





Figuras 3 - a) condicionamento com ácido 9% (CS2); b) condicionamento com ácido 4% (CS3); c) condicionamento com ácido 5%; d) neutralização; e) limpeza em ultra-som; f) silanização.

4.2.1.3 Análise do pH de superfície

O pH da superfície de cada amostra foi obtido por um Potenciômetro digital microprocessado HANNA (Ingold - Mettler Toledo) modelo HI9224 (Figura 4) munido de eletrodo de vidro de superfície de membrana chata de 6mm de diâmetro (Figura 5), cuja resposta é diretamente relacionada à concentração de íons hidrogênio. Este equipamento se utiliza de um eletrodo, com um sistema de referência à base de Ag/AgCl.

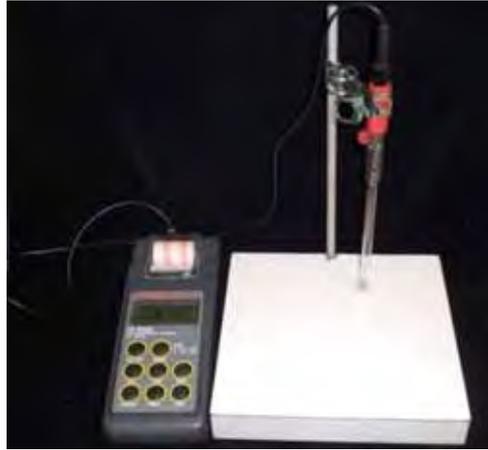


Figura 4 - Potenciômetro digital microprocessado com eletrodo de vidro de superfície de membrana chata.

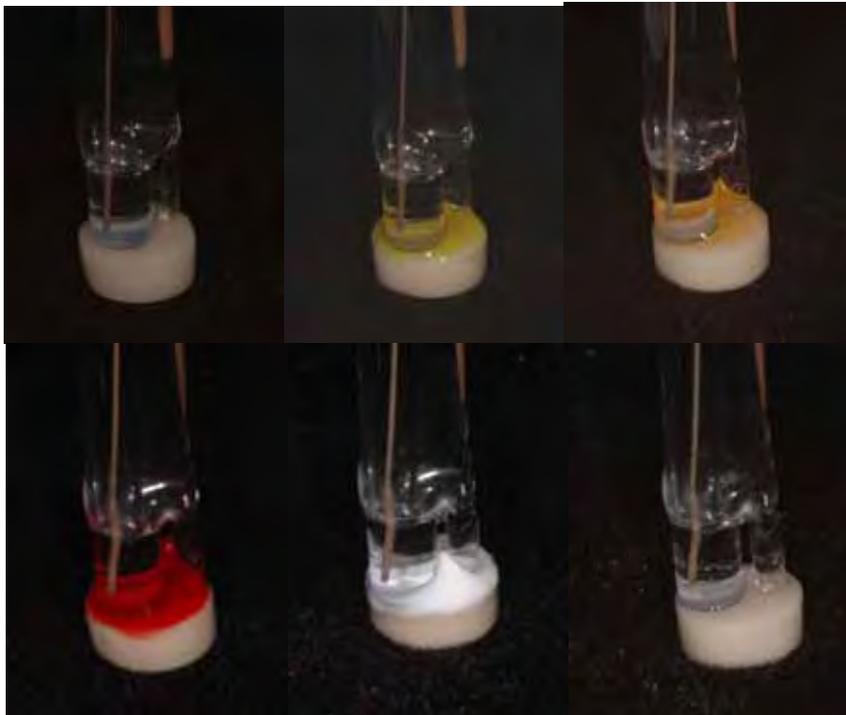


Figura 5 - Eletrodo de vidro de superfície de membrana chata, exemplificando a análise do pH com diferentes condicionamentos de superfície.

4.2.1.4 Análise estatística

Os valores de pH serão submetidos à Análise de Variância 1-fator e ao teste de Tukey ($\alpha=0,05$).

4.2.2 Análise do ângulo de contato

4.2.2.1 Obtenção das amostras cerâmicas

Para esse ensaio, 40 discos da cerâmica Vita VM7 Dentin 5M2 (Vita Zanhfabrik), foram confeccionados com dimensões aproximadas de 6,4mm x 2,4mm. Os procedimentos técnicos foram idênticos aos descritos na “Análise do pH”. Todas as amostras foram lavadas inicialmente em ultrassom com álcool isopropílico por 10 min (Della Bona et al.¹⁷)

4.2.2.2 Condicionamento da superfície cerâmica

As amostras de cerâmica foram aleatoriamente divididas em 5 grupos (n=8), conforme o método de condicionamento de superfície (CS) (Tabela 3):

Tabela 3 - Métodos de condicionamento.

CS1	Nenhum condicionamento
CS2	Ácido fluorídrico 9% (Ultradent Porcelain Etch, Ultradent) gel por 1 min + lavagem por 30s + secagem.
CS3	Ácido fluorídrico 4% (Porcelain Etchant Bisco) gel por 1 min + lavagem por 30s + secagem.
CS4	Ácido fluorídrico 5% líquido (IPS Ceramic Etching, Ivoclar Vivadent) por 1 min + lavagem por 30s + secagem.
CS5	CS-4 + aplicação do neutralizador (IPS Ceramic Neutralizing powder, Ivoclar Vivadent) + lava/seca + limpeza em ultra-som por 5min

O ângulo de contato foi mensurado através de um Goniômetro (Rame-Hart, INC., 100-00, Contact Angle Goniometers -

Montain Lakes – EUA) (Figura 6), em um ambiente com temperatura controlada e interligado à uma unidade computadorizada utilizando-se de um software especializado para a medição do ângulo de contato e energia de superfície (Software RHI 2001 Imaging).

Uma gota de um líquido pré-selecionado (água deionizada) foi colocada sobre a superfície cerâmica através de uma seringa (Figura 6) e o ângulo de contato foi medido após 5 segundos (Jardel et al.²⁵)



Figura 6 - Goniômetro utilizado para medição do ângulo de contato.

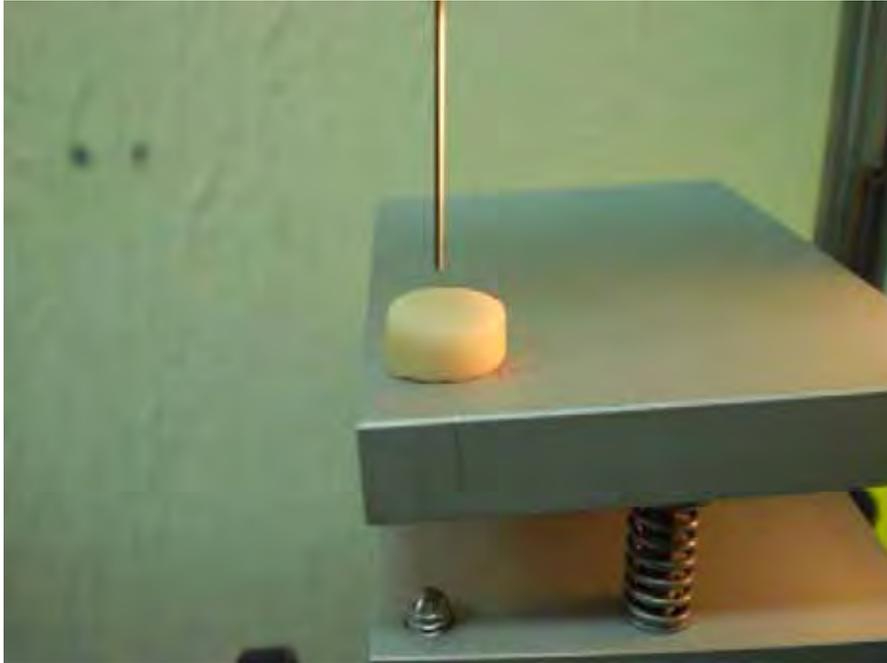


Figura 7 - Seringa utilizada para colocação da gota de água deionizada sobre o disco cerâmico após condicionamento prévio.

4.2.2.3 *Análise estatística*

Os dados de ângulo de contato foram submetidos à Análise de Variância 1-fator e ao teste de Tukey ($\alpha=0,05$).

4.2.3 **Ensaio de microtração**

4.2.3.1 *Obtenção dos blocos cerâmicos*

Foram confeccionados 48 blocos cerâmicos de Vita VM7 (40 blocos para o teste de resistência adesiva e 8 para a análise micro-morfológica da superfície condicionada). Inicialmente, uma matriz em acetato com dimensões de 8mm x 8mm x 6mm foi usinada. A cerâmica Vita VM7 Dentin 5M2 foi manipulada, conforme as instruções do fabricante e a massa cerâmica foi inserida e condensada dentro da matriz. Os blocos “verdes” foram submetidos à sinterização em um forno (Vacumat, Vita) utilizando um programa específico da cerâmica, conforme o fabricante. Considerando que a contração de sinterização da cerâmica é em torno de 20%, os blocos pós-sinterização obtiveram dimensões aproximadas de 6,4mm x 6,4mm x 4,8mm.

A superfície de cimentação (6,4mm x 6,4mm) foi planificada e polida em politriz (Labpol 8-12, Extec, USA) empregando lixas d'água de granulações nº 600, 800 e 1200 (3M, St. Paul, USA).

4.2.3.2 *Obtenção de moldes dos blocos cerâmicos em silicona de adição*

Cada bloco cerâmico foi moldado com silicona de adição de consistência pesada (Elite HD, Zhermach, Badia Polesine, Itália), de modo que o mesmo foi aprofundado dentro da silicona o suficiente para criar uma distância de 3mm entre a porção mais superior do molde e a superfície do bloco. Neste espaço, o cimento Panavia F (Kuraray) foi posteriormente injetado, após a superfície cerâmica ter sido tratada.

4.2.3.3 *Condicionamento da superfície cerâmica*

Os blocos cerâmicos foram aleatoriamente divididos em 4 grupos (N=10), conforme o método de condicionamento de superfície (CS) (Tabela 4):

Tabela 4 - Condicionamento de superfície para o teste de microtração.

Condicionamento de superfície	
CS1	Ácido fluorídrico 9% (Ultradent Porcelain Etch, Ultradent) gel por 1 min + lavagem por 30 segundos + secagem
CS2	Ácido fluorídrico 4% (Porcelain Etchant Bisco) gel por 1 min + lavagem por 30 segundos + secagem
CS3	Ácido fluorídrico 5% (IPS Ceramic Etching, Ivoclar Vivadent) líquido por 1 min + lavagem por 30 segundos + secagem
CS4	CS3 + aplicação no neutralizador (IPS Ceramic Neutralizing powder, Ivoclar Vivadent) + lavagem/secagem + limpeza em ultra-som por 5 mins

O agente de ligação (Porcelain Primer, Bisco) foi aplicado sobre todos os blocos condicionados, aguardando-se 5 min.

4.2.3.4 Cimentação dos blocos cerâmicos

Cada bloco cerâmico tratado foi colocado no seu molde de silicona correspondente. O cimento resinoso Panavia F (Kuraray) foi manipulado, conforme as recomendações do fabricante, e o mesmo foi aplicado dentro do molde sobre a superfície tratada do bloco cerâmico (Özcan et al.³⁷; Özcan & Vallitu³⁹) (Figura 8).



Figura 8 - Cimento resinoso sendo aplicado sobre a superfície cerâmica.

Com o espécime ainda dentro do molde, o cimento foi fotopolimerizado por 40s, pela superfície exposta, utilizando uma unidade foto-ativadora (XL 3000, 3M/Espe). Após 10min, o conjunto bloco cerâmico – cimento resinoso foi removido do molde, e o cimento foi novamente submetido a fotopolimerização pelos cinco lados do bloco (superior e laterais), por 40s cada lado. Os blocos foram lavados com água e armazenados em solução salina (água destilada) a 37°C durante 24h dias, até a preparação dos corpos-de-prova (cp).

4.2.3.5 Obtenção dos corpos-de-prova para o teste de microtração

Os cortes foram executados com disco diamantado 34570 (Microdont) em baixa rotação, sob refrigeração com água, na máquina de corte desenvolvida por Andreatta Filho et al.².

Inicialmente, os blocos foram fixados com adesivo cianoacrilato gel (Super Bonder gel) em uma base metálica (Figura 9) a qual foi acoplada à máquina de corte. Os blocos foram sempre posicionados mais perpendicularmente possíveis em relação ao disco diamantado da máquina. A primeira secção de aproximadamente 0,5mm foi descartada, devido à possibilidade de haver excesso ou ausência de cimento na interface, que poderiam modificar os resultados (Van Noort et al.; Kitasako et al.¹⁷). Após, foram obtidas quatro secções de $0,8 \pm 0,1$ mm de espessura. Cada fatia foi girada em 90° e novamente fixada na base metálica. A primeira secção foi eliminada (0,5mm) pela mesma razão já descrita. Outras quatro secções foram feitas, também com $0,8 \pm 0,1$ mm de espessura. Este mesmo processo foi realizado nas outras duas fatias, perfazendo um total de aproximadamente 9 corpos-de-prova (cp) em média para cada conjunto colado. Deste modo, somente os cp centrais foram empregados.

Os cp apresentaram as seguintes características: i) forma de barra com interface não usinada (“*non-trimmed*”); ii) interface adesiva mais quadrangular possível (simétrica: $\pm 0,8\text{mm} \times \pm 0,8\text{mm}$) com área de aproximadamente $0,6\text{mm}^2$, iii) comprimento de aproximadamente 8mm (Figura 10). (Bianchi et al.⁵, 1999; Shono et al.⁴⁸, 1999; Della Bona et al.¹³, ; Chen et al.⁸; Bottino et al.⁶; Valandro et al.⁵⁶).



Figura 9 e 10 - Conjunto cerâmico/cimento resinoso com base metálica e cp em forma de barra

4.2.3.6 Ciclagem térmica e armazenagem

Os corpos-de-provas obtidos de cada bloco foram divididos aleatoriamente em 2 grupos, de acordo com as condições de armazenagem / ciclagem térmica:

- *Sem termociclagem (seco)* – Cp submetidos ao teste de microtração imediatamente após os cortes;
- *Com termociclagem (TC)* – Cp armazenados em água destilada à 37°C (Estufa Bacteriológica) por 150 dias e durante este período, submetidos à ciclagem térmica (Número de ciclos: 12.000; Temperaturas: 5°C – 55°C com 30s em cada banho e 2s de transição entre os banhos).

Considerando os fatores “condicionamento de superfície” em 4 níveis (CS1, CS2, CS3, CS4), e “condição de armazenagem” dos cp em 2 níveis (seco e TC) (esquema fatorial 4x2), 8 grupos foram constituídos (Tabela 5).

Tabela 5 - Grupos experimentais conforme os fatores do estudo (condicionamento de superfície [4 níveis] e armazenagem [2 níveis]).

	Condicionamento de superfície	Condição de armazenagem	Grupos
CS1	ácido fluorídrico 9% gel por 1 min + lavagem por 30s + secagem	Sem TC	Gr1
		Com TC	Gr2
CS2	ácido fluorídrico 4% gel por 1 min + lavagem por 30s + secagem	Sem TC	Gr3
		Com TC	Gr4
CS3	ácido fluorídrico 5% líquido por 1 min + lavagem por 30s + secagem	Sem TC	Gr5
		Com TC	Gr6
CS4	CS3 + aplicação no neutralizador + lavagem/secagem + limpeza em ultra-som por 5 min	Sem TC	Gr7
		Com TC	Gr8

4.2.3.7 Ensaio de microtração

Cada cp foi fixado com adesivo cianoacrilato gel nas hastes de um paquímetro adaptado para o ensaio. O cp foi posicionado mais paralelo possível ao longo eixo do dispositivo, a fim de minimizar as forças de torção na zona adesiva. Somente as extremidades do cp foram fixadas, permanecendo livre a zona adesiva. O dispositivo foi fixado na máquina de ensaio universal (EMIC DL-1000 - Processo fapesp n. 2001/13978), com melhor paralelismo possível em relação à aplicação da carga de tração. O ensaio foi realizado à velocidade de 1 mm.min^{-1} (Bianchi⁵; Shono et al.⁴; Della Bona et al.¹³; Bottino et al.⁶; Leite et al.²⁸; Melo et al.³³; Valandro et al.⁵⁶).

A resistência de união foi calculada conforme a fórmula $R=F/A$, onde “R” é a resistência (MPa), “F” é a carga para ruptura do cp (N) e “A” a área interfacial do cp (medida com paquímetro digital antes do ensaio) (mm^2).

4.2.3.8 Análise Estatística

Os dados (n=50) foram submetidos à análise de variância 2-fatores e ao teste de Tukey ($\alpha=0,05$).

4.2.3.9 Avaliação do modo de falha

Todos os cp ensaiados foram analisados sob microscopia óptica com aumento de 50x-200x. Algumas amostras de cada grupo experimental foram selecionadas e analisadas em microscópio eletrônico de varredura (Jeol JSM 636). Para isso, elas foram inicialmente fixadas sobre base de alumínio e então metalizadas com ouro (Denton Vacuum). As amostras serão analisadas com aumentos de 100x a 5.000x

Inicialmente, a região da fratura de cada cp foi analisada para se verificar se ocorreu na zona adesiva, que compreende 3 regiões distintas (Della Bona et al.¹³; Della Bona et al.¹²; Bottino et al.⁶; Valandro

et al.⁵⁶). 1^a) interface aderida; 2^a) região da cerâmica mais próxima da interface; 3^a) parte do cimento resinoso mais próxima da interface. As falhas foram então, classificadas em 4 tipos (Della Bona et al.¹²): 1) Adesiva (ADES): fratura na interface entre cimento e cerâmica; 2) Fratura coesiva no cimento (COES-cim); 3) Fratura coesiva na cerâmica (COES-cer); 4) Mista (MIST): fratura adesiva combinada com fratura coesiva do cimento.

4.2.3.10 Avaliação da topografia da superfície cerâmica condicionada

Duas amostras foram condicionadas em cada método (CS1, CS2, CS3, CS4). As amostras não foram silanizadas.

Após o condicionamento, as amostras foram analisadas em um microscópio eletrônico de varredura. Para tanto, elas foram preparadas como para a análise dos cp fraturados. As amostras foram analisadas com aumentos de 100x a 5000x.

5. RESULTADOS

5.1 Análise dos dados de pH

Pelo teste ANOVA (Tabela 6), verificou-se que houve diferença entre os diferentes tipos e técnicas de condicionamento da superfície ($p < 0,0001$).

Tabela 6 – ANOVA para os dados da análise do pH de superfície.

Fonte de variação	GI	SQ	QM	F	P
Condicionamento	11	1253,75	113,977	64,4	0,0000*
Resíduo	132	233,69	1,77		
Total	143	1487,44			

* $p < 0,05$

Na Tabela 7, as médias e desvios-padrão dos dados de pH de superfície e a comparação múltipla de Tukey (5%) são apresentados.

Tabela 7 – Média e desvio padrão de pH proporcionados pelos diferentes condicionamentos (Teste de Tukey, $\alpha=5\%$).

Condicionamento de Superfície	média \pm desvio padrão*
CS6	11,5 \pm 2,6 ^a
CS11	9,6 \pm 2,0 ^b
CS4	9,3 \pm 0,8 ^b
CS7	8,7 \pm 1,9 ^b
CS3	8,6 \pm 2 ^b
CS9	8 \pm 0,3 ^b
CS12	5,6 \pm 0,8 ^c
CS1	5,4 \pm 0,9 ^c
CS10	5,4 \pm 0,7 ^c
CS5	2,7 \pm 0,4 ^d
CS8	2,7 \pm 0,2 ^d
CS2	2,2 \pm 0,2 ^d

*letras iguais indicam semelhança estatística; letras diferentes indicam diferença significativa.

CS1: Nenhum condicionamento; **CS2:** HF 9% gel / 1 min; **CS3:** CS-2 + lavagem / 30 s + secagem; **CS4:** CS-3 + silano; **CS5:** HF 4% gel / 1 min; **CS6:** CS-5 + lavagem / 30 s + secagem; **CS7:** CS-6 + silano; **CS8:** HF 5% líquido / 1 min; **CS9:** CS-8 + lavagem / 30 s + secagem; **CS10:** CS-9 + silano; **CS11:** CS-9 + neutralização + lavagem/secagem + ultra-som / 5 min; **CS12:** CS-11 + silano.

Verificou-se no teste de Tukey que o condicionamento de superfície CS6 (ácido fluorídrico 4% + lavagem por 30s + secagem), obteve o valor médio mais alto comparado aos demais condicionamentos.

Os condicionamentos CS11, CS4, CS7, CS3 e CS9, foram semelhantes entre si e diferiram dos outros grupos. Esses grupos correspondem à neutralização após o condicionamento ácido (CS11 – ácido fluorídrico 5%), à aplicação do agente silano após condicionamento (CS4 – ácido fluorídrico 9% e CS7 – ácido fluorídrico 4%) e à lavagem por 30s após condicionamento ácido (CS3 – ácido fluorídrico 9% e CS9 – ácido fluorídrico 5%).

Os condicionamentos CS5, CS8 e CS2, foram semelhantes entre si e diferiram dos outros grupos. Estas condições correspondem à

análise do pH da superfície após o condicionamento ácido em todas as concentrações estudadas (CS5 – ácido fluorídrico 4%, CS8 – ácido 5% e CS2 – ácido fluorídrico 9%).

A Figura 11 apresenta graficamente os resultados:

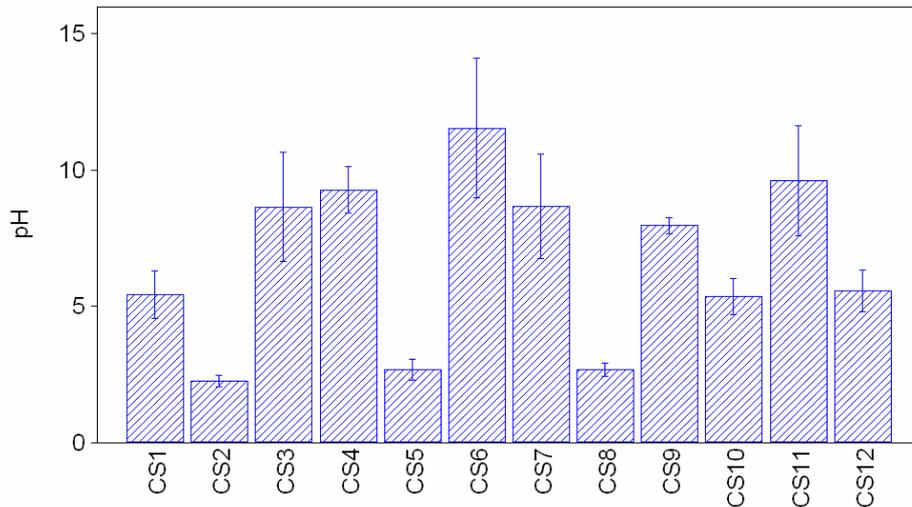


Figura 11 - Gráfico de média e desvio padrão dos resultados de pH, nas diferentes condições.

5.2 Análise dos dados de ângulo de contato

Pela ANOVA, constata-se que os métodos de condicionamento influenciaram significativamente ($P < 0,0001$) os resultados de ângulo de contato (Tabela 8).

Tabela 8 - Teste ANOVA 1-fator dos dados de ângulos de contato.

Fonte de Variação	GI	SQ	QM	F	P*
Condicionamento	4	90603	22650,9	117	0,0000
Resíduo	395	76164	192,8		
Total	399	166767			

*p<0.05

Na tabela 9, as médias e desvios-padrão dos ângulos de contato dos diferentes condicionamentos e a comparação múltipla de Tukey (5%) são mostrados. Os valores estão apresentados graficamente na Figura 12.

Tabela 9 - Média e desvio-padrão (em graus) dos dados de ângulo de contato (teste de Tukey, alpha=5%).

Condicionamento	Médias \pm desvios padrão
CS1	48 \pm 16 ^a
CS5	35,1 \pm 20,8 ^b
CS4	16,5 \pm 10,5 ^c
CS2	11,3 \pm 10,2 ^{cd}
CS3	9,4 \pm 7,7 ^d

CS1: Nenhum condicionamento; **CS2:** HF 9% gel / 1 min + lavagem por 30s + secagem; **CS3:** HF 4% gel / 1 min + lavagem por 30s + secagem; **CS4:** HF 5% líquido / 1 min + lavagem / 30s + secagem; **CS5:** CS-4 + neutralização + lava/seca + ultra-som / 5min.

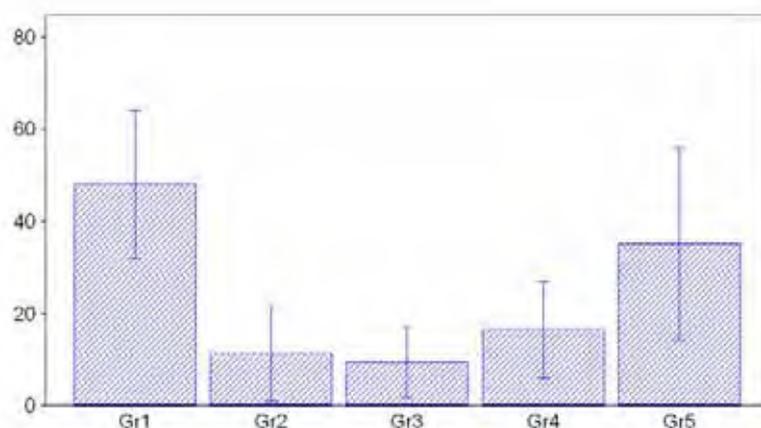
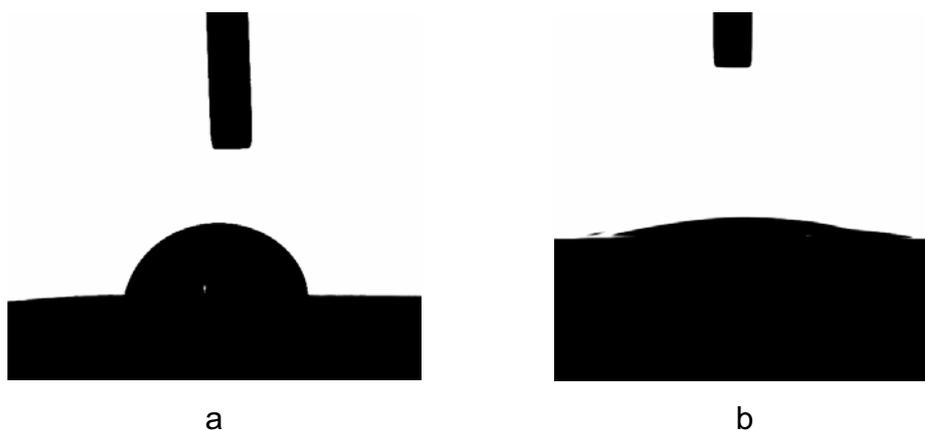


Figura 12 - Gráfico de médias e desvio padrão dos dados de análise do ângulo de contato nos grupos.

O grupo não condicionado (CS1) obteve os maiores valores de ângulo de contato estatisticamente significantes, seguido do CS5 (condicionamento+neutralização+ultrasom). Os menores valores de ângulo de contato foram em ordem crescente foram CS3, CS2 e CS4, os quais correspondem aos condicionados com diferentes ácidos fluorídricos (4%, 9% e 5%, respectivamente), sem neutralização + limpeza em ultrasom.

A Figura 13 demonstra as imagens obtidas pelo Goniômetro, onde foi realizada a análise do ângulo de contato, representando padrões representativos em cada condicionamento de superfície.



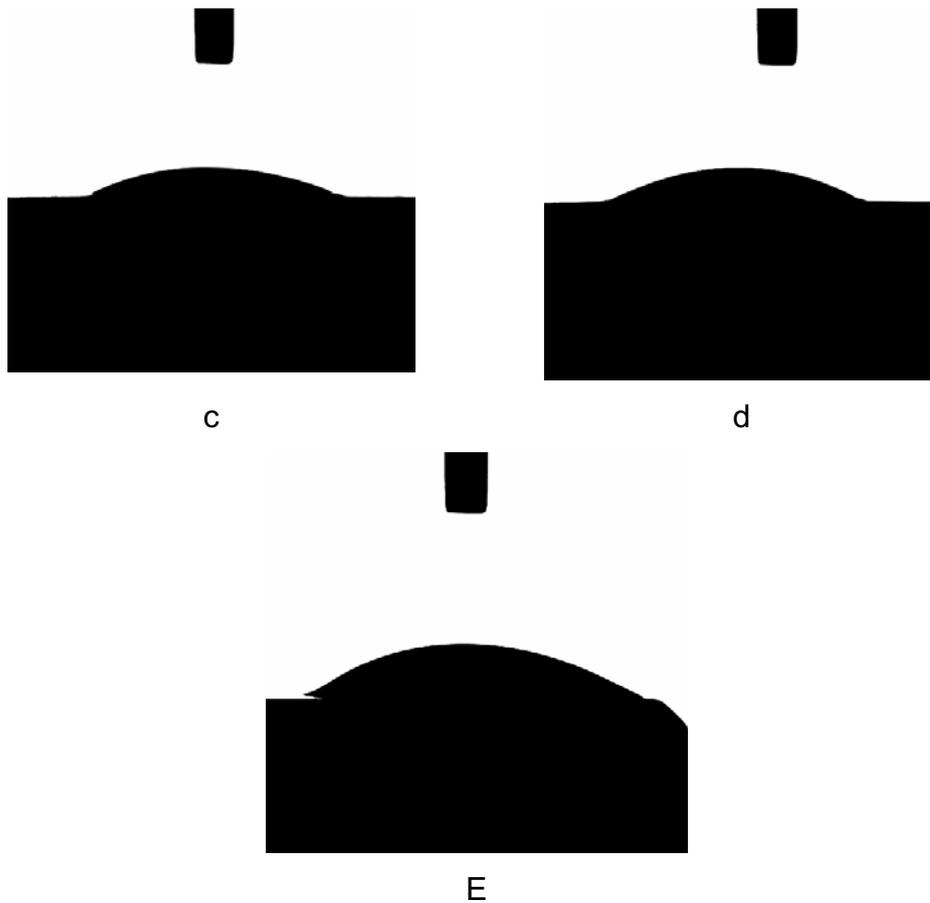


Figura 13 - Fotografias dos ângulos de contato nas superfícies submetidas aos condicionamentos: a) **CS1** – Sem tratamento; b) **CS2** – HF 9% gel / 1 min + lavagem / 30s + secagem; c) **CS3** - HF 4% gel / 1 min + lavagem / 30s + secagem; d) **CS4** - HF 5% líquido / 1 min + lavagem / 30s + secagem; e) **CS5** - CS4 + neutralização + lavagem/secagem + ultra-som / 5 min.

5.3 Análise dos dados de resistência de união

Pela ANOVA 2-fatores, verificou-se que o fator “condicionamento” ($p < 0,0001$) e “armazenagem” ($P = 0099$) foram estatisticamente significantes. A interação desses fatores também foi significativa ($p < 0,0001$) (Tabela 10).

Tabela 10 – ANOVA 2-fatores dos dados de resistência adesiva.

Fonte de Variação	GI	SQ	QM	F	P*
Condicionamento	3	452,40	150,800	14,2 8	0,0000
Armazenagem	1	70,86	70,863	6,71	0,0099
Interação	3	305,01	101,671	9.63	0.0000
Resíduo	392	4138,79			
Total	399	4967,06			

*P<0,05

Com o teste de comparação múltipla de Tukey (Tabela 11) foi possível notar que: (1) considerando somente o fator condicionamento, independente do fator armazenagem, observou-se que CS2=CS1>CS3=CS4; (2) considerando somente o fator armazenagem, independente do fator condicionamento, observou-se que sem TC > com TC; (3) na interação desses 2 fatores, nota-se que houve homogeneidade entre os 8 grupos, tendo CS3 e CS4 pós TC os menores valores de resistência adesiva. Apenas a resistência adesiva do CS4 obteve significativa redução da resistência adesiva após TC.

Tabela 11 – Média (\pm desvio padrão) dos dados de resistência adesiva (MPa) das condições experimentais estabelecidas pelas variáveis condicionamento e armazenagem.

Condicionamento	Armazenagem		Total
	Sem TC	Com TC	
CS1	14,4 \pm 2,7 ^{ab}	13,9 \pm 4,5 ^{abc}	14,1 \pm 3,7
CS2	14,3 \pm 3,1 ^{abc}	15,5 \pm 3,2 ^a	14,9 \pm 3,2
CS3	12,7 \pm 3,6 ^{bc}	12,4 \pm 2,7 ^{cd}	12,6 \pm 3,2
CS4	14,2 \pm 3,1 ^{abc}	10,6 \pm 2,6 ^d	12,4 \pm 3,4
Total	13,9 \pm 3,2	13,1 \pm 3,8	

*letras iguais indicam semelhança estatística; letras diferentes indicam diferença significativa.

CS1: HF 9% gel / 1 min + lavagem / 30s + secagem + silano sem TC (Gr1) e com TC (Gr2);
CS2: HF 4% gel / 1 min + lavagem / 30s + secagem + silano sem TC (Gr3) e com TC (Gr4);
CS3: HF 5% líquido / 1 min + lavagem / 30s + secagem + silano sem TC (Gr5) e com TC (Gr6);
CS4: CS3 + neutralização + lava/seca + ultra-som / 5min + silano sem TC (Gr7) e com TC (Gr8).

Os dados de resistência adesiva dos 8 grupos estão graficamente representados na Figura 14:

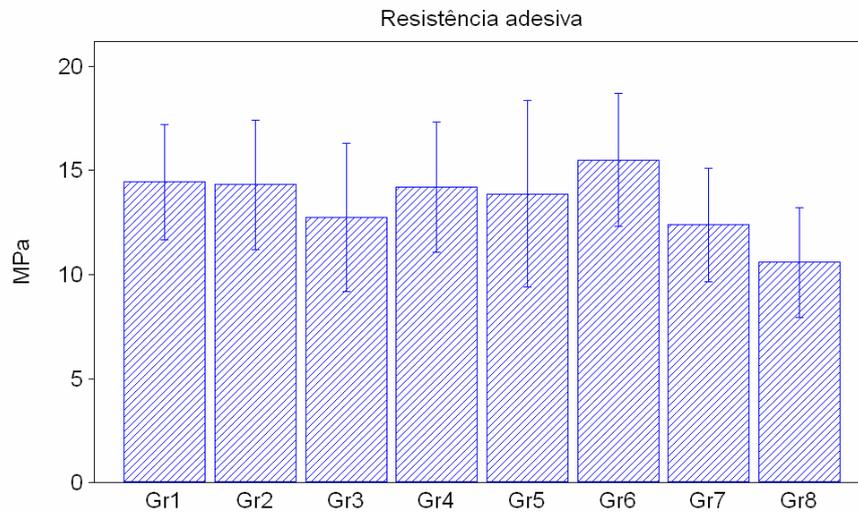


Figura 14 – Gráfico de colunas (média \pm desvio padrão) dos dados de resistência adesiva (MPa) para as 8 condições experimentais.

5.3 Avaliação do modo de falha

A Tabela 12 apresenta os números e percentuais dos tipos de fratura dos espécimes submetidos ao teste de microtração. Nenhuma fratura adesiva foi encontrada após avaliação sob microscopia óptica. Falhas coesivas no cimento e na cerâmica foram encontradas em alguns casos. A maioria das fraturas observadas foi do tipo Mista.

Tabela 12 - Número e percentuais dos tipos de fratura nos 8 grupos.

Grupos	% total e cp	TIPO DE FRATURA*			
		Adesiva	COES ^{cim}	COES ^{Cer}	Mista
Gr1	45 (100%)	0 (0%)	1 (2,2%)	0 (0%)	44 (97,8%)
Gr2	45 (100%)	0 (%)	2 (4,4%)	1 (2,2%)	42 (93,4%)
Gr3	45 (100%)	0 (%)	0 (0%)	0 (0%)	45 (100%)
Gr4	45 (100%)	0 (0%)	0 (0%)	4 (8,8%)	41 (9,2%)
Gr5	45 (100%)	0 (0%)	0 (0%)	3 (6,6%)	42 (93,4%)
Gr6	45 (100%)	0 (0%)	1 (2,2%)	2 (4,4%)	42 (93,4%)
Gr7	45 (100%)	0 (0%)	0 (0%)	0 (0%)	45 (100%)
Gr8	45 (100%)0	0 (0%)	3 (6,6%)	0 (0%)	42 (93,4%)
Total	360 (100%)	0 (0%)	7 (1,9%)	10 (2,7%)	343 (95,4%)

***Adesiva**: fratura na interface entre cimento e cerâmica; **COES^{cim}**: fratura coesiva no cimento; **COES^{Cer}**: fratura coesiva na cerâmica; **Mista**: fratura adesiva combinada com fratura coesiva do cimento.

As micrografias representativas obtidas em MEV das faces adesivas dos cp submetidos ao teste de microtração estão apresentadas abaixo.

As figuras 15a e 15b (85x) representam uma fratura do tipo mista, onde pode-se observar os dois tipos de resíduos nas superfícies fraturadas (cerâmica/cimento). A figura 15c (400x) observa-se traços do início da fratura na porção cerâmica do cp, evidenciando em maior aumento na figura 15d (1300x).

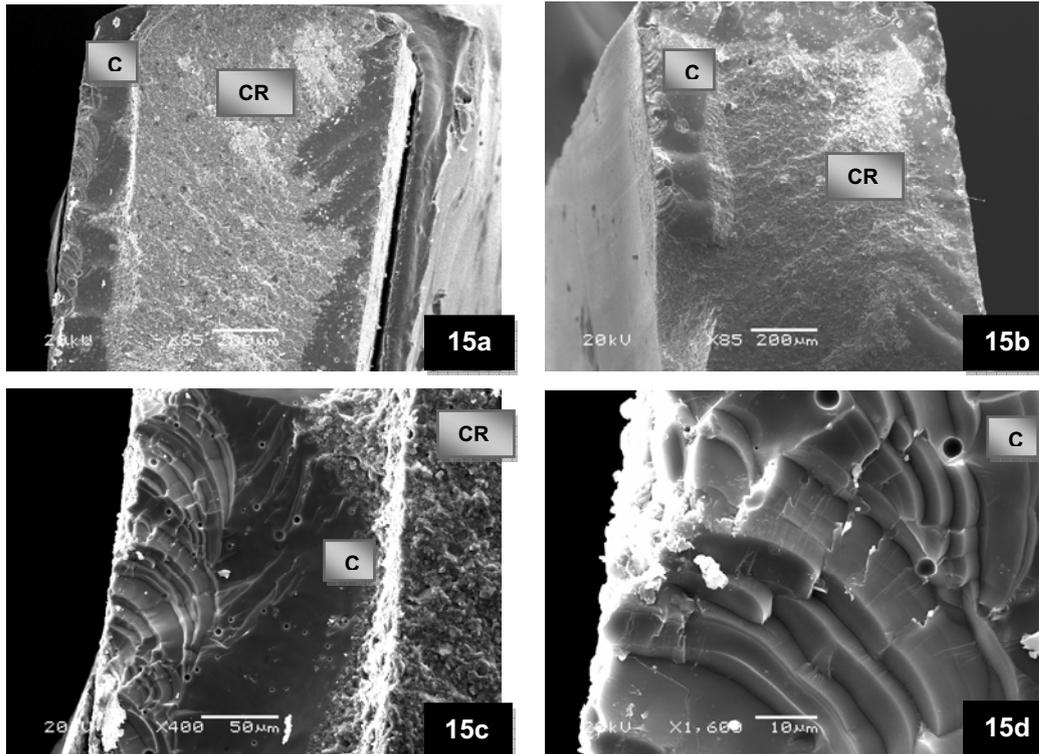


Figura 15 – micrografia representativa do cp representando um tipo de falha mista, onde C= cera mica e CR = cimento resinoso: a) porção cerâmica da barra fraturada com resíduo de material resinoso; b) porção de cimento resinoso com resíduo cerâmico; c) aumento de 400x da porção da provável região do início da fratura no material cerâmico; d) aumento de 1600x do início da fratura.

Nas figuras 16a e 16b, representam uma fratura do tipo mista, com uma maior quantidade de resíduo de cimento resinoso.

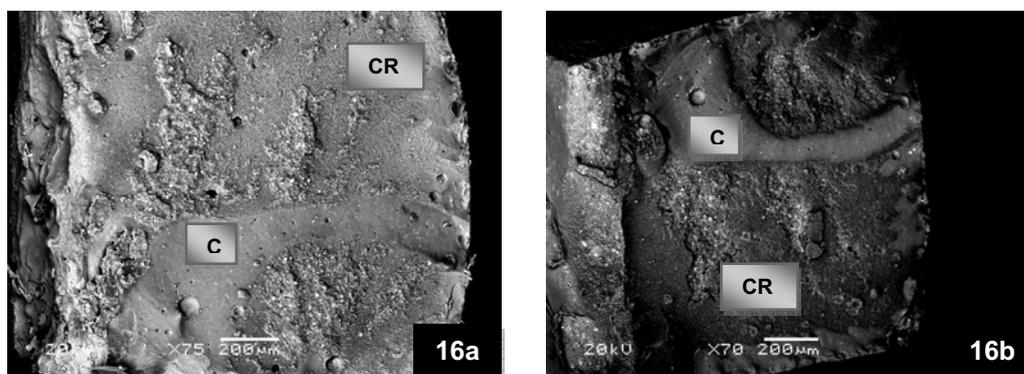


Figura 16 - Micrografias representativas das fraturas do tipo mista cp após o ensaio de microtração (MEV – 75x a, 70x b), onde C = cerâmica e CR = cimento resinoso a) porção cerâmica da barra; b) porção de cimento resinoso da barra.

As figuras 17a e 17b, representam imagens de MEV de uma fratura do tipo coesiva de cimento (COES^{cim}), onde se observa apenas resíduo de cimento resinoso em ambas superfícies fraturadas. Observa-se também a presença de bolhas negativas e positivas nas diferentes superfícies.

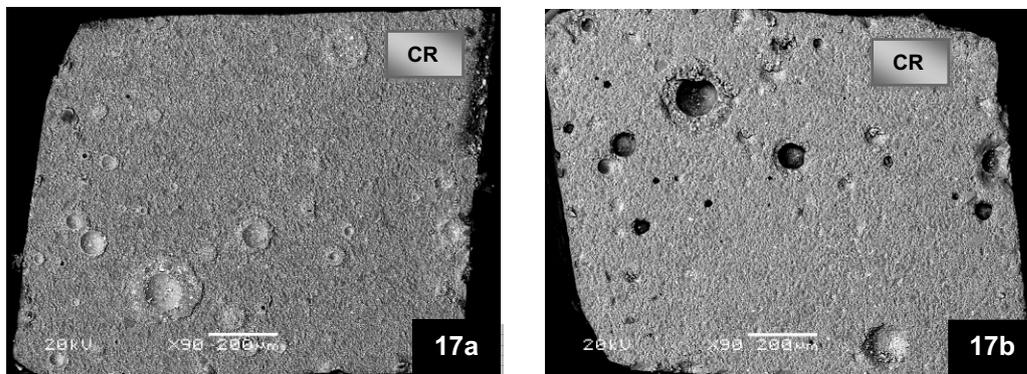


Figura 17- Micrografias representativas das fraturas do tipo coesiva de cimento a) porção cerâmica da barra com remanescente de cimento resinoso (CR) e bolhas positivas; b) porção de cimento resinoso da barra com a presença de bolhas negativas.

5.5 Análise topográfica por MEV

As micrografias obtidas em MEV de amostras submetidos aos diferentes condicionamentos com ácido fluorídrico (sem aplicação do silano) estão apresentadas abaixo.

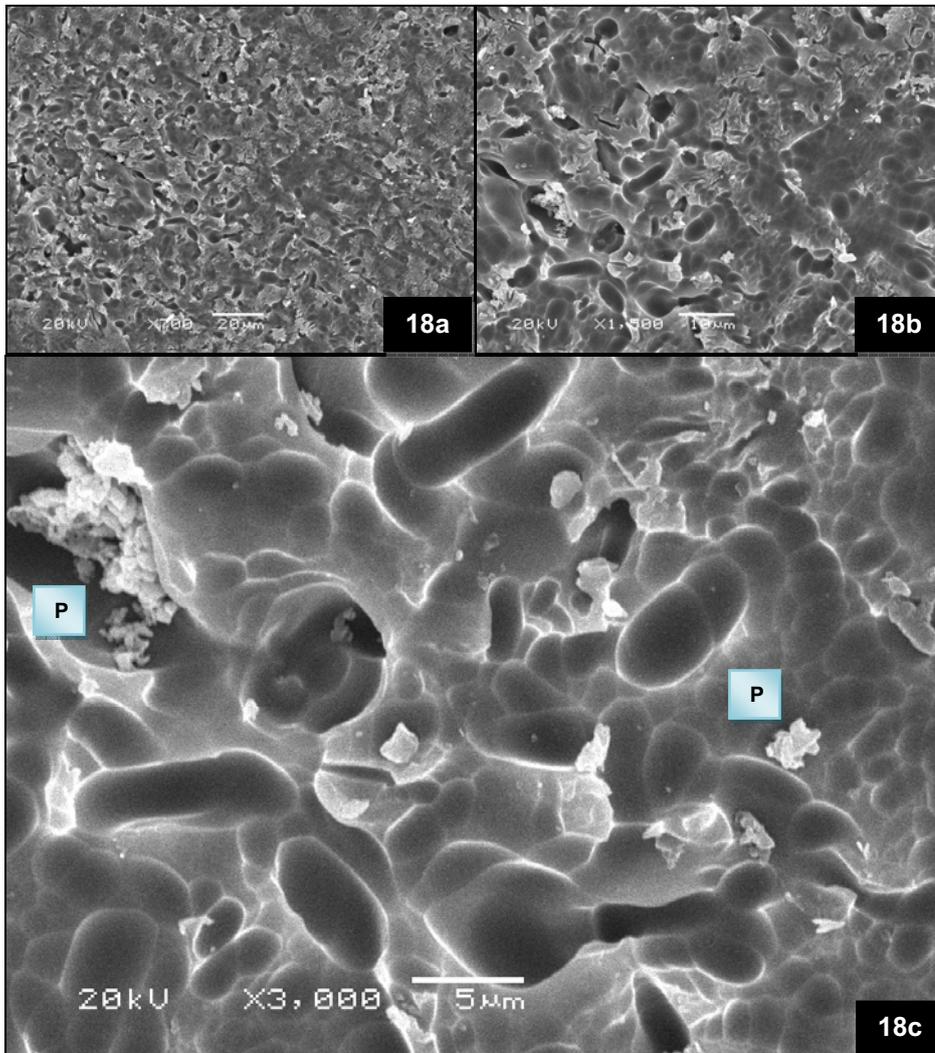


Figura 18 - micrografia representativa da superfície tratada com CS1 - HF 9% gel / 1 min + lavagem / 30s + secagem (700x a, 1500x b e 3000x c). Na figura 18c, aspecto topográfico das crateras criadas após condicionamento, com a presença de imagens sugestivas de precipitado (P) que pode ser proveniente da reação com o condicionador ácido.

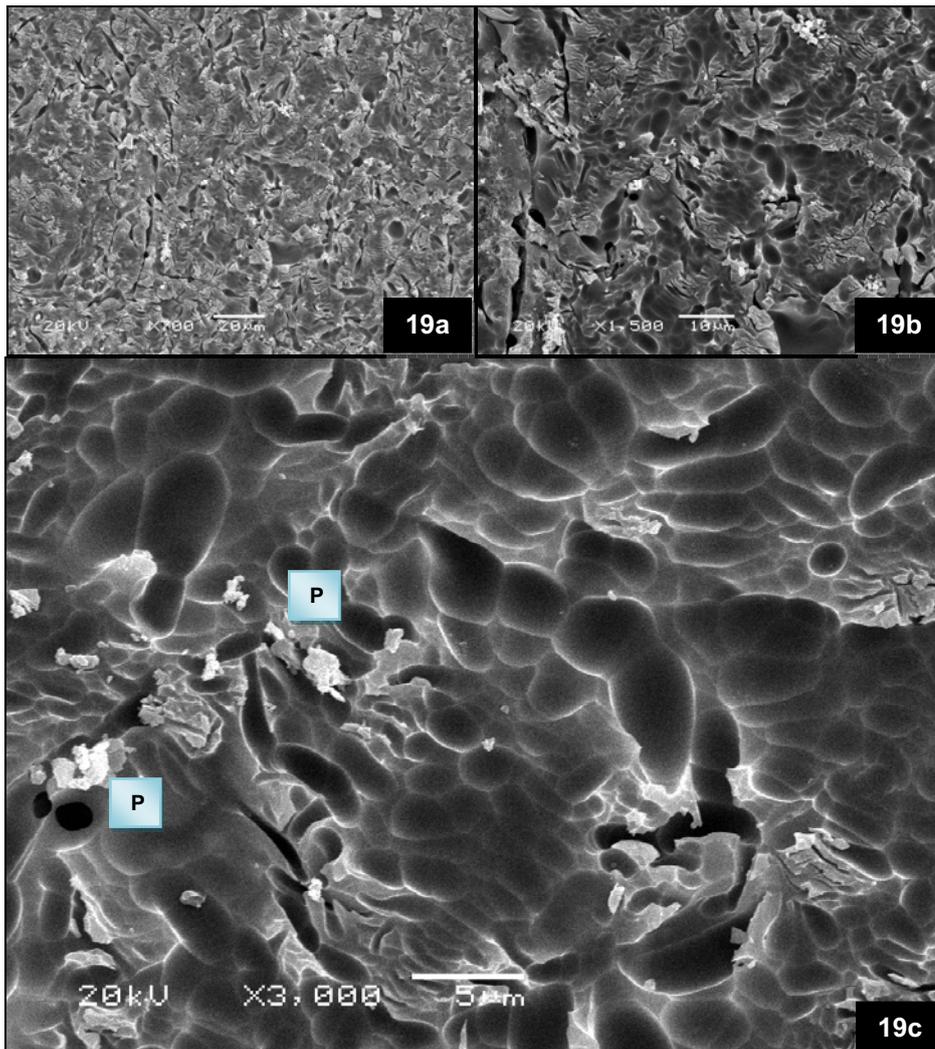


Figura 19 - micrografia representativa da superfície tratada com CS₂ - HF 4% gel / 1 min + lavagem / 30s + secagem (700x a, 1500x b e 3000x c). Na figura 19c, aspecto topográfico das crateras criadas após condicionamento, com a presença de imagens sugestivas de precipitado (P) que pode ser proveniente da reação com o condicionador ácido.

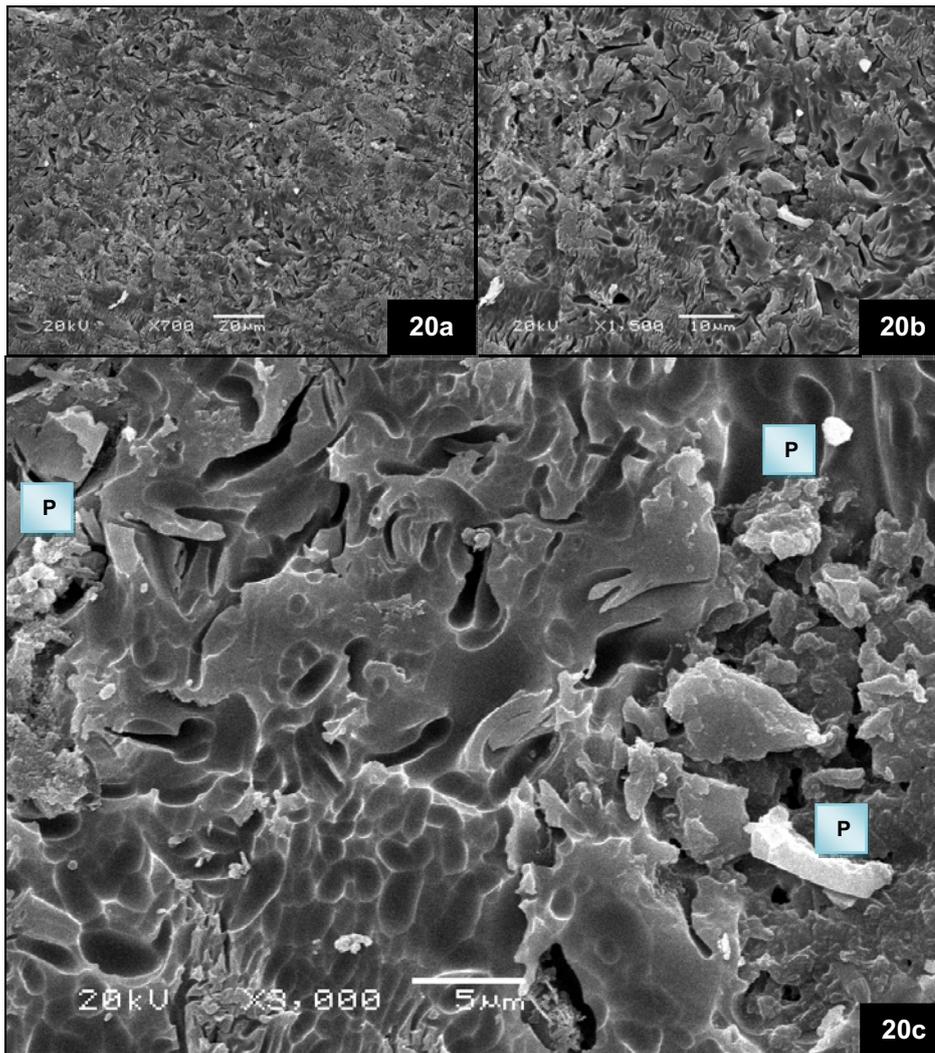


Figura 20: micrografia representativa da superfície tratada com CS3 - HF 5% líquido / 1 min + lavagem / 30s + secagem (700x a, 1500x b e 3000x c). Na figura 20c, aspecto topográfico das crateras criadas após condicionamento, com a presença de imagens sugestivas de precipitado (P) que pode ser proveniente da reação com o condicionador ácido.

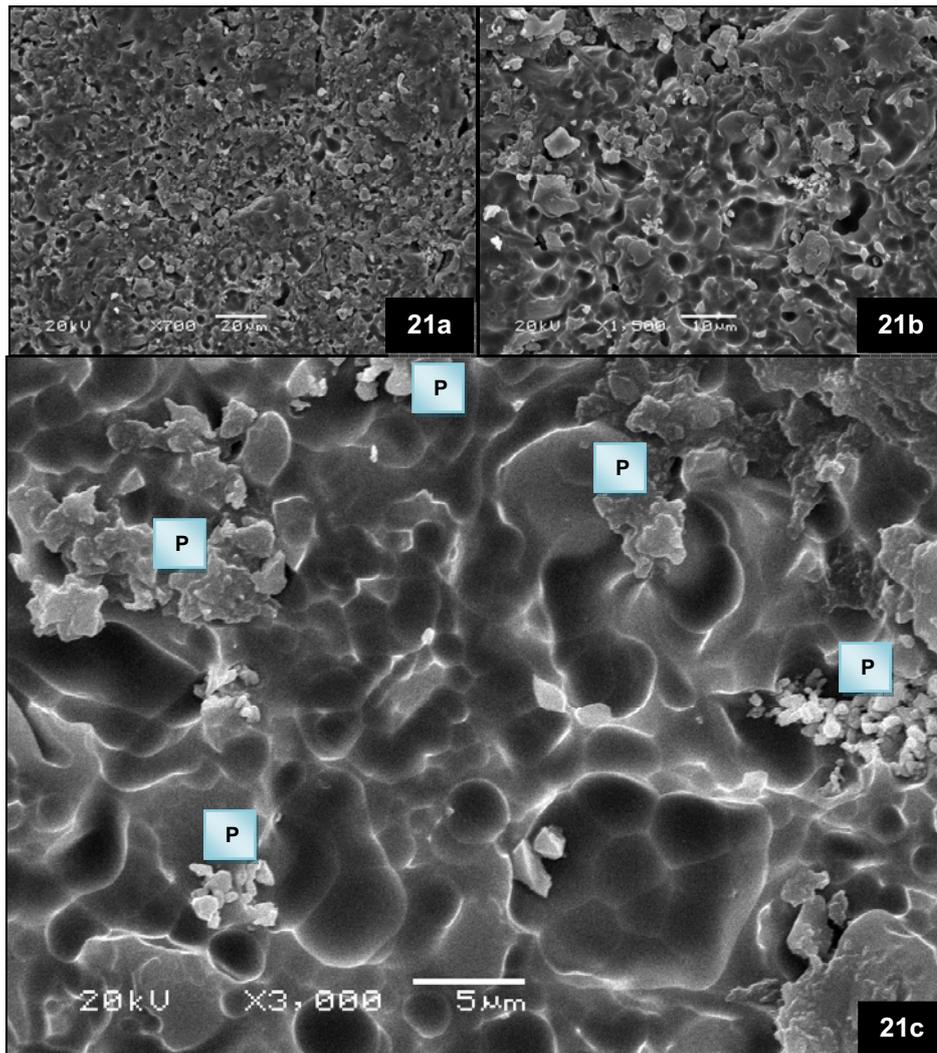


Figura 21 – micrografia representativa da superfície tratada com CS4 – HF 5% líquido / 1 min + lavagem / 30s + secagem (CS3) + neutralização + lavagem/secagem + ultra-som / 5min (700x a, 1500x b e 3000x c). Na figura 21c, aspecto topográfico das crateras criadas após condicionamento, com a presença de imagens sugestivas de precipitado (P) que pode ser proveniente da reação com o condicionador ácido.

6. DISCUSSÃO

Para a adesão de cimentos resinosos à restaurações de cerâmicas baseadas em óxido de sílica (feldspáticas), o condicionamento ácido da superfície antes da aplicação do silano e do cimento resinoso é geralmente recomendado, na intenção de se obter uma superfície retentiva micro-mecanicamente (Roulet & Degrange⁴²; Thordup et al.⁵⁵). O condicionamento com ácido fluorídrico seguido da aplicação do agente silano aumenta a adesão de cimentos resinosos a cerâmicas feldspáticas (Jardel et al.²⁴; Canay et al.⁷).

Em um estudo sobre a relação entre o pH de agentes silanos, da superfície cerâmica e a adesão à cimentos resinosos com dupla polimerização, Foxton et al.²⁰ concluíram que o tratamento ácido da superfície cerâmica e a duração dos tempos de lavagem da superfície cerâmica alteram o pH de superfície e promovem diferentes pH de superfície em ambos tipos de ácidos (ácido fosfórico 40% e ácido fluorídrico 20%). Quando foi utilizado um maior tempo de lavagem, o pH de superfície foi aumentado, e a resistência de união diminuiu nos grupos onde foi utilizado um silano sem monômeros fosfatados, entretanto, não houve diferença significativa na resistência de união nos grupos com monômeros fosfatados. O tratamento ácido da superfície da cerâmica de óxido de sílica provavelmente aumentou a concentração de íons H⁺ na superfície o que em alta quantidade, pode ativar o γ -MPS (derivados do agente silano) quando não há presença de monômeros fosfatados no agente silano. Os resultados obtidos nesse estudo mostraram que durante o condicionamento utilizando ácidos com diferentes concentrações, o pH de superfície diminuiu drasticamente (CS2, CS5 e CS8) em relação ao CS1 (nenhum condicionamento). Após a lavagem e secagem, essas amostras obtiveram um aumento significativo no pH. Esses achados se diferem aos de Foxton em 2003²⁰, quando o pH de

superfície, depois que o ácido fluorídrico ou fosfórico foi aplicado na superfície cerâmica e lavado por 15s, uma redução significativa ocorreu no pH de superfície ($p < 0.05$). Quando o tempo de lavagem foi aumentado, o pH de superfície aumentou também, com um significativo aumento ocorrendo quando o tempo de lavagem subiu de 15 para 60s para os dois tipos de ácido ($p < 0.05$). Para cada período de lavagem não houve diferença significativa no pH de superfície entre condicionamento com ácido fluorídrico e fosfórico ($p > 0.05$).

Foi encontrado também que após a remoção do ácido pela lavagem da superfície por 30 segundos e secagem (CS3, CS6 e CS9) os valores de pH aumentaram, ultrapassando os valores de pH da superfície sem nenhum condicionamento. Este fenômeno pode ocorrer devido ao fato da reação química ocorrida sobre a superfície cerâmica após o condicionamento ácido, promover subprodutos (precipitado ácido e um sal) com valor de pH mais elevados que a superfície não condicionada. Em outros estudos, a necessidade de neutralização e limpeza com ultrassom da superfície cerâmica, tem sido associada limitação do efeito ácido do ácido fluorídrico na cerâmica, criando um padrão de condicionamento regular e uniforme (Saavedra, et al.⁴⁵, Flôr et al.¹⁹). No nosso estudo, foi comprovado que a lavagem por 30s e secagem da superfície cerâmica, foi suficiente para que o pH da superfície cerâmica aumentasse seus valores (CS3 = $8,6 \pm 2$, CS6 = $11,5 \pm 2,6$, CS9 = 8 ± 0.3), indicando a redução significativa da acidez da superfície cerâmica sem a necessidade de se realizar a neutralização dessa superfície após condicionamento ácido.

Com a aplicação do agente silano sobre a superfície condicionada, as superfícies cerâmicas aumentaram significativamente os valores de pH (CS4, CS7) ou se mantiveram estatisticamente semelhantes (CS10 e CS12) à superfície cerâmica sem nenhum condicionamento. A condição experimental CS12 corresponde à superfície cerâmica condicionada pelo ácido fluorídrico 5% líquido / 1 min, seguida de lavagem/secagem, neutralização, lavagem/secagem, limpeza

em ultra-som e aplicação do silano. O pH dessa superfície assemelhou-se a superfície cerâmica sem nenhum condicionamento o que seria um indicativo da efetividade da neutralização do condicionamento. Entretanto, grupos onde não foi realizada a neutralização e lavagem em ultra-som, os valores de pH se mantiveram semelhantes ou maiores que CS12. Quando se relaciona esses achados de pH com os resultados de resistência adesiva, observa-se nitidamente que houve uma relação positiva entre altos valores de pH e mais altos valores de resistência adesiva, uma vez que os condicionamentos CS4 e CS7 (mais altos valores de pH) correspondem aos condicionamentos CS1 e CS2, respectivamente. Ao contrário, mais baixos valores de pH (CS12 e CS10) vinculam-se a mais baixos valores de resistência adesiva (CS3 e CS4). Esses eventos podem estar relacionados aos fenômenos químicos relativos à acidez na superfície com conseqüente incompatibilidade química do cimento resinoso com a superfície cerâmica.

Os adesivos e materiais resinosos são todos polimerizados pelo mecanismo dos radicais livres de vinil. Quando um material resinoso é fotopolimerizado na presença do ar da atmosfera, existe uma grande reatividade do oxigênio com os radicais livres. Quando um adesivo é fotopolimerizado na presença do ar da atmosfera, uma camada inibidora de oxigênio é inevitavelmente formada, onde o oxigênio está reagindo com os radicais livres. (Ruyter⁴⁴). A espessura dessa camada depende da viscosidade do material resinoso, o qual inibe o índice de difusão do oxigênio (Rueggerberger & Margeson⁴³; Finger et al.¹⁸). Normalmente a aplicação de um material resinoso sobre uma superfície, promove uma incompleta reatividade dos oligômeros, por estar sob de uma fonte contínua de oxigênio. Existe uma competição entre essa reação com os radicais livres pelo remanescente de oxigênio presente e a geração de novos radicais livres, formados pelos iniciadores dos materiais resinosos (efeito cinético). Quando a geração de radicais livres é abundante, a polimerização é conseguida. O oxigênio remanescente na camada

inibidora é consumido em uma reação de redução entre a polimerização do iniciador e o acelerador da resina.

Nos casos onde houve a formação de um meio ácido, a camada de inibição de oxigênio soma-se a outros dimetacrilatos, monômeros vinil ácidos com grupos carboxi ou éster fosfato.

A acidez pós-condicionamento ácido, somada a polimerização química dos cimentos duais, promove uma interação dos monômeros residuais ácidos na camada de inibição do oxigênio, com o catalisador de peróxido de amina, que são normalmente incorporados à materiais de cimentação com ativação química. Yamauchi et al.⁵⁷, sugere que os monômeros resinosos ácidos são polimerizados de maneira ineficaz, na presença do sistema de redução do peróxido de amina, conforme aminas terciárias foram neutralizadas pelos monômeros resinosos ácidos e perderam sua capacidade de redução. A diluição da concentração dos radicais livres na “zona intermediária de polimerização” pode resultar em uma pequena ou nenhuma polimerização, dependendo da acidez e concentração de monômeros resinosos ácidos.

Quando correlacionamos às condições Condicionamento X Armazenagem (Tabela 8), encontramos valores com grande homogeneidade entre os grupos, sendo os grupos CS3 (12.383) e CS4 (10.584) após a armazenagem, semelhantes entre si e os que obtiveram menores valores de resistência de união. Os valores semelhantes mostram que os diferentes condicionamentos e a técnica de neutralização, não promoveram maiores valores de adesão. Após o tempo de armazenagem (150 dias), os grupos submetidos condicionamento com ácido 5% e o uso do mesmo ácido associado à neutralização, obtiveram os menores valores de resistência adesiva. Estes valores diferiram de trabalhos como de Leite³⁰ e Saavedra et al.⁴⁵, onde foram encontrados maiores valores após neutralização com bicarbonato de sódio e lavagem em ultrassom.

O ângulo de contato de um líquido sobre um substrato é usado como um indicador da energia de superfície total e molhabilidade

do aderente (adesivo, cimento resinoso, resina composta) (Zisman⁵⁸). Aumentando-se a energia livre do substrato e a molhabilidade do aderente, conseqüentemente esse último escoará com mais facilidade sobre o substrato (Lu et al³¹).

Jardel et al.²⁴ correlacionaram a topografia de superfície à resistência de união de duas cerâmicas condicionadas com ácido fluorídrico 10% e silanizadas. Os resultados mostraram que a combinação condicionamento ácido + silanização proporcionam mais altos valores de adesão. Em um estudo subsequente, (Jardel et al.²⁵), usando as mesmas condições experimentais, foi avaliado a energia de superfície em relação à rugosidade topográfica causada pelo condicionamento ácido nas duas cerâmicas. Os resultados mostraram que o condicionamento ácido, aumentou o potencial adesivo nas duas cerâmicas utilizadas (GC - GC Ceramic e PVS ceramic – SS White).

Os maiores potenciais adesivos foram encontrados quando a superfície cerâmica foi condicionada, na ordem crescente, com ácido fluorídrico 4% (9,4050°), 9% (11,261°) e 5% (16,457°). As amostras submetidas ao condicionamento com ácido fluorídrico 5%, neutralização e lavagem em ultra-som obtiveram os maiores valores de ângulo de contato (35,127°) e portanto com menor potencial adesivo, especialmente comparado ao condicionamento com o mesmo ácido, sem neutralização. O menor potencial adesivo, estatisticamente diferente de todos os outros tratamentos (48,011°), foi o encontrado no grupo “sem condicionamento”.

Esses achados do potencial adesivo pelos ângulos de contato refletem os resultados de resistência adesiva. Justamente o grupo com menor potencial adesivo (maior ângulo de contato), observado no grupo neutralizado, obteve os menores valores de resistência adesiva.

Em relação à diferença encontrada entre os grupos condicionados com ácido (figuras 5, 6 e 7), comparada as amostras sem condicionamento (apenas o polimento com lixas d'água de granulações nº 600, 800 e 1200) (figura 4), outros trabalhos encontraram diferenças entre na energia de superfície, sempre comparada ao aspecto topográfico das

amostras em Microscopia Eletrônica de Varredura (Jardel et al.²⁵; Della Bona et al.¹⁵). Quanto maiores forem os poros, sulcos e fendas, maior a área de superfície e maior o potencial adesivo da amostra, diminuindo assim, o ângulo de contato. A proposta de neutralizar e lava-las em, é remover o precipitado que se deposita sobre a superfície cerâmica (Canay et al.⁷; Leite³⁰) Entretanto, no presente estudo foi constatado que este procedimento diminui a molhabilidade da superfície cerâmica, tendo os valores de ângulo de contato estatisticamente mais altos que os valores das amostras apenas condicionadas e não neutralizadas. A neutralização da superfície cerâmica foi introduzida com a intenção de promover a união cerâmica/cimento, mas alguns trabalhos demonstraram que este procedimento não teve influência nos resultados (Aida et al.¹).

Os resultados de resistência de união mostraram diferença estatística entre os grupos condicionados com ácido fluorídrico 4% e 9% em relação aos grupos condicionados com ácido fluorídrico 5% e o mesmo condicionamento + neutralização e limpeza em ultra-som. O condicionamento ácido pode ser explicado pela sua natureza química, onde o ácido fluorídrico reage preferencialmente com a sílica presente nas cerâmicas feldspáticas (como a Vita VM7), formando hexafluorsilicatos (Chen et al.⁹).

7. CONCLUSÕES

- 1 Durante o condicionamento ácido, os valores de pH caem consideravelmente e com a lavagem/secagem, o meio volta a tornar-se básico (mais alto pH), persistindo básico após silanização. A neutralização não promoveu aumento do pH.
- 2 Potencial de adesão mais alto (baixos ângulos de contato) foram observados com os grupos condicionados com ácidos em diferentes concentrações, quando comparados ao grupo não condicionado e ao grupo submetido à neutralização ácida pós-condicionamento.
- 3 Estáveis resistências adesivas foram obtidas quando a superfície cerâmica foi condicionada com ácido fluorídrico 9%, 5% e 4%, enquanto que redução significativa da resistência adesiva foi notada quando a superfície cerâmica foi neutralizada e limpa em ultra-som pós-condicionamento.
- 4 Parece haver relação entre baixos valores de resistência adesiva e pH baixo.
- 5 Menores ângulos de contato (alto potencial adesivo) refletiram mais altos valores de resistência adesiva.

8 REFERÊNCIAS*

- 1 Aida M, Hayakawa T, Mizukawa K. Adhesion of composite to porcelain with various surface conditions. *J Prosth Dent* 1995;73:464-70.
- 2 Andreatta Filho OD, Galhano G, Bottino MA, Pelogia F, Valandro LF, Nishioka RS. Effect of the thermocycling on bond strength of an aluminous ceramic to a resin cement. *Braz Dent Sci.* 2003;6(3):32-9.
- 3 Arkles B. Tailoring surfaces with silanes. *Chemtech.* 1977;7:766-8.
- 4 Bargui N, Shoaee A, Taubert T. Etchants and Leucite concentration: their effects on porcelain composite bond [abstract]. *J Dent Res* 77:167,1998.
- 5 Bianchi B. Estudo sobre a resistência à microtração em função das dimensões, modo de apreensão e formato do corpo-de-prova. 1999. [dissertação]. São Paulo: Faculdade de Odontologia da Universidade de São Paulo, 1999.
- 6 Bottino MA, Valandro LF, Buso L, Scotti R. Effect of surface treatments on the resin bond to zirconium-based ceramic. *Int J Prosthodont.* 2005;18(1):60-5.
- 7 Canay S, Hersek N, Ertan A. Effect of different acid treatments on a porcelain surface. *J Oral Rehabil.* 2001;28(1):95-101.
- 8 Chen KK, Shono Y, Ogawa T, Kozono Y, Terashita M. Fracture aspects of resin-dentin bonding in non-trimming microtensile test. *Dent Mater J.* 2001;20:315-32.
- 9 Chen. J H, Matsumura H, Atsuta M. Effect of different etching periods on the Bond strength of a composite resin to a machinable porcelain. *J Dent.* 1998;28(1):53-8.
- 10 Debnath S, Wunder SL, McCool JI, Baran GR. Silane treatment effects on glass/resin interfacial shear strengths. *Dent Mater* 2003;19:441-8.

- 11 Della Bona A, Anusavice K J, Microstruture, composition and etching topography of dental ceramics. *Int J Prosthodont.* 2002;15(2):159-67.
- 12 Della Bona A, Anusavice KJ, Hood JAA. Effect of ceramic surface treatment on tensile bond strength to resin cement. *Int J Prosthodont.* 2002;15:248-53.
- 13 Della Bona A, Anusavice KJ, Shen C. Microtensile strength of composite bonded to hot-pressed ceramics. *J Adhes Dent.* 2000;2:305-13.
- 14 Della Bona A, Anusavice KJ. Properties of dental ceramics. *Int J Prosthodont.* 2002;15:158–67.
- 15 Della Bona A, Shen C, Anusavice KJ. Work of adhesion of resin on treated lithia disilicate-based ceramic. *Dent Mater.* 2004;20:338-44.
- 16 Della Bona A, van Noort R. Ceramic surface preparations for resin bonding. *Am J Dent.* 1998;11:276-80.
- 17 Della Bona A. et al. Alterações topográficas provocadas por ácidos na superfície de diferentes cerâmicas. *Pesquisa Odontol Bras.* 2004; 18 Supl 1:137. Apresentado no 21° Anual SBPqO Meeting – Abstract Pa 210, São Paulo; 2004.
- 18 Finger WJ, Lee KS, Podszum W. Monomers with low oxygen inhibition as a enamel/dentin adhesives. *Dental Mater.* 1996;12:256-61.
- 19 Flôr al. Efeito da neutralização do ácido fluorídrico na resistencia adesiva entre um cimento resinoso e uma ceramica prensada. *Pesq Odontol Bras.* 2003; 17 Supl 2:76. Apresentado no 20° Annual SBPqO Meeting-Abstract Ib 161, São Paulo; 2003.
- 20 Foxton R M, et al. Relationship between ceramic primer and ceramic surface pH on the bonding of dual-cure resin cement to ceramic. *Dental Mater.* 2003;19:779-89.

- 21 Fradeani M, Redemagni M. An 11-year clinical evaluation of leucite-reinforced glass-ceramic crowns: a retrospective study. *Quintessence Int.* 2002;33(7):503-10.
- 22 Hayashi M, Tsuchitani Y, Kawamura Y, Miura M, Takeshige F, Ebisu S. Eight-year clinical evaluation of fired ceramic inlays. *Oper Dent.* 2000;25(6):473-81.
- 23 Horn H R. Porcelain laminate veneers bonded to etched enamel. In: Phillips RW, editor. *Symposium on dental materials.* vol. 27. 1983. 671-84.
- 24 Jardel V, Degrange M, Picard B, Derrien G. Correlation of topography to bond strength of etched ceramic. *Int J Prosthodont* 1999;12:59–64.
- 25 Jardel V, Degrange M, Picard B., Derrien G..Surface energy of etched ceramic. *Int J Prosth, Odont.* 1999;12(5):415-8.
- 26 Jones DW. A brief overview of dental ceramics. *J Can Dent Assoc* 1998;64:648-72; Della Bona A, Anusavice KJ. Properties of dental ceramics. *Int J Prosthodont.* 2002;15:158–67.
- 27 Kitasako Y, Burrow MF, Nikaido T, Harada N, Inokoshi S, Yamada T, et al. Shear and tensile bond testing for resin cement evaluation. *Dent Mater.* 1995;11:298-304.
- 28 Leite FPP, Andreatta Filho OD, Valandro LF, Guidini AG, Kimpara ET. Evaluation of the tensile bond strength between an aluminous ceramic and two resin cements using the microtensile bond strength test. *Braz Dent Sci.* 2005;8(1):6-14.
- 29 Leite FPP, Valandro LF, Amaral R, Kimpara ET, Ozcan M, Bottino MA. Effect of etching time and ultrasonic cleaning on the bond strength between feldspar ceramic and resin cement. *Biomaterials* 2006. (in submission).
- 30 Leite FPP. Efeito do tempo de condicionamento e da limpeza em aparelho sônico do precipitado do ácido fluorídrico sobre resistência de união entre uma cerâmica feldspática e um cimento

- resinoso [tese]. São José dos Campos: Faculdade de Odontologia de São José dos Campos, Universidade Estadual Paulista; 2005.
- 31 Lu R, Harcourt JK, Tyas MJ, Alexander B. An investigation of the composite resin/porcelain interface. *Aust Dent J.* 1992; 37:12-19.
- 32 Matinlinna JP, Lassila LVJ, Özcan M, Yli-Urpo A, Vallittu PK. An introduction to silanes and their clinical applications in Dentistry. *Int J Prosthodont.* 2004;17:155-64.
- 33 Melo RM, Valandro LF, Leite F, Bottino MA. Bonding to a leucite reinforced feldspar ceramic. *Braz Dent J.* 2004.
- 34 Mikeska KR, Bennison SJ, Grise SL. Corrosion of ceramics in aqueous hydrofluoric acid. *J Am Ceram Soc* 2000;83:1160–4.
- 35 Oh S, Shen C, Alegre B, Anusavice K J. Wetting characteristic of ceramic to water and adhesive resin. *J Prosth Dent.* 2002;88(6), 616-21.
- 36 Addison O, Marquis P M, Fleming G J P. The impact of hydrofluoric acid surface treatments on the performance of a porcelain laminate restorative material. *Dental mater.* 2007;23(4):461–8.
- 37 Özcan M, Alkumru H, Gemalmaz D. The effect of surface treatment on the shear bond strength of luting cement to a glass-infiltrated alumina ceramic. *Int J Prosthodont.* 2001;14(4):335-9.
- 38 Özcan M, Vallittu PK. Effect of surface conditioning methods on the bond strength of luting cement to ceramics. *Dent Mater.* 2003; 19:725-31.
- 39 Phoenix RD, Shen C. Characterization of treated porcelain surfaces via dynamic contact angle analysis. *Int J Prosthodont.* 1995;80:187-94.
- 40 Pluedmann EP. Adhesion through silane coupling agents. *J Adhesion* 1970;2:184-201.
- 41 Pluedmann EP. Silane coupling agents. New York: Plenum, 1991;323-433.

- 42 Roulet JF, Degrange M. Inlay restorations. *California Dent J*. 1996;9:48–62.
- 43 Rueggerberger FA, Margeson DH. The effect of oxygen inhibition on an unfilled/filled composite system. *Dental Res*, 1990;69:144-54.
- 44 Ruyter I E. Unpolymerized surface layer on sealants. *Acta Odontol Scand*, 1981;39:27-32.
- 45 Saavedra, G ET al. Influencia da neutralização do precipitado do ácido fluorídrico na resistência de união entre um cimento resinoso e uma cerâmica vítrea. *Pesqui Odontol Bras*. 2005; 1(19):146, São Paulo; 2005.
- 46 Sanares AME, Ithagarum A, King NM, Tay FR, Pashley DH. Adverse surface interactions between one-bottle light-cured adhesives and chemical-cured composites. *Dent Mater*. 2001; 17:542-56.
- 47 Shimada Y, Yamaguchi S, Tagami J. Micro-shear bond strength of dual cured resin cement to glass ceramics. *Dental Mater*. 2002; 27:407-12.
- 48 Shono Y, Terashita M, Shimada J, Kozono Y, Carvalho RM, Russel CM, et al. Durability of resin-dentin bond. *J Adhes Dent*. 1999;1:211-8.
- 49 Söderholm KJM, Shang SW. Molecular orientation of silane at the surface of colloidal silica. *J Dent Res*. 1993;72(6):1050-4.
- 50 Stacey GC: A shear stress analysis of the bonding of porcelain veneers to enamel. *J Prosthet Dent*. 1993 70(5):395-402.
- 51 Stangel I, Nathanson D, Hsu CS. Shear strength of the composite bond to etched porcelain. *J Dent Res*. 1987;66:1460–5.
- 52 Suh BI, Feng L, Pashley DH, Tay FR. Factors contributing to the incompatibility between simplified-step adhesives and chemically-cured or dual-cured composites. Part III. Effect of acidic resin monomers. *J Adhes Dent*. 2003;5(4):267-82.

- 53 Tay FR, Carvalho RM, Pashley DH. Water movement across bonded dentin-too much of a good thing. *J Appl Oral Sci.* 2004;12:12-25.
- 54 Thordrup M, Isidor F, Hoørsted-Bindslev P. A 3-year study of inlays milled from machinable ceramic blocks representing 2 different inlay systems. *Quintessence Int.* 1999;30:829–61.
- 55 Tinschert J, Zvez D, Marx R, Anusavice KJ. Structural reliability of alumina-, feldspar-, leucite-, mica- and zirconia-based ceramics *J Dent.* 2000;28:529-35.
- 56 Valandro LF, Leite FPP, Scotti R, Bottino MA, Neisser MP. Effect of ceramic surface treatment on the microtensile bond strength between a resin cement and an alumina-based ceramic. *J Adhes Dent.* 2004;6(4):327-32.
- 57 Yamauchi J. Study of adhesive containing a phosphoric acid methacrylate monomer. *Japanese Dental Mater.* 1986;5:144-54.
- 58 Zisman WA. Relation of the equilibrium contact angle to liquid and solid constitution. *Adv Chem Ser.* 1964;43:1-51.

* Baseado em:

U.S. National Library of Medicine and the National Institutes of Health. Disponível em: homepage <http://www.ncbi.nlm.nih.gov/sites/entrez?db=pubmed>).

Amaral R. Bond strength of a resin cement to a feldspathic ceramic: tensile bond strength, contact angle and ph after different ceramic surface conditionings [dissertation]. São José dos Campos: School of Dentistry of São José dos Campos, UNESP – São Paulo State University; 2008.

ABSTRACT

The aim of this study was to evaluate the tensile bond strength of a resin-based cement to a feldspathic ceramic (Vita VM7), the pH and the contact angle on a ceramic surface, after submitted to surface conditioning methods. To analyze the pH of the ceramic surface, ninety six disks (8x3mm) of VM7 were fabricated and divided into 12 groups (n=8) according to each treatment condition (CS): CS1- without surface conditioning; CS2- hidrofluoridric acid (HF) 9% 1 min; CS3- CS2+wash/dry; CS4- CS3+silane (S); CS5- AHF 4% 1 min; CS6- CS5+wash/dry; CS7- CS6+silane; CS8- HF 5% 1 min; CS9- CS8+wash/dry; CS10- CS9+silane 5min; CS11- CS9+neutralizer+wash/dry+ ultrasonic cleaning; CS12- CS11+silane. Then, pH was measure using a digital peagameter. Another forty disks (8X3mm) were fabricated and divided into 5 groups to analyze the contact angle: CS1-without conditioning; CS2- HF 9%; CS3- HF 4%; CS4- HF 5%; CS5- HF 5%+ neutralizer +wash/dry+ultra-som, all groups were analyzed by means of a Goniômetro. Forty blocks (6,4x6,4x4,8mm) were fabricated, divided into 5 groups (n=10) and submitted to surface treatments to evaluate the bond strength: CS1- HF 9% 1 min; CS2- HF 4% 1 min; CS4- HF 5% 1 min; CS5- CS3+ neutralizer +wash/dry+ ultrasonic cleaning. The specimens were storage in distilled water at 37°C for 24 hours and cut into to axes (x and y), then the bar specimens obtained were submitted to 2 conditions (Dry - immediate test; TC - storage + thermocycling) and to the microtensile bond strength test. pH values were significantly high for CS6 compared to that of CS5, CS8 and CS2. CS1 had the highest contact angle. In the microtensile bond strength, CS2=CS1>CS3=CS4, independently from the storage condition. CS4 had the lowest microtensile bond strength value after TC. The neutralization decrease the bond strength significantly, which was evidenced by the high contact angles after the surface neutralization.

KEYWORDS: pH. surface conditioning. tensile bond strength. ceramic. surface energy.