

SHEILA PESTANA PASSOS

**INFLUÊNCIA DA APLICAÇÃO DE UM ADESIVO NA DURABILIDADE
DE UNIÃO ENTRE UMA CERÂMICA FELDSPÁTICA E UM CIMENTO
RESINOSO**

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.

SHEILA PESTANA PASSOS

**INFLUÊNCIA DA APLICAÇÃO DE UM ADESIVO NA DURABILIDADE
DE UNIÃO ENTRE UMA CERÂMICA FELDSPÁTICA E UM CIMENTO
RESINOSO**

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. Estevão Tomomitsu Kimpara

São José dos Campos

2007

Apresentação gráfica e normalização de acordo com:

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

Passos, Sheila Pestana

Influência da aplicação de um adesivo na durabilidade de união entre uma cerâmica feldspática e um cimento resinoso / Sheila Pestana Passos; Orientador Estevão Tomomitsu Kimpara. __ São José dos Campos, 2007.

105p. ; IL.

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

1. Adesivos dentinários - 2. Ácido fluorídrico - 3. Cerâmica.

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, / /

Assinatura:

E-mail: sheilapestana@hotmail.com

FOLHA DE APROVAÇÃO

Passos, SP. Influência da aplicação de um adesivo na durabilidade de união entre uma cerâmica feldspática e um cimento resinoso. [Dissertação]. São José dos Campos: Faculdade de Odontologia de São José dos Campos, UNESP; 2007.

São José dos Campos, 22 de Junho de 2007

Banca examinadora

1) Prof. Dr. Estevão Tomomitsu Kimpara.

Titulação: Prof. Adj. da disciplina de Prótese Total do DMOP/UNESP-SJC.

Julgamento: _____Assinatura

2) Prof. Dr. Luciano de Castellucci Barbosa

Titulação: Prof. Adj. da disciplina de Prótese Parcial Fixa da Universidade Federal da Bahia-UFBA.

Julgamento: _____Assinatura

3) Prof. Dr. Marco Antonio Bottino

Titulação: Prof. Adj. da disciplina de Prótese Parcial Fixa do DMOP/UNESP-SJC.

Julgamento: _____Assinatura

DEDICATÓRIA

A Deus, pelo seu infinito Amor, me conduziu e me deu forças para que eu prosseguisse após cada dificuldade que encontrei.

Aos meus pais, Hélio Luiz Souza Passos e Rita Maria Pestana Passos que sempre estiveram ao meu lado durante toda essa caminhada, me acompanhando com muito amor e compreensão.

Aos meus irmãos, Cleber Pestana Passos e Érica Pestana Passos pelo companheirismo e pelo incentivo constante.

AGRADECIMENTOS ESPECIAIS

À Deus, a minha eterna gratidão pela sua bondade e por ter iluminado os meus passos, me ensinando dia-a-dia o verdadeiro valor da vida e como somos “nada” diante do seu Imenso Coração de Pai.

Ao meu pai, Helio Luiz Souza Passos, pelo exemplo de coerência e valorização dos verdadeiros princípios que dignificam um homem e pelo compromisso e dedicação à família; à minha mãe, Rita Maria Pestana Passos, sua perseverança, amor incondicional e o seu doce coração são determinantes na harmonia da família, são os meus mais preciosos tesouros.

Ao meu irmão Cleber Pestana Passos pelo companheirismo e lealdade, sempre disposto a participar da minha caminhada; à minha irmã, Érica Pestana Passos, pela forte e verdadeira amizade, e pelo apoio constante. Juntos representam um exemplo de cumplicidade e fidelidade, me fazendo acreditar na fortaleza da nossa sincera amizade. A minha eterna gratidão.

Às minhas primas-irmã, Jaciara Conceição Pestana e Elisângela de Andrade Pestana, pelo companheirismo constante e por completarem a minha ausência física na minha família.

Ao querido Rogério Gordilho pelos cuidados, conselhos e atenção dedicados no transcorrer do curso, pela sinceridade, amor e confiança com as quais sempre me tratou, pessoa que conquistou meu respeito e admiração.

Ao meu orientador, Prof. Dr. Estevão Tomomitsu Kimpara pelas orientações, conselhos e incentivo, que me impulsionaram a perseverar e a descobrir quanto eu o admiro.

Ao Prof. Dr. Marco Antonio Bottino pela seriedade, dedicação e disposição à pesquisa, sua confiança me deram forças para seguir em frente.

Ao amigo e Prof. Dr. Luiz Felipe Valandro pela determinação e incansável dedicação ao trabalho científico, me fez considerá-lo um modelo de pesquisador.

Ao meu amigo e Prof. Dr. Luciano Castellucci por ter confiado em meu trabalho e me ensinado a dar os primeiros passos na minha profissão, é um exemplo de profissional.

Aos meus Profs. Dr. Gildo Coelho e Dra. Maria Jacinta por ter acreditado em mim e me apoiado nessa caminhada. Meus sinceros e mais profundos agradecimentos.

Ao meu amigo e Prof. Vagner Mendes pelos conselhos e incentivo, me fazendo acreditar desde o início que nada é fácil e que nenhum sacrifício é em vão.

Ao Prof. Dr. Anderson Freitas pelo apoio constante que me impulsiona cada vez mais a seguir em frente.

Às minhas amigas Profs. Dra. Fabíola Pessoa Pereira Leite e Dra. Márcia Valéria Martins por terem me recebido de portas abertas e por me permitirem redescobrir a beleza de uma nova amizade.

Às minhas amigas Carolina Chaves e Regina Amaral pelo auxílio na realização da parte experimental deste estudo e companheirismo.

Aos meus amigos de curso Aleska Vanderlei, Rodrigo Othávio, Sandra Zamboni, Sarina Maciel e Susana Salazar pela amizade e pelos bons momentos compartilhados.

Ao Movimento dos Focolares, pela força e amor dispensados em todos esses anos. Os meus eternos agradecimentos.

Às minhas grandes amigas Leila Brito, Leila Pinto, Marianna Jatobá, Milena Cabral, Tatiana Praxedes, Isabela Barreto e Daniela Higashi que mesmo distantes, não permitiram que a nossa amizade se perdesse.

Às minhas inesquecíveis amigas Carolina, Dulce, Elany, Manuela, Marcelle, Marina, Rosana e Silvana pelos atenciosos e-mails e pelas boas recordações dos nossos momentos compartilhados.

Às minhas amigas Maria Angélica e Tatiana Franco pelo carinho, apoio e pelos momentos de descontração.

AGRADECIMENTOS

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

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 **Lafayette Nogueira Júnior**.

Aos professores da Disciplina de Materiais Odontológicos, Prof. Adjunto **Estevão Tomomitsu Kimpara**, Prof. Adjunto **Sigmar de Mello Rode**, Prof. Dr. **Alexandre Luiz Souto Borges** e Prof. Dr. **Rubens Nisie Tango** pelos ensinamentos transmitidos.

Aos Profs. Doutores **Fernando Eidi Takahashi** e **Tarcísio José Arruda Paes-Júnior** e **Renato Sussumo Nishioka**, da 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.

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

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 deste trabalho.

Aos amigos de turma de Mestrado, **Cristiane Fonseca, Silvia Masae, Geraldo Lombardo, Rodrigo Othávio, Sandra Zamboni, Sarina Maciel** pelo convívio em harmonia, pela disponibilidade e pelo companheirismo.

Aos colegas do Programa de Pós-Graduação, **Aleska Vanderlei, Alfredo Mikail, Aline Scalone, Fernanda Pelógia, Graziela Galhano, Guilherme Saavedra, Lucas Zogheib, Renata Faria, Renata Melo, Silvia Barbosa e Susana Salazar** pelos momentos compartilhados.

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.

Ao **Sr. Sebastião Dametto** do Departamento de Físico-Química da Universidade Estadual Paulista de Araraquara pela paciência, disponibilidade e atenção durante a realização das microscopias desse estudo.

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

À **Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES)** pelo apoio financeiro concedido.

SUMÁRIO

LISTA DE FIGURAS.....	13
LISTA DE QUADROS E TABELAS.....	15
LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS.....	16
RESUMO.....	17
1 INTRODUÇÃO.....	18
2 REVISÃO DE LITERATURA.....	22
2.1 Ensaio de resistência de união – cisalhamento, tração e microtração...	22
2.2 Resistência de união a cerâmicas.....	37
3 PROPOSIÇÃO.....	60
4 MATERIAL E MÉTODOS.....	61
4.1 Material.....	61
4.2 Métodos.....	61
4.2.1 Obtenção dos blocos cerâmicos.....	61
4.2.2 Obtenção de moldes dos blocos cerâmicos em silicone de adição.....	64
4.2.3 Condicionamento da superfície cerâmica.....	65
4.2.4 Aplicação do adesivo.....	67
4.2.5 Aplicação do cimento resinoso.....	68
4.2.6 Corte dos espécimes e obtenção dos corpos-de-prova.....	69
4.2.7 Ciclagem térmica e armazenagem.....	70
4.2.8 Ensaio de microtração.....	72
4.2.9 Delineamento experimental.....	74
4.2.10 Avaliação do modo de falha.....	74
5 RESULTADOS.....	76
6 DISCUSSÃO.....	82
6.1 Da metodologia.....	82
6.2 Dos resultados do ensaio de resistência à tração.....	88
7 CONCLUSÃO.....	97
8 REFERÊNCIAS.....	98
ABSTRACT.....	105

LISTA DE FIGURAS

FIGURA 1-	Padrão de resina acrílica.....	61
FIGURA 2-	Seqüência de confecção dos blocos cerâmicos: a) moldagem do padrão; b) molde; c) secção do molde; d) molde isolado com óleo mineral, e) início da inserção da massa; f) inserção da massa; g) molde preenchido; h) remoção do bloco cerâmico; i) bloco cerâmico antes da cocção.....	62
FIGURA 3-	Blocos cerâmicos: a) no forno antes da sinterização; b) após a sinterização.....	63
FIGURA 4-	Molde do bloco cerâmico.....	64
FIGURA 5-	Blocos cerâmicos no aparelho sônico.....	64
FIGURA 6-	Seqüência de condicionamento com ácido fluorídrico a 10% das superfícies cerâmicas: a) início da aplicação do ácido fluorídrico sobre a superfície cerâmica; b e c) ácido fluorídrico aplicado sobre superfície cerâmica; d) superfície cerâmica condicionada pelo ácido fluorídrico.....	65
FIGURA 7-	Aplicação do silano.....	66
FIGURA 8-	Superfície cerâmica: a) aplicação do adesivo; b) fotopolimerização.....	66
FIGURA 9-	Seqüência de confecção do conjunto cerâmica - cimento resinoso: a) cimento resinoso sobre a superfície cerâmica; b) fotopolimerização da superfície exposta do cimento; c) fotopolimerização das faces do conjunto cerâmica - cimento resinoso; d) conjunto cerâmica - cimento resinoso.....	68
FIGURA 10-	Seqüência da preparação dos corpos-de-prova para o ensaio de microtração: a) corte do conjunto bloco cerâmico-cimento resinoso; b) corte da fatia para	

	obtenção das microamostras; c) microamostra obtida.....	70
FIGURA 11-	Mensuração da área do cp.....	71
FIGURA 12-	a) cp fixado no paquímetro; b) máquina de ensaio universal – EMIC.....	72
FIGURA 13-	Gráfico das médias para as quatro condições experimentais. Efeito da aplicação do adesivo.....	76
FIGURA 14-	Gráfico das médias para as quatro condições experimentais. Efeito da aplicação do adesivo e da armazenagem / termociclagem.....	77
FIGURA 15-	Micrografias representativas de uma fratura mista (amostra do Grupo 1) após o ensaio de microtração (MEV – 75x), onde C = cerâmica e CR = cimento resinoso.....	79
FIGURA 16-	Micrografias representativas de uma fratura mista (amostra do Grupo 3) após o ensaio de microtração (MEV – 75x), onde C = cerâmica e CR = cimento resinoso.....	79
FIGURA 17-	Micrografias representativas de uma fratura tipo mista (amostra do Grupo 4) após o ensaio de microtração (MEV – 75x), sugestivo de degradação.....	79
FIGURA 18-	a e b) Micrografias representativas de uma fratura mista (amostra do Grupo 2) após o ensaio de microtração (MEV – 75x); c e d) MEV – 200x, onde C = cerâmica e CR = cimento resinoso.....	80

LISTA DE QUADROS E TABELAS

Quadro 1-	Material, nome comercial, fabricante, abreviatura e composição dos materiais usados para a confecção dos corpos-de-prova.....	60
Quadro 2-	Grupos experimentais conforme os fatores do estudo (aplicação do adesivo, condição de armazenagem).....	71
Tabela 1-	Análise de Variância para os dados de resistência adesiva (MPa) obtidos.....	75
Tabela 2-	Média (\pm desvio padrão) dos dados de resistência adesiva (valores em MPa) obtidos para os cp sob duas condições de armazenagem / termociclagem e aplicação de adesivo.....	76
Tabela 3-	Número de cp e percentual (%) de distribuição das fraturas ocorridas no teste de microtração.....	78

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

AFL = ácido fluorídrico

Al₂O₃ = óxido de alumínio

Bis-GMA = Bisfenol Glicidil Metacrilato

CAD/CAM = Computer Aided Designing / Computer Aided Machining

cp = corpo-de-prova

EDS = análise espectroscópica de energia dispersiva

FEA = análise de elementos finitos

FFA = Flúor fosfato acidulado

°C = grau Celsius

h = hora

Kgf = kilograma força

µm = micrometro

4-META = 4-methacryloyloxyethyl trimellitate anhydride

MEV = microscópio eletrônico de varredura

min = minuto

mm = milímetro

MMA = meta metil metacrilato

mm.min⁻¹ = milímetro por minuto

mm² = milímetro quadrado

MPa = mega Pascal

MPS = metacriloxipropiltrimetoxi-silano

m/s = metros por segundo

mW/cm² = miliwatts por centímetro quadrado

s = segundo

TC = termociclagem

TEG-DMA = triethilenglycol dimethacrylate

TMSPPMA = 3-trimethoxysilylpropyl methacrylate

Y-TZP = óxido de ítrio

Passos SP. Influência da aplicação de um adesivo na durabilidade de união entre uma cerâmica feldspática e um cimento resinoso [dissertação]. São José dos Campos: Faculdade de Odontologia de São José dos Campos, Universidade Estadual Paulista; 2007. 105f.

RESUMO

O objetivo deste trabalho foi avaliar o efeito da aplicação do adesivo e da ciclagem térmica / armazenagem na adesão entre um cimento resinoso, de polimerização dual, e uma cerâmica feldspática. As hipóteses são: (1) a aplicação do adesivo na cerâmica condicionada pode aumentar a resistência adesiva; (2) a armazenagem e a termociclagem podem diminuir a resistência adesiva. Vinte blocos (6 x 6 x 4 mm) de cerâmica feldspática microparticulada (Vita VM7) foram confeccionados de acordo com as instruções do fabricante. A superfície cerâmica foi tratada com ácido fluorídrico 10% por 60 segundos, lavada com água, colocada em água no ultrassom, seca e silanizada (Porcelain Primer, Bisco). Em seguida, o adesivo foi aplicado em dez blocos (Scotchbond Multi-Purpose Plus Adhesive, 3M ESPE) e fotopolimerizado por 20 segundos. Todos os blocos foram reposicionados em moldes de silicone individuais e o cimento resinoso dual (Variolink base + catalizador, Ivoclar Vivadent) foi aplicado sobre a superfície tratada. Os espécimes foram armazenados em água destilada (37°C) por 24 h e seccionados nos eixos x e y, obtendo-se espécimes com aproximadamente 1mm² de área adesiva. Os 12 corpos-de-prova (cp) obtidos foram divididos aleatoriamente em 2 condições de armazenagem: **Seco**- ensaio imediato; **TC**- armazenagem (50 dias) + termociclagem (12.000x, 5°C-55°C). Considerando os 2 fatores do estudo (adesivo e armazenagem), foram constituídos 4 grupos (n=50): Gr1- Sem adesivo + seco; Gr2- Com adesivo + seco; Gr3- Sem adesivo + TC; Gr4- Com adesivo + TC. O teste de microtração foi realizado numa máquina de ensaio universal (1 mm/min). A aplicação do adesivo afetou significativamente a resistência adesiva ($P < 0.0001$) (sem ades > com ades). A armazenagem influenciou a resistência apenas quando o adesivo foi aplicado. Os valores de resistência adesiva (MPa) foram: G1- 19,97±5,26^{ab}; G2: 17,96±4,44^b; G3: 21,55±5,60^a; G4: 14,42±4,67^c (ANOVA e teste de Tukey, $\alpha = 0,05$). Concluiu-se que a durabilidade de união foi decisiva quando o adesivo não foi utilizado.

PALAVRAS-CHAVE: Adesivos dentinários, ácido fluorídrico, resistência à tração, cerâmica.

1 INTRODUÇÃO

Há uma busca crescente pela sociedade por materiais restauradores que possuem propriedades estéticas e a evolução dos materiais odontológicos tem preenchido cada vez mais favoravelmente esse requisito. Dentre esses materiais, a cerâmica odontológica é considerada o material que mais proporciona uma aproximação da aparência de uma dentição natural. O avanço tecnológico desses sistemas restauradores tem suprido de forma satisfatória às exigências funcionais e estéticas de uma reposição dental.

A grande aceitação desses materiais é decorrente das propriedades físico-mecânicas que apresentam, dentre elas tem-se a alta resistência à compressão e abrasão, biocompatibilidade, estabilidade química, propriedades estéticas favoráveis, além da condutibilidade térmica e do coeficiente de expansão térmica similares ao da estrutura dentária (Anusavice⁵).

Desde o século XIX, quando *inlays* de porcelana foram descritas pela primeira vez (Qualtrough et al.⁴⁷), novos materiais e técnicas têm sido introduzidos para a confecção de restaurações estéticas indiretas (El Zohairy et al.²⁰) com o intuito de melhorar a resistência dos mesmos. Dentre estes novos materiais, surgiu na Europa uma cerâmica de cobertura classificada como cerâmica vítrea bifásica, a cerâmica feldspática micro-particulada Vita VM7[®] (Vita Zanhfabrik). Leite et al.³¹ analisaram, por microscopia eletrônica de varredura (MEV) e análise espectroscópica de energia dispersiva (EDS), a micro-estrutura e a composição química da cerâmica feldspática VM7[®], verificando que é baseada em uma rede de sílica (SiO₂) e feldspato de potássio (K₂O.Al₂O₃.6SiO₂) ou de sódio (Na₂O.Al₂O₃.6SiO₂). Estão indicadas para *inlays/onlays*, facetas laminadas e recobrimento estético.

A união das restaurações cerâmicas ao dente não promove somente a retenção, é um fator importante, pois também contribui para aumentar a resistência e longevidade das restaurações pela absorção de forças pela camada de união. Assim, a cimentação das restaurações cerâmicas é um importante passo no procedimento clínico e um fator considerável para a longevidade da restauração (Correr Sobrinho et al.¹⁴).

O procedimento de união entre restaurações parciais *metal-free* do tipo *inlay*, *onlay* ou facetas laminadas feitas em cerâmica feldspática e a estrutura dental é um fator importante no desempenho clínico, visto que está diretamente relacionado ao sucesso e a longevidade do tratamento protético restaurador (Fradeani et al.²², Hayashi et al.²⁴, Spohr et al.⁵⁸). Para esse processo adesivo, as superfícies do esmalte-dentina (Nakabayashi e Pashley³⁶) e da cerâmica (Özcan e Vallittu⁴²) devem ser condicionadas adequadamente. Portanto, entre esses dois substratos tem-se a presença de duas interfaces de adesão: uma entre a estrutura dental e o agente cimentante e outra, entre o material restaurador e o cimento resinoso (El Zohairy et al.²⁰). Portanto, a superfície interna da restauração deve ser preparada para promover retenções micromecânicas para que a ação de agentes de união na cerâmica seja efetiva. O tipo de tratamento de superfície será definido de acordo com o tipo de cerâmica envolvida, como indica Valandro et al.⁶³, em 2005, que classificaram as cerâmicas odontológicas considerando a sensibilidade ao condicionamento pelo ácido fluorídrico (AFL).

Quanto ao condicionamento da superfície das cerâmicas (Blatz et al.⁸, Bottino et al.⁹) ditas ácido-sensíveis ou *glass ceramic* (cerâmicas feldspáticas, leucíticas e a base de di-silicato de lítio), sofrem degradação da superfície pelo AFL, promovendo dissolução seletiva da fase vítrea. O número e o tamanho do microporo têm sido associado a um aumento da resistência adesiva (Stangel et al.⁵⁹) e a presença destes facilitará a penetração dos agentes de união, criando um padrão topográfico que favorece a retenção. Por outro lado, as cerâmicas ácido-

resistentes (cerâmicas de alumina ou alumina / zircônia infiltradas por vidro, de zircônia tetragonal estabilizadas por óxido de ítrio [Y-TZP] e de alumina densamente sinterizadas) não são atacadas pelo AFL e normalmente são submetidas a jateamentos de superfície para otimizar a adesão (Amaral et al.², Awliya et al.⁶, Özcan et al.⁴¹, Özcan e Vallitu⁴², Valandro et al.⁶³).

O processo de união das cerâmicas ácido-sensíveis (baseadas em sílica e baixo conteúdo de alumina) aos materiais resinosos parece ser proporcionado pelo condicionamento com AFL, potencializado pelo agente silano, gerando uma união química entre cerâmica e materiais resinosos, pela sua característica bifuncional (Aida et al.¹, Debnath et al.¹⁵, Lu et al.³², Melo et al.* , Özcan e Vallitu⁴²). Ambos têm a propriedade de aumentar a molhabilidade do cimento na superfície (Jardel et al.²⁷, Lu et al.³², Melo et al.*), facilitando o contato com os cimentos resinosos. O silano é um monômero composto de radicais orgânicos reativos e grupos monovalentes hidrolisáveis, que desempenha função de ligação entre os óxidos de silício contidos na cerâmica e a matriz orgânica dos cimentos resinosos através de uniões siloxanas (Debnath et al.¹⁵, Lu et al.³², Söderholm e Shang⁵⁷).

Pela análise da literatura, observa-se que o sucesso e a longevidade das restaurações cerâmicas estão intimamente relacionados com o tratamento superficial pré-cimentação e com a cimentação propriamente dita (Spohr et al.⁵⁸).

Considerando que a adesão às cerâmicas feldspáticas tem a característica micro-retentiva, ou seja, formação de microporos na superfície pelo condicionamento com AFL, pode-se esperar que um adesivo a base de Bis-GMA mais fluido que o cimento resinoso penetraria mais profundamente nessas micro-retenções, o que geraria

* Melo RM, Valandro LF, Leite F, Bottino MA. Bonding to a leucite reinforced feldspar ceramic. Braz Dent J 2006 (Artigo aceito para publicação).

mais alta resistência adesiva. Assim, seria recomendado o uso de um adesivo menos viscoso antes da cimentação.

Nesse sentido, o objetivo deste estudo foi verificar o efeito da aplicação do adesivo na resistência adesiva entre uma cerâmica e um cimento resinoso, assim como a durabilidade dessa união.

2 REVISÃO DE LITERATURA

A revisão de literatura a respeito da adesão entre uma cerâmica e cimento resinoso foi dividida em duas partes, considerando a metodologia empregada e os estudos de resistência de união.

2.1 Ensaios de resistência de união - cisalhamento, tração e microtração

van Noort et al.⁶⁵ realizaram um estudo de distribuição de estresses na interface de união entre resina composta – adesivo – dentina, nos ensaios de tração e cisalhamento, utilizando a análise por elementos finitos (FEA). Os resultados apresentaram uma distribuição não uniforme de tensões na interface, a qual se modificou conforme a alteração na geometria do teste. Os autores registraram alguns aspectos importantes para a variabilidade das medidas de resistência, especialmente no ensaio de cisalhamento: modo de aplicação de carga, módulo de elasticidade da resina composta, presença de excessos de adesivo. Concluiu-se que os diferentes valores de resistência entre os estudos são em decorrência da falta de padronização e deficiência no esclarecimento dos detalhes dos ensaios, inviabilizando a comparação entre estudos. Para se obter uma interpretação confiável dos resultados de resistência, os autores sugeriram que os testes sejam acompanhados por análise de distribuição de tensões.

O efeito da geometria da interface adesiva foi estudado por van Noort et al.⁶⁴, visto que pode ter um efeito significativo sobre a resistência adesiva. O estudo avaliou a união entre dentina-resina, utilizando o método de elementos finitos. Foram utilizados 24 molares, em que o esmalte foi removido para exposição da dentina. Foram constituídos

dois grupos: Grupo 1- o *primer* e o adesivo foram aplicados sobre a dentina, em seguida a resina foi aplicada, deixando um excedente de adesivo na interface (*flash*); Grupo 2- realizou-se o mesmo procedimento do Grupo 1, diferenciando-se pela ausência de excesso do adesivo (sem *flash*). Os autores relataram que a resistência foi afetada pelo método de aplicação do adesivo (Grupo 1: 6,9 MPa; Grupo 2: 3,1 MPa). Verificaram que o padrão de tensão local para o Grupo 1 foi localizado ao redor da interface resina composta-adesivo. Foi observado através da análise do MEV que a falha se iniciou onde havia excesso de adesivo, conseqüentemente a resistência registrada poderia ser mais da união adesivo-resina composta que da dentina com o adesivo. Concluíram que a aplicação do adesivo em excesso na interface demonstra resultados inconsistentes de resistência à tração.

Em um artigo de revisão Oilo³⁹ descreveu os vários fatores relacionados aos testes de resistência de união a fim de esclarecer as variações que ocorrem nos resultados entre pesquisas. Foram consideradas três condições experimentais: tipo de ensaio, a qualidade do substrato dental e as condições de armazenagem. Considerou como principal problema no teste de tração o alinhamento das partes durante a colagem e durante o teste, e que o teste de cisalhamento pode transformar-se facilmente em teste de dobramento ou clivagem. As variações de resistência obtidas entre os pesquisadores são muito grandes e o autor afirmou ser fundamental a padronização das condições experimentais (método, tipo e qualidade de dentina, preparação das amostras, armazenagem) para interpretação e comparação dos estudos.

A relação existente entre a área de superfície de união e a resistência adesiva à tração (dentina-resina composta) foi estudada por Sano et al.,⁵¹ em 1994. Vinte terceiros molares humanos extraídos foram utilizados, o esmalte da superfície oclusal foi removido, promovendo a exposição da dentina que foi recoberta com resina composta ou com cimento de ionômero de vidro com 3 a 5 mm de altura. Os corpos-de-

prova (cp) foram obtidos e desgastados na zona adesiva, formando uma curva ou estrangulamento, obtendo-se cp em forma de ampulheta. As amostras finais tinham secção transversal da interface retangular com dimensões entre 0,5 mm x 0,5 mm (0,25 mm²) e 4 mm x 3 mm (área de ± 12 mm²), mensuradas com o auxílio de um paquímetro digital. As extremidades das amostras foram fixadas com adesivo cianocrilato no dispositivo Bencor Multi-T (1 mm/min) e a zona adesiva encontrou-se livre para execução do ensaio. Conforme a análise dos resultados, a relação é inversa entre a área de união e a resistência adesiva, visto que os valores de resistência adesiva obtidos foram maiores para as áreas menores. A maior parte dos cp com áreas menores que 2,31 mm² apresentaram, através do MEV, rompimento adesivo. Os autores acreditam que esses fenômenos podem ser justificados pela maior quantidade de defeitos e maiores tensões em áreas maiores, gerando valores menores de resistência. A partir dos resultados, os autores sugeriram o emprego de cp com áreas adesivas entre 1,6 e 1,8 mm², pois induzem falhas adesivas na união e geram mínima variabilidade dos valores de resistência. O método empregado para realizar este teste foi denominado “microtração”, e os autores afirmaram que além de permitir a mensuração de resistências de união elevadas sem fratura coesiva de dentina, o teste possibilita a realização de mensurações múltiplas em um único dente.

Os testes de resistência adesiva que empregam uma força de cisalhamento tiveram sua validade questionada em um estudo realizado por Della Bona e van Noort¹⁸, pois relataram maior incidência de falhas coesivas que adesivas. Testaram a adesão *in vitro* da resina composta à materiais cerâmicos, visto que o sítio de fratura, normalmente encontrado, ocorre na base da cerâmica dos espécimes e não na área de interface adesiva. Para tanto, os autores conduziram o estudo em duas etapas: uma para avaliar a resistência ao cisalhamento e a distribuição das forças pela FEA, e outra para avaliar a resistência à tração como forma alternativa mais favorável. Para avaliação do efeito do cisalhamento

foram empregadas três configurações de espécimes diferentes, todas elas com interfaces adesivas iguais: Grupo A – um cilindro de resina composta com resina composta aderida; Grupo B – colagem de um cilindro de cerâmica sobre outro de resina composta; Grupo C – um cilindro único de resina composta (sem interface). O teste de cisalhamento e a FEA foram realizados a fim de verificar a distribuição de tensões na união. Os valores de resistência de união encontrados para o grupo A foram significativamente menores (10,37 MPa) do que os do grupo B (18,02 MPa) e C (21,82 MPa), sendo os últimos semelhantes entre si. No grupo A, ocorreram fraturas adesivas e coesivas em iguais proporções. No grupo B, 80% das falhas foram coesivas na base da resina e no grupo C, todas as fraturas foram coesivas na base. Na FEA, o padrão de distribuição de tensões não foi homogêneo, desenvolvendo tensões máximas próximo do ponto de aplicação de carga. Para o teste de tração, quarenta hastes cilíndricas cerâmicas foram confeccionadas, sendo os espécimes divididos em dois grupos, em um deles a superfície exposta da cerâmica foi condicionada com AFL a 9,6% durante 2 min e no outro, AFL a 4%, com flúor, seguindo-se a aplicação do silano, adesivo e uma camada de resina composta, unindo duas hastes. Dessa forma, foram obtidos 10 cp em cada grupo. Neste teste, não houve diferença em realizar o tratamento cerâmico com AFL a 9,6% (13,46 MPa) ou com o AFL a 4% com flúor (13,43 MPa) e todos os cp fraturaram na área de interface adesiva. Os autores concluíram que o teste de resistência à tração é mais indicado para avaliar a capacidade de união das resinas às cerâmicas.

Comparar os ensaios de cisalhamento e tração entre cimentos resinosos e dente humano ou bovino foi o objetivo do estudo de Kitasako et al.,³⁰ em 1995. Sobre o substrato dental foram aplicados o adesivo e o cimento resinoso, com o auxílio de uma matriz para delimitar a área adesiva. Foram realizados os dois métodos e conforme os resultados obtidos, verificou-se que houve maiores variações nos valores

de resistência ao cisalhamento entre os grupos que no teste de tração. Os estudiosos consideraram ser praticamente impossível evitar os excessos de cimento na interface e sua influência na resistência. Afirmaram que o método de cisalhamento apresenta dificuldade em padronizar a posição da lâmina para a carga que induz momento flexor na interface de união e apresentou também alto desvio-padrão dos resultados. Enquanto que no teste de tração, verificaram problemas na aplicação da força perpendicular à união. Em relação à análise do modo de falha, o material resinoso tendeu a permanecer fixado na periferia da área adesiva no ensaio de tração, entretanto no cisalhamento foi observado que esta permanecia na interface em forma de meia-lua, com maior quantidade na porção oposta à aplicação da carga, provavelmente pela concentração ou distribuição irregular de tensões. Os avaliadores sugeriram que outros estudos sejam conduzidos a fim de determinar uma metodologia padronizada universalmente.

Um estudo sobre o motivo da incidência de falhas do tipo coesiva em dentina nos ensaios de cisalhamento foi realizado por Versluis et al.⁶⁶ Foi desenvolvido um modelo experimental teórico (elemento finito) que permitiu classificar quantitativamente e qualitativamente as tensões na interface adesiva entre dentina-adesivo-resina composta. Este modelo virtual foi comparado com um experimento paralelo de resistência de união ao cisalhamento, analisando também o modo de falha. De acordo com os resultados obtidos nos experimentos, confirmou-se que as falhas coesivas em dentina ocorreram devido à biomecânica do teste, pois desenvolve tensões não uniformes na interface. A simulação indicou que os valores de resistência ao cisalhamento podem não representar a real união, visto que parecem ser dependentes mais em função da resistência coesiva da dentina que da união adesiva.

Shono et al.⁵⁵ relacionaram a resistência à tração com a área da superfície adesiva das amostras. Foram utilizados dois sistemas adesivos e resina composta em diferentes regiões de esmalte em dentes

humanos (terceiros molares). Foram obtidos os cp a partir da secção do conjunto dente-resina com diferentes áreas: $0,5 \pm 0,2 \text{ mm}^2$; $1,0 \pm 0,2 \text{ mm}^2$; $1,5 \pm 0,2 \text{ mm}^2$; $2,0 \pm 0,2 \text{ mm}^2$; $2,5 \pm 0,2 \text{ mm}^2$; $3,0 \pm 0,2 \text{ mm}^2$). Para ambos os sistemas adesivos foram encontrados valores de resistência adesiva maiores relacionados às menores áreas. Valores de 1 mm^2 não apresentaram diferenças significantes nos valores de resistência de união. Nos cp com áreas adesivas menores, a maioria da falha de união foi adesiva, entretanto nos cp com as menores áreas ($0,5 \text{ mm}^2$) foram observadas falhas predominantemente coesivas na resina composta, visto que os valores de resistência atingiram a resistência à tração deste material. A relação inversa existente entre área adesiva e resistência à tração em esmalte, confirmada neste estudo, está de acordo com a teoria em dentina (Sano et al.⁵¹), indicando que não é um fator substrato - dependente. Sendo explicado pela melhor distribuição de tensões em menores áreas adesivas durante o ensaio de microtração, assim como pela possível menor quantidade de defeitos ou bolhas no adesivo. Os autores recomendaram a confecção de cp com área adesiva de 1 mm^2 devido à facilidade técnica e menor desvio-padrão dos valores de resistência de união.

Em um estudo comparativo entre ensaios de tração, cisalhamento e microtração, Cardoso et al.¹² estudaram a resistência adesiva entre a dentina humana e três sistemas adesivos (Single Bond, Etch & Prime e Scotchbond Multi-Purpose Plus - SBMP). As médias dos valores de resistência adesiva encontradas para o teste de microtração (31,69 MPa) foram maiores que aquelas referentes aos ensaios de cisalhamento (9,68 MPa) e de tração (6,85 MPa), além disso o teste de Tukey demonstrou que os métodos de tração e cisalhamento apresentaram valores médios de resistência adesiva similares. O coeficiente de variação foi menor no grupo da microtração (33,67%) quando comparado aos valores encontrados nos outros dois métodos, 52,48% para cisalhamento e 57,81% para tração. Os autores sugeriram o

teste de microtração como uma alternativa em relação aos outros testes estudados, visto que os resultados apresentaram o menor coeficiente de variação ao comparar os testes de tração e de cisalhamento, afirmando que a utilização de uma pequena interface adesiva provavelmente apresente menores defeitos, sugerindo um aumento da resistência adesiva e redução da variação. Afirmaram que é necessária uma melhor definição das dimensões das amostras e dos procedimentos dos testes mecânicos, para que se evitem as discrepâncias.

Foi realizado um estudo comparando os métodos de microtração e cisalhamento por Shreiner et al.⁵² Foi realizada uma secção 2 mm abaixo das cúspides de dentes humanos (terceiros molares) e, após a aplicação do adesivo e da resina composta, o conjunto dente – resina foi fixado com adesivo cianocrilato em uma base e seccionado no sentido longitudinal em fatias com espessura de 1 mm. Na região correspondente à zona adesiva, foi realizado um desgaste nos dois lados da fatia, sendo obtida uma área retangular de $1,7 \pm 0,1 \text{ mm}^2$. As extremidades dos cp foram fixadas com adesivo cianocrilato em um dispositivo de ensaio e, então, realizado o teste de microtração. Os cp cilíndricos utilizados no teste de cisalhamento possuíam 3,4 mm de diâmetro. Na análise de variância, verificou-se que os valores de resistência obtidos no teste de microtração foram significativamente maiores que os valores obtidos no teste de cisalhamento. Na avaliação do modo de falha, o grupo referente ao cisalhamento produziu mais falhas coesivas em dentina e compósito que na microtração, onde se observou 91% de fratura adesiva. Conforme os resultados obtidos, verificou-se que não houve diferença significativa entre os sistemas adesivos no ensaio de cisalhamento, entretanto na microtração foram observadas diferenças entre eles, sendo possível considerar esse último método superior já que foi possível avaliar a real capacidade de união de sistemas adesivos, bem como, melhor discriminar os diferentes grupos.

O efeito da área da superfície adesiva na resistência à microtração e ao microcisalhamento foi avaliado por Phrukkanon et al.⁴⁵ Foi removido o esmalte da superfície oclusal de molares e divididos longitudinalmente. Metade do dente foi utilizada para avaliar a resistência adesiva frente ao ensaio de tração e a outra metade, à força de cisalhamento. A dentina exposta foi tratada e a resina composta aplicada nessa superfície. Cada conjunto dentina-resina foi seccionado conseguindo-se cp em forma de barras quadrangulares, desgastadas na zona adesiva, obtendo-se cp com secção circular com áreas de 1,1 mm², 1,5 mm² e 3,1 mm² para os dois ensaios. A partir da análise dos resultados, os autores verificaram que os cp com áreas de 1,1 mm² e 1,5 mm² foram semelhantes entre si e os valores de resistência foram menores para aqueles de 3,1 mm², portanto a resistência adesiva é influenciada pela área. Em relação ao modo de falha, os cp submetidos ao ensaio de microtração apresentaram a maioria das falhas do tipo adesiva, enquanto que no teste de cisalhamento, a maioria foi coesiva. Portanto, os autores afirmaram que no ensaio de cisalhamento a distribuição de tensões não é homogênea e que os cp com áreas menores permitiram uma distribuição de tensões mais uniforme na interface e menor possibilidade de defeitos, por isso a maioria das falhas foi adesiva.

Phrukkanon et al.⁴⁶ analisaram a influência da área e da forma da interface de união sobre a resistência à microtração. Foram utilizados dentes molares divididos longitudinalmente: uma metade para cp cilíndricos e outra para cp retangulares. A dentina exposta foi tratada na superfície oclusal com sistemas adesivos e a resina composta foi aplicada, obtendo-se 3 mm de altura. O conjunto foi fatiado em diversos cp, sendo que os cp cilíndricos foram usinados na zona adesiva, formando uma secção circular e nos cp retangulares, a zona adesiva foi reduzida formando uma secção retangular. Ambos com áreas de: 1,1 mm², 1,5 mm² e 3,1 mm². Conforme os resultados obtidos, não houve

diferença estatística entre os cp com secção circular e retangular e os valores de resistência dos cp com $1,1 \text{ mm}^2$ foram significativamente maiores que aqueles com $3,1 \text{ mm}^2$ em todos os grupos e semelhantes aos cp com $1,5 \text{ mm}^2$. Na FEA, os cp com áreas menores distribuíram mais uniformemente as tensões na interface que os cp com áreas maiores, confirmadas pela incidência de falhas adesivas. Concluiu-se que o formato dos cp teve influência insignificante e que os cp com áreas de $1,1 \text{ mm}^2$ e $1,5 \text{ mm}^2$ comportaram-se de forma semelhante no que se refere à resistência, modo de falha e distribuição de tensões.

Uma versão alternativa à que foi desenvolvida por Sano et al.⁵¹ (amostras em forma de ampulheta) para a metodologia do ensaio de microtração foi proposta por Shono et al.⁵⁴ Foi removido o esmalte oclusal dos dentes e foi aplicado o sistema adesivo / resina composta. Cada conjunto foi seccionado verticalmente obtendo-se uma fatia da porção mediana com espessura de 1 mm, que foi novamente seccionada obtendo-se cortes com a mesma espessura da fatia, resultando em cp retangulares com dimensões de 1 mm x 1 mm x 8 mm (área adesiva de $\pm 1 \text{ mm}^2$). Cada uma das extremidades do cp foi fixada com adesivo cianocrilato no dispositivo Bencor Multi-T, permanecendo livre apenas a porção da amostra correspondente a interface de união. Posteriormente, o dispositivo foi acoplado na máquina de ensaio universal para realização do teste. De acordo com a análise estatística dos dados, os autores afirmaram que a proposta de configuração do cp resultou em valores de resistência semelhante ao trabalho de Sano et al.⁵¹ Concluíram que a distribuição de tensões na interface adesiva pode ter sido similar ao trabalho original, tendo em vista a semelhança entre os resultados.

Pashley et al.⁴³ fizeram uma revisão dos vários fatores relacionados com o teste de microtração. Consideraram que os testes de tração e compressão limitam a localização da área adesiva requisitada ao centro da face oclusal ou ao centro da face vestibular dos dentes estudados (áreas de 3 a 4 mm de diâmetro). Relataram que esse tipo de

ensaio consistiria em uma metodologia que induziria menor quantidade de estresse durante os testes, evitando assim as fraturas coesivas, além de ser um ensaio que apresentaria níveis de variância menores (10% a 25%) do que os valores comumente encontrados em ensaios convencionais de resistência adesiva (30% a 50%). Nesse estudo, os autores descreveram as modificações do referido ensaio nos últimos anos e fizeram considerações a respeito das vantagens e desvantagens dessas modificações. Além disso, observaram que o uso de “palitos” para os ensaios de microtração seria muito adequado, uma vez que a indução de estresse na interface adesiva durante a preparação dos corpos-de-prova nesse formato seria muito reduzida. Portanto, o ensaio de microtração tornou-se capaz de medir forças adesivas de materiais que possuíssem capacidade adesiva relativamente baixa. Os autores afirmaram que é possível se medir através dessa técnica forças adesivas menores que 5 MPa. Concluíram que o ensaio de microtração oferece uma versatilidade que não pode ser obtida com os métodos convencionais de avaliação de resistência de união, o formato das amostras não tem influência na resistência e o teste de microtração provê melhor diferenciação das resistências de união dos grupos. Os autores afirmaram que apesar dessa metodologia ser mais trabalhosa que a dos testes convencionais, é de grande potencial por fornecer discernimento sobre a força adesiva de materiais restauradores utilizados na Odontologia Restauradora.

A partir de uma comparação entre testes mecânicos de resistência adesiva realizada por Sudsangiam e van Noort,⁶¹ os autores puderam afirmar que um grande número de variáveis poderia influenciar nos resultados obtidos no ensaio de cisalhamento, portanto deve-se ter cautela, visto que a resistência adesiva depende do método utilizado e, por isso, não é possível a comparação dos resultados em diferentes laboratórios. Relataram que pequenas modificações na metodologia poderiam apresentar resultados diferentes utilizando os mesmos materiais. O modo de fratura também foi avaliado considerando-se

diferentes tipos de ensaio e os autores observaram que esse aspecto não é tão considerado como deveria ser, em se tratando de estudos de fraturas de resistência adesiva, na qual a avaliação do modo de falha é um fator muito importante. O ensaio de microtração foi descrito como um método alternativo no qual se tem a possibilidade de mensurar o estresse interfacial real porque a área adesiva estudada é tão pequena, a ponto de possibilitar uma distribuição mais uniforme de tensão e conseqüentemente um estudo mais fiel da adesão. Nesse tipo de ensaio, os autores afirmaram que os maiores valores adesivos estariam relacionados às menores áreas devido à redução do tamanho e número de falhas na zona adesiva como conseqüência da redução do tamanho do cp.

Um estudo comparativo entre o ensaio convencional de tração e microtração, avaliando a resistência de união entre resina-dentina e o modo de falha, foi a proposta do trabalho realizado por Chen et al.,¹³ em 2001. Molares humanos tiveram a superfície oclusal seccionada para exposição da dentina. Foram utilizados dois tipos de adesivo: Clearfil Liner Bond II (CLB) e o Single Bond (MSB), com as respectivas resinas compostas: Clearfil AP-X e Z100. Após o tratamento da superfície de adesão, a resina composta foi aplicada. Os espécimes foram obtidos, de acordo com as exigências de cada teste, para posterior ensaio de tração convencional e microtração. Todos os espécimes foram avaliados no MEV. Não houve diferença entre os adesivos utilizados para o teste de tração convencional, enquanto que para o teste de microtração o MSB apresentou resistência significativamente maior que o CLB. O teste de microtração apresentou média de resistência significativamente maior para cada material testado em relação ao teste de tração convencional. O ensaio convencional apresentou maior número de falhas coesivas na dentina e menor de falhas adesivas, enquanto falhas adesivas foram significativamente maiores para o ensaio de microtração nos dois sistemas adesivos estudados. Os resultados sugeriram que o

teste de microtração pode potencialmente provê aspectos mais reais da união resina-dentina que o de tração convencional.

Della Bona et al.¹⁷ realizaram um estudo para avaliar a análise da falha entre uma resina composta e duas cerâmicas, utilizando princípios da fractografia para classificar o modo de falha após o teste de microtração. As cerâmicas utilizadas no estudo foram a IPS Empress-E1 e a IPS Empress2-E2. Em três blocos de cada cerâmica foram realizados os seguintes tratamentos de superfície: a) AFL a 9,5% por 2 min; b) Flúor fosfato acidulado (FFA) a 4% por 2 min; c) Silano (S); d) AFL + S; e) FFA + S. Um adesivo (SBMP) foi aplicado, fotopolimerizado por 10 s e uma resina composta (Z100) foi sobreposta (2 mm de altura) em todos os blocos cerâmicos e fotopolimerizada por 40 s. Vinte espécimes de cada grupo foram preparados e armazenados a 37°C em água destilada por 30 dias. Para tanto, foi realizado o ensaio de microtração. De acordo com os resultados, o rompimento da superfície foi mais pronunciado no condicionamento com AFL que o produzido com o FFA, em ambas cerâmicas testadas; os valores médios de resistência adesiva diferiram significativamente, exceto para os grupos E1AFLS e E2FFA; ao comparar tratamentos de superfície similares nas cerâmicas E1 e E2, observou-se diferença significativa na resistência de união; para cada tratamento de superfície, a média de resistência foi maior para a cerâmica baseada em lítio (E2) que a cerâmica baseada em leucita (E1); o silano provê um aumento da resistência adesiva, independente do tipo de cerâmica e do tratamento de superfície realizado. Os espécimes foram examinados em microscópio óptico e MEV para determinar o modo de falha baseado na origem da fratura e nos princípios da fractografia, sendo classificado em: Modo 1- rompimento entre o adesivo e a cerâmica; Modo 2- início da falha na interface entre a cerâmica e o adesivo, avançando para o adesivo e retornando para a interface; Modo 3- início da falha em um defeito interno; Modo 4- início da falha na interface cerâmica - adesivo e propagação através do adesivo; Modo 5- início da falha na interface cerâmica -

adesivo e propagação através do adesivo, alcançando a interface resina - adesivo. Na observação do modo de falha, os autores verificaram que falhas puramente adesivas (Modo 1) foram identificadas em 100% dos espécimes nos Grupos E1FFA, E1FFAS e E2FFA, todos tratados com FFA; o Modo 4 foi o tipo de falha predominante nos Grupos E1AFL, E1AFLS e E2AFLS; o Modo 5 foi o tipo de falha dominante para os espécimes dos Grupos E1S e E2AFL; o Modo 3 (defeito interno) foi o modo de falha de dois espécimes do Grupo E1S. Todas as falhas ocorreram na zona adesiva e a diferença micro estrutural entre as cerâmicas E1 e E2 foi um fator controlador principal na adesão. Os autores afirmaram que a qualidade da adesão não deve ser avaliada baseada apenas nos dados da força de união; o modo de falha e a análise fractográfica fornecem informações importantes que conduzem aos limites clínicos de desempenho.

O efeito na resistência de união de diferentes substratos, da forma e da espessura das amostras utilizadas para o ensaio de microtração foi avaliado por Goracci et al.²³ Foram utilizados 64 molares humanos recém-extraídos. Os dentes foram divididos em 16 grupos (n=4) de acordo com a região do substrato (esmalte e dentina), com a espessura da área de união (0,5 mm, 1,0 mm e 1,5 mm) e com a forma do espécime (“palito” ou ampulheta). De acordo com os resultados, a forma e a espessura dos espécimes apresentaram efeito significativo na resistência adesiva. Os maiores valores de resistência adesiva foram obtidos em dentina ao invés de esmalte e nos “palitos” ao invés das ampulhetas. A resistência adesiva diminuiu à medida que se aumentou a área de união. Os autores concluíram que a área adesiva não deve ultrapassar 1 mm².

Reis et al.⁴⁸ verificaram a influência da durabilidade de união e velocidade do corte durante a preparação dos cp na resistência adesiva entre um adesivo e a dentina, empregando o ensaio de microtração. Foram utilizados trinta e seis terceiros molares em que a superfície

dentinária foi exposta. Os espécimes foram armazenados por 10 min, 24 h ou 1 semana em água destilada a 37°C antes da realização dos cortes nos eixos “x” e “y” com diferentes velocidades de corte: 0,5; 1,6; 2,6 m/s, obtendo os cp com 0,8 mm² de área. Conforme os resultados obtidos, o maior valor de resistência adesiva foi obtido no grupo que foi armazenado por 1 semana e que teve velocidade de corte de 2,6 m/s. O menor valor foi encontrado quando o cp foi ensaiado imediatamente depois da cimentação e com velocidade de 0,5 m/s. Foi realizada a análise do modo de falha e classificada em adesiva, coesiva e mista, verificando-se que não houve falha coesiva nos espécimes testados. Os autores concluíram que o tempo de armazenagem, assim como a velocidade de corte podem afetar a resistência de união e, portanto, essas variáveis podem ser controladas no teste de microtração.

El Zohairy et al.¹⁹ avaliaram a influência da posição do espécime na colagem e de suas dimensões no ensaio de microtração. O estudo avaliou espécimes com área adesiva de diferentes dimensões: 1 mm x 1 mm x 10 mm, 1 mm x 2 mm x 10 mm e 1 mm x 3 mm x 10 mm, obtendo-se 7 espécimes por bloco. Os espécimes foram posicionados para fixação com as diferentes espessuras voltadas para cima. A distribuição de tensão foi avaliada através da FEA, demonstrando que as tensões foram localizadas aproximadamente a 0,2 mm das extremidades fixadas, com uma média de aproximadamente 64 MPa, com uma diminuição progressiva na superfície oposta livre de 32, 15 e 8 MPa para 1 x 1, 1 x 2 e 1 x 3, respectivamente para os cp fixados pelo lado de 1 mm. A distribuição de tensão para os espécimes fixados nos lados de 2 e 3 mm foram quase idênticas aos 1 x 1. Os autores concluíram que não houve diferença entre as diferentes posições de colagem em relação ao grupo controle; os maiores valores de resistência adesiva foram encontrados para os espécimes menores, segundo os autores em virtude da menor ocorrência de defeitos internos e falhas de superfície.

Dündar et al.,* em 2006, realizaram um estudo comparativo entre o ensaio de microtração e o de cisalhamento, avaliando, microscopicamente, o modo de falha. Foram utilizados quatro tipos de cerâmica com composição e microestrutura diferentes. Para o teste de cisalhamento os cp possuíam 5 mm de diâmetro e 3 mm de altura, enquanto que os espécimes para o ensaio de microtração apresentavam 10 mm x 10 mm x 2 mm. De acordo com a análise dos resultados, foram observadas diferenças significantes entre os dois métodos e os diferentes tipos de cerâmicas. O teste de cisalhamento apresentou maior resistência adesiva que os valores obtidos no teste de microtração. Após avaliação microscópica do modo de falha, verificou-se que o teste de cisalhamento apresentou falhas predominantemente coesivas na cerâmica e o de microtração apresentou apenas falhas mistas. Concluiu-se que ambos os métodos e os materiais utilizados influenciaram nos valores de resistência adesiva dos sistemas cerâmicos testados e o teste de microtração revelou distribuição mais homogênea dos dados obtidos com menor coeficiente de variação comparado com o teste de cisalhamento, que também demonstrou maior desvio - padrão e mais falhas coesivas no material cerâmico.

Yamaguchi et al.⁶⁷ se propuseram a avaliar a influência da velocidade do ensaio de microtração nos valores de resistência adesiva, utilizando dois sistemas adesivos. Os adesivos utilizados foram o Clearfil SE Bond e o Single Bond, combinados com a resina composta Clearfil AP-X. Foram utilizados dentes bovinos e aplicado o *primer* nos dentes em que se utilizou o Clearfil SE Bond e ácido fosfórico a 35% nos dentes em que o Single Bond seria aplicado. A resina composta foi aplicada em três camadas e fotoativada, obtendo-se altura de 6 mm. Os cp foram obtidos com área de aproximadamente 1 mm² e submetidos ao teste de

* Dündar M, Özcan M, Gökçe B, Çömlekoglu E, Leite F, Valandro LF. Comparison of two bond strength testing methodologies for bilayered all-ceramics. Dent Mater 2006; 14; [Epub ahead of print] (in press).

microtração com velocidades de 0,5, 1,0, 5,0 e 10,0 mm.min⁻¹. Em cada grupo foi utilizado 10 cp. Após o teste, os cp foram avaliados em microscópio óptico e o modo de falha foi classificado em coesiva (falha na dentina ou resina), adesiva ou mista, sendo observado 90% de falha adesiva para ambos sistemas adesivos. De acordo com os resultados, não houve diferença significativa entre as diferentes velocidades quando se usou o mesmo adesivo; houve diferença entre os tipos de adesivo, sendo obtido maior média nos valores de resistência adesiva para o Single Bond (46,0 MPa) em relação ao Clearfil SE Bond (36,7 MPa). Os autores concluíram que nenhuma influência da velocidade do teste foi observada, provavelmente em decorrência do tamanho pequeno do espécime e a incidência uniforme da força no ensaio de microtração.

2.2 Resistência de união a cerâmicas

Stangel et al.⁵⁹ conduziram um estudo para avaliar a resistência de união entre uma resina e uma cerâmica variando o tratamento da superfície cerâmica, utilizando o ensaio de cisalhamento. Os grupos foram constituídos da seguinte forma: a) sem condicionamento ácido; b) condicionamento com AFL a 52% por 90 s; c) condicionamento com AFL a 20% por 2,5, 5, 10 e 20 min. Foram obtidas inicialmente as imagens através do MEV para examinar a configuração da superfície da cerâmica preparada por diferentes tratamentos. Na segunda parte do estudo, os cp foram divididos: sem condicionamento ácido; condicionamento com AFL a 20% por 2,5 min. Em seguida, foram divididos (n=7) em três subgrupos (A, B, C e D, E, F). Nos grupos A e D foi utilizada uma resina sem carga, B e E foi aplicado o silano (Porcelain Bonding Agent) e nos grupos C e F, a aplicação do silano foi seguida da aplicação do adesivo (Creation Bond). Todos os espécimes foram imersos

em água por 7 dias a temperatura ambiente. Os espécimes foram submetidos ao teste de cisalhamento. O MEV revelou que a configuração da superfície cerâmica variou de acordo com a concentração do ácido e tempo de condicionamento. O condicionamento com AFL a 52% por 90 s apresentou uma superfície mais homogênea, enquanto que no condicionamento com ácido a 20% por 2,5 min apresentou porosidades maiores, sendo observado que nas exposições menores, essas grandes porosidades foram menos freqüentes. Os resultados indicaram que os grupos nos quais o condicionamento ácido foi realizado, não apresentaram diferença entre a aplicação do silano e silano mais adesivo e a resistência adesiva foi maior nesses grupos que nos grupos onde o ácido não foi utilizado.

A resistência de união de uma cerâmica (Vitadur N) a cimentos resinosos foi avaliada por Lu et al.,³² variando o tratamento de superfície, constituindo os seguintes grupos: a) AFL a 2%; b) aplicação do silano; c) AFL a 2% + aplicação do silano; d) sem tratamento (grupo controle). Os resultados apontaram que o maior valor de resistência foi obtido com a cerâmica condicionada pelo ácido e silanizada. Na avaliação através do MEV, verificou-se que o AFL permitiu a formação de microporos e poros interconectados que, associado com o agente silano, promovem efetividade na união da cerâmica aos sistemas adesivos. Os estudiosos concluíram que a resistência à fratura da cerâmica pode ser aumentada com esses procedimentos, o silano possui função de aumentar a molhabilidade do agente de união sobre a superfície cerâmica e unir-se quimicamente à matriz orgânica da resina com a fase cristalina da cerâmica.

O estudo de Aida et al.¹ avaliou, empregando o ensaio de cisalhamento, cinco diferentes condicionamentos da superfície cerâmica na resistência de união entre resina composta e cerâmica, utilizando três agentes silanos: Porcelain Liner M (PLM), Tokuso Ceramic Primer (TCP) e uma solução experimental: γ -metacriloxipropiltrimetoxi-silano 2% (γ -

MPS/EtOH). Os grupos foram constituídos de acordo com o tratamento realizado: Gr1- polimento; Gr2- ácido fosfórico por 60 s; Gr3- Gr2 + ultrassom; Gr4- AFL por 60 s; Gr5- Gr4 + limpeza ultrassônica. Os resultados obtidos apresentaram que o ácido não influenciou na resistência de união dos espécimes silanizados com PLM e TCP e a sua ação aumentou a resistência quando o silano experimental γ -MPS/EtOH foi aplicado. Os autores concluíram que a adesão entre cerâmica e resina composta teve destaque devido à formação de uniões siloxanas e maior rugosidade de superfície foi gerada pelo AFL.

Roulet et al.⁴⁹ investigaram o efeito das variações no tratamento de superfície e das combinações dessas variações, investigando a influência da composição do material, métodos para promover rugosidade na superfície, aplicação do silano, tratamento com silano utilizando calor e condições de armazenagem, na união entre cerâmica-resina. Três cerâmicas (Dicor, Mirage, Vitabloc), três métodos para promover rugosidade na superfície (condicionamento com AFL a 10%, jateamento com partículas de Al_2O_3 , polimento), três silanos (γ -metacriloxipropiltrimetoxi-silano – MPS, MPS + *paratoluidine*, *vinyltrichlorosilane*), dois tratamentos com calor (20°C por 60 s, 100°C por 60 s) e duas condições de armazenagem (24 h - seco, um ano em água a 37°C) foram estudados. Para cada 108 combinações, cinco espécimes foram testados. Os blocos cerâmicos foram preparados e cimentados a blocos da mesma cerâmica com um cimento resinoso dual. Foi realizado o ensaio de cisalhamento. Os resultados indicaram que todos os fatores, exceto o material, têm significativo efeito na resistência adesiva, portanto a seleção da cerâmica não tem efeito significativo e o método de obtenção de rugosidade na superfície, dentre os fatores estudados, é o que tem maior efeito na resistência de união. O condicionamento com AFL foi o que apresentou maiores valores de resistência adesiva. Para os espécimes condicionados com AFL, a resistência se manteve constante com a armazenagem em água, enquanto que para o jateamento e

polimento houve redução de 50 a 75% comparado com os espécimes que não foram armazenados. Os espécimes submetidos a 100°C apresentaram resistência duas vezes maior que os que foram mantidos a temperatura ambiente. O autor afirmou que a retenção mecânica parece ser um fator chave na influência da resistência de união entre cerâmica-resina.

A proposta de Kato et al.²⁸ foi avaliar a resistência adesiva, empregando o ensaio de cisalhamento, e a durabilidade de união entre diferentes sistemas de adesão e uma cerâmica feldspática. Foram confeccionados discos cerâmicos e utilizados cinco silanos e seis cimentos resinosos, constituindo seis grupos: Clearfill Porcelain Bond (CPB) + Panavia 21 (P21); Clearfill Porcelain Bond + Panavia EX (PEX); G-Cera Cosmotech II Primer (CTP) + G-Cera Cosmotech II Composite (CTC); Imperva Porcelain Primer (IPP) + Imperva Dual (IPD); Porcelain Liner M (PLM) + Super Bond C&B (SB); Tokuso Ceramics Primer (TCP) + Bistite Resin Cement (BTC). Metade dos cp foi submetida à ciclagem térmica (20000 ciclos, 4°C-60°C) para avaliar a durabilidade da união. Conforme os resultados, a resistência de união variou entre os grupos, antes da termociclagem (TC), de 65,3 MPa (CPB + PEX) a 30,3 MPa (PLM + SB), sendo 39,0 MPa (CPB + P21), 49,8 MPa (CTP + CTC), 48,5 MPa (IPP + IPD) e, por fim, 57,4 MPa (TCP + BTC). Nos cp que foram submetidos à TC, a resistência foi de 32,8 MPa, 30,3 MPa, 5,3 MPa, 5,8 MPa, 6,4 MPa e 45,2 MPa, respectivamente. O modo de falha foi avaliado e classificado em adesiva, coesiva e a combinação de ambos. Antes da TC, os espécimes exibiram falhas coesivas e mistas com fratura ocasional da cerâmica. Os seis grupos apresentaram alta resistência de união antes da TC, sendo que a redução na resistência adesiva após o envelhecimento não foi estatisticamente significativa apenas para a combinação PLM + SB, sendo este grupo o que apresentou menor valor de resistência adesiva antes da TC. Três grupos nos quais o silano é ativado pelo ácido hidrofóbico metacrilato (TCP + BTC, CPB + PEX e PLM

+ SB) apresentaram resistência adesiva bastante superior comparado com os outros grupos depois da TC. Essencialmente, todos os grupos demonstraram um aumento das falhas na zona adesiva como resultado do estresse térmico ao qual foram submetidos. Portanto, os autores verificaram, conforme os resultados do estudo, que houve redução na resistência de união após a TC. Os autores concluíram que as implicações clínicas do estudo referem-se à necessidade do uso adequado na combinação entre silano e agente cimentante resinoso para se obter durabilidade de união nas restaurações cerâmicas.

Empregando o ensaio de cisalhamento, Awliya et al.⁶ conduziram um estudo para verificar a resistência de união entre a cerâmica Procera AllCeram e um cimento resinoso. Foram confeccionados cp cerâmicos cilíndricos (8 mm de comprimento e 6 mm de diâmetro) e de acordo com o tratamento de superfície realizado, constituiu-se os seguintes grupos: Grupo 1: AFL 9,6% por 2 min; Grupo 2: microjateamento com Al_2O_3 50 μm por 15 s; Grupo 3: abrasão com ponta diamantada e ácido fosfórico a 37% por 2 min; Grupo 4: nenhum tratamento (grupo controle). O agente silano Enforce foi aplicado por 1 min e o agente cimentante resinoso dual Enforce foi manipulado, aplicado na superfície cerâmica e fotopolimerizado. Os espécimes foram armazenados por 7 dias (umidade 100% - temperatura ambiente) e submetidos ao ensaio. Conforme a análise de microscopia, a ação da ponta diamantada provocou um padrão de abrasão que sugeriu retenção mecânica pela remoção de partículas superficiais de alumina. Esse padrão microscópico apresentou-se menos evidente nas amostras microjateadas e não foi observado na cerâmica tratada com AFL. A resistência de união obtida nas amostras microjateadas (11,99 MPa) foi estatisticamente superior a resistência gerada pelos outros grupos (G1: 5,38 MPa; G3: 9,13 MPa; G4: 6,66 MPa). Diante dos resultados, os estudiosos concluíram que o microjateamento constituiu-se no método de tratamento mais efetivo para a cerâmica Procera AllCeram. A ineficácia do

AFL foi justificada pelo fato da alumina ser ácido-resistente, não sofrendo degradação química pela ação do produto. Afirmaram também que a função do silano não foi promover uma união química do cimento ao Procera, como ocorre em cerâmicas feldspáticas, e sim aumentar a molhabilidade do cimento resinoso para prover, dessa forma, uma interação mais íntima entre o substrato cerâmico e o agente cimentante resinoso.

Jardel et al.²⁷ estudaram o efeito do condicionamento com AFL e aplicação do silano sobre a resistência de união das cerâmicas feldspáticas GC (GC Dental) e PVS (SS White), assim como a topografia formada na superfície das cerâmicas pela ação do AFL. Foram confeccionados discos de cerâmica com 4 mm de altura, 20 mm de comprimento e 5 mm de diâmetro. Os discos foram divididos em quatro grupos: Gr1- sem tratamento, Gr2- condicionamento com AFL a 10% por 5 min, Gr3- aplicação do silano, Gr4- condicionamento e silanização. As amostras foram submetidas ao teste de resistência à tração. Em 10 amostras de cada cerâmica foi verificada a característica da topografia da superfície por meio da medição da rugosidade tridimensional empregando o MEV conectado ao computador IBM. Para a cerâmica GC, o grupo sem tratamento de superfície, apresentou os menores valores médios de resistência à tração (8,3 MPa), sendo que o condicionamento foi menos efetivo (11,6 MPa) que a silanização (19,6 MPa) e associação do condicionamento com a silanização resultou no maior valor médio de resistência de união (21,7 MPa). Para a cerâmica PVS, o grupo sem tratamento, apresentou os menores valores (6,1 MPa), e o condicionamento (11,2 MPa) foi eficiente como a silanização (12,4 MPa), e a combinação dos dois tratamentos aumentou a resistência de união (14,6 MPa). Em relação à topografia da superfície, o condicionamento ácido aumentou a rugosidade em 40% para a cerâmica GC e em 69% para a PVS em comparação com a superfície polida, isto porque a cerâmica PVS contém mais fase vítrea que a GC. Os autores concluíram

que a combinação, AFL e silano, é o tratamento superficial mais efetivo para as cerâmicas feldspáticas estudadas.

O grau de absorção de água e a alteração da dimensão de quatro adesivos e uma resina de baixa viscosidade foram determinados por Burrow et al.,¹⁰ sendo o tempo de armazenagem em água avaliado acima do período de um mês. Quatro adesivos (Prisma Universal Bond 3, All-Bond 2, Bondwell LC e LB Bond do sistema Clearfil Liner Bond II) e uma resina de baixa viscosidade (Protect Liner F) foram estudados. Foram confeccionados seis espécimes de cada material e o peso de cada espécime foi determinado imediatamente após o corte e colocado em água destilada a 37°C. Os pesos foram verificados com 1, 2, 3, 7 dias e 2, 3, 4 semanas. Após 4 semanas os espécimes foram secos por 2 semanas e o tamanho e o peso mensurados após 1 semana e após a secagem completa. Posteriormente, os espécimes foram colocados no vácuo por aproximadamente 4 horas e as dimensões mensuradas. Todos os materiais absorveram mais água na primeira semana. O Prisma Universal Bond 3 foi rapidamente estabilizado dentro dos dois primeiros dias, o LB se estabilizou após a primeira semana, os outros materiais testados tenderam a se estabilizar no final da terceira semana, com mudanças significantes antes desse período. Após o período de secagem, todos os materiais perderam água rapidamente, permanecendo com o peso menor que a mensuração inicial, exceto o All-Bond 2 e o Protect Liner, ambos retornaram ao peso original. Os autores concluíram que adesivos absorvem uma quantidade significativa de água que pode ajudar a reduzir pequenos *gaps* entre a resina e a dentina. Inversamente, pode também ser significativo o estresse localizado na interface entre dentina e resina podendo afetar a longevidade das restaurações. A absorção de água dentro da matriz resinosa pode afetar a longevidade das propriedades físicas desse material.

Em um estudo *in vivo*, Hayashi et al.²⁴ verificaram a longevidade de restaurações *inlay* de cerâmica feldspática durante oito

anos. Foram confeccionadas quarenta e cinco restaurações *inlay* da cerâmica G-Cera Cosmotech II para 26 pré-molares e 19 molares: Classe I em 12 dentes, Classe II em 31 dentes e *onlay* em dois dentes, cimentadas em 25 pacientes. Todas as restaurações foram avaliadas no momento da cimentação e após 6 meses, 1, 2, 4, 6 e 8 anos. Réplicas de 39 restaurações foram observadas através do MEV para avaliar a degradação marginal e desgaste da restauração. Os autores observaram 92% de sucesso em seis anos e 80%, em oito anos ocorrendo fratura marginal em onze (22%) casos, incluindo maiores fraturas em cinco (11%) durante os dois primeiros anos. Cáries recorrentes foram observadas em três (7%) casos e descoloração em 14 (31%). Através do MEV avaliou-se microfraturas marginais em 77% das restaurações após o período de oito anos. Concluíram que as restaurações apresentaram-se clinicamente aceitáveis. Entretanto, falhas críticas como fraturas e desintegração marginal foram aumentando microscopicamente com o tempo.

Canay et al.¹¹ desenvolveram um estudo em que caracterizaram a superfície da cerâmica atacada com AFL e FFA através do MEV, verificando os efeitos do tempo de condicionamento ácido, uso do silano e da limpeza com ultrassom por EDS. Foram confeccionados 24 discos da cerâmica Ceramco II com 7 mm de diâmetro por 3 mm de altura. Após a preparação das amostras, foi feita a armazenagem em água a 37°C por 24 h e foram constituídos 12 grupos (n=8): Gr1- condicionamento com FFA em gel 1,23% por 10 min; Gr2- Gr1 + silano, Gr3- Gr1 + ultrassom; Gr4- Gr1 + silano + ultrassom; Gr5- condicionamento com AFL a 9,5% por 1 min; Gr6- Gr5 + silano; Gr7- Gr5 + ultrassom; Gr8- Gr5 + silano + ultrassom; Gr9- condicionamento com AFL a 9,5% por 4 min; Gr10- Gr9 + silano; Gr11- Gr9 + ultrassom; Gr12- Gr9 + silano + ultrassom. Foi realizado um estudo das características topográficas da superfície atacada por AFL e pelo FFA pela análise das imagens obtidas no MEV. Em seguida, foi realizado um estudo de difração óptica de raioX para se avaliar se houve alguma mudança na distribuição

dos elementos químicos das amostras. O efeito do banho em ultrassom e da aplicação do silano também foi avaliado. Houve uma diferença notável na topografia cerâmica com relação ao tipo de ácido e ao tempo de ataque ácido. A superfície atacada com FFA apresentou-se relativamente homogênea em comparação com a do AFL, nesta última pôde-se notar a presença de microporos e lacunas. O padrão topográfico do ataque do AFL se apresentou mais evidente e característico. As lacunas e os canais apresentaram-se mais largos e profundos nas amostras atacadas por 4 min do que nas atacadas por 1 min. Observou-se por meio do MEV, a presença de uma fina camada de precipitado cristalino que após o banho em ultra-som foi removida. Pelo EDS notou-se que houve uma diminuição na concentração de silício, alumínio, cálcio e sódio na área atacada. Esse decréscimo foi mais evidente nas amostras atacadas com AFL por 4 min. Os autores concluíram com relação à qualidade do ataque com AFL que o tempo de 1 min apresentou-se bem adequado, pois apesar do maior tempo produzir mais rugosidades na superfície da cerâmica, isso pode causar uma concentração de tensão, podendo ocasionar o aparecimento de falhas na superfície cerâmica; e a remoção do precipitado com ultrassom foi efetiva.

Örtengren et al.⁴⁰ avaliaram a sorção de água, solubilidade e identificação dos monômeros liberados de diferentes materiais restauradores. Foram confeccionados 200 espécimes dos materiais: Alcaglass (Ivoclar, Alemanha), Cimento C&B (Bisco, USA), Sono-Cem (3MESPE, USA), Targis (Ivoclar, Alemanha), TPH (Dentsply, Alemanha), VarioLink II (Ivoclar, Alemanha). Os espécimes foram pesados após 4, 24 horas e 7, 60 ou 180 dias e a absorção e solubilidade foram calculados. Para a identificação dos monômeros liberados, foi recolhida a água onde os espécimes ficaram armazenados e o tipo de monômero foi identificado. Os autores concluíram que a composição da matriz é importante para a absorção e solubilidade. Materiais compostos de monômeros hidrofílicos apresentaram maior sorção. O monômero mais liberado foi o TEGDMA.

A durabilidade da adesão cerâmica - cimento resinoso, variando os tempos de armazenagem e modos de fotoativação durante a cimentação foi a proposta do estudo de Foxton et al.²¹ Os blocos cerâmicos (Vita Celay) foram divididos em quatro grupos: a) 2 blocos cimentados com Bistite II; b) 2 blocos condicionados com K-Etchant Gel (Al_2O_3 a 40%), Clearfil Liner Bond 2V Primer (CLBP), Porcelain Bond Activator (PBA) e Bistite II; c) 2 blocos cimentados com Tokuso Ceramic Primer, Panavia F; d) 2 blocos condicionados com K-Etchant Gel, CLBP, PBA, Panavia F. Cada grupo foi subdividido em três subgrupos nos quais variou-se o modo de ativação: a) sem fotoativação; b) ativação por 20 s em uma só direção (recomendação do fabricante); c) ativação por 20 s em seis diferentes direções. Os grupos foram submetidos a diferentes tempos de armazenagem: 1 dia, 1 semana e 6 semanas. Após a obtenção dos cp, foi realizado o ensaio de microtração. Os resultados mostraram que os fatores cimento resinoso, condicionador e estratégia de fotoativação apresentaram efeito significativo na força de adesão. O tempo de armazenagem não apresentou efeito significativo na força de união. A exposição à luz em seis direções foi melhor do que em uma só direção ou sem exposição nenhuma à luz (cura química).

Hooshmand et al.²⁶ tiveram como proposta do estudo analisar a durabilidade da união entre cerâmicas à base de sílica e um cimento resinoso dual (Variolink). O silano utilizado neste estudo foi preparado, consistindo em 2,5% de γ -metacriloxipropiltrimetoxi-silano (γ -MPS), 2,5% de ácido acético e 95% de etanol. A solução do silano foi hidrolisada antes de ser utilizada. Foram realizados sete diferentes procedimentos de aplicação do silano (n=30): 1) imersão dos espécimes na solução do silano e secagem com jato de ar por 15 s; 2) imersão dos espécimes por 60 s e secagem a 100°C por 2 min; 3) aplicação do silano por 60 s e secagem com jato de ar por 15 s; 4) método 3 tratado a 100°C por 2 min; 5) método 3 seco a 50±5°C por 15 s; 6) método 5 em água a 80°C (15 s) e secagem com ar quente por 30 s; 7) método 6 e aplicação

de uma fina camada de resina sem carga (Variolink-Vivadent). Foram também realizados quatro diferentes tratamentos de superfície: 8) jateamento com óxido de alumínio (50 μm); 9) condicionamento com AFL a 10% por 2 min; 10) jateamento associado com a aplicação do mesmo ácido. Os espécimes foram armazenados em água a 37°C em diferentes períodos: 24 h, 1 semana, 1 mês, 3 meses, TC (3000x, 5°C-55°C) e armazenados em água a 100°C por 24 h. Conforme os resultados, o grupo 7 (27,95 MPa) foi o que apresentou maiores valores de resistência adesiva em relação aos outros grupos: grupo 1 (15,09 MPa), grupo 2 (20,47 MPa), grupo 3 (20,32 MPa), grupo 4 (15,84 MPa), grupo 5 (22,61 MPa), grupo 6 (20,62 MPa). Não houve diferença significativa entre os diferentes tipos de tratamento de superfície; não houve deterioração da união após 3 meses de armazenagem e após a TC; o silano foi capaz de resistir ao ataque hidrolítico em água fervente, visto que para as amostras armazenadas por 24 h em água fervente não houve diferença significativa nos valores médios da resistência adesiva para todos os tratamentos de superfície testados. Os estudiosos concluíram que uma durável união entre cerâmica e cimento resinoso pode ser obtida através de uma aplicação do silano adequada sem a necessidade da aplicação do AFL na superfície cerâmica.

Com o propósito de avaliar a resistência adesiva entre uma cerâmica feldspática e quatro diferentes cimentos resinosos, Stewart et al.⁶⁰ variaram o tipo de tratamento de superfície da cerâmica imediatamente e após seis meses da cimentação. Foram utilizados quatrocentos e oitenta discos da cerâmica de baixa fusão (Ceramco II) com 10 mm de diâmetro e 4 mm de espessura. Foi aplicado ácido fosfórico a 37% por 1 min em todos os discos para promover uma limpeza de superfície. Os espécimes foram divididos em seis grupos: Gr1- controle, sem tratamento; Gr2- jateamento com partículas de Al_2O_3 de 50 μm por 3 s; Gr3- aplicação do silano de cada fabricante do cimento; Gr4- Gr2 + Gr3; Gr5- AFL a 9,6% por 5 min; Gr6- Gr5 + Gr3. Estes grupos

foram divididos em subgrupos de acordo com um dos quatro cimentos utilizados. Todos os cp foram imediatamente submersos em solução salina isotônica (pH=7,5). Após 24 h, dez espécimes de cada subgrupo foram testados e as outras dez, 6 meses depois. O condicionamento com AFL seguido da aplicação do silano produziu os maiores valores de resistência ao cisalhamento para os quatro cimentos usados nos dois tempos de armazenagem: 24 h e seis meses. Os autores concluíram que o condicionamento com AFL associado ao silano foi o tratamento de superfície mais efetivo.

O efeito do ataque ácido e da silanização na união entre um cimento resinoso e uma cerâmica vítrea foi motivo de estudo para Shimada et al.⁵³ Constituíram-se seis grupos: a) sem tratamento; b) acabamento e polimento da superfície com borrachas abrasivas e pasta diamantada, com posterior limpeza em ultrassom; c) aplicação do AFL a 16,8% durante cinco segundos; d) aplicação do AFL a 16,8% a trinta segundos; e) aplicação do ácido fosfórico a 40% por 5 s; f) aplicação do ácido fosfórico a 40% por 30 s. Posteriormente, foi realizada a cimentação com o sistema adesivo, cimento resinoso, com e sem o uso de silano. O teste mecânico utilizado neste estudo foi o de microcisalhamento. Os autores concluíram que o uso do silano aumentou a resistência adesiva entre a cerâmica e o cimento.

Della Bona et al.¹⁶ estudaram a resistência de união entre sete cerâmicas variando o tratamento de superfície: a) 10% *ammonium bifluoride* (ABF) por 1 min; b) AFL a 9,6% por 2 min; c) FFA a 4%; d) um agente de união silano (S). Foi aplicado um adesivo (SBMP) e o cimento resinoso (RelyX ARC), o conjunto cerâmica-cimento resinoso foi submetido ao teste de tração. As superfícies tratadas com o silano apresentaram a média da resistência significativamente maior que os valores obtidos para as superfícies tratadas com AFL, ABF e FFA. AFL produziu médias estatisticamente maiores que as do ABF e FFA, e estes não diferiram entre si. Todas as falhas ocorreram dentro da zona adesiva.

Os estudiosos concluíram que o teste de resistência a tração é adequado para análises de resistência de união do sistema cerâmica-resina. A união química produzida através do silano promove maiores valores de resistência que a retenção micromecânica obtida através dos outros tipos de tratamento utilizados neste estudo.

El Zohairy et al.²⁰ investigaram, através do ensaio de microtração e do modo de falha, a resistência adesiva entre uma cerâmica feldspática do sistema CAD/CAM e três cimentos resinosos, assim como entre uma resina e três cimentos resinosos, variando o tratamento de superfície. Foram utilizados doze blocos de Cerec Vitablocs Mark II e doze blocos da resina 3M Paradigm MZ100, realizando três tratamentos de superfície: a) sem tratamento (controle); b) aplicação do adesivo (Ad); c) condicionamento com AFL a 8% por 2 min e silanização (AFL + S) ou d) combinação dos dois tratamentos anteriores (Ad + AFL + S). O silano utilizado foi o Monobond-s. Três adesivos (Syntac single component, Optibond solo plus, Scotchbond 1) foram aplicados, de acordo com o cimento utilizado, e fotopolimerizados por 20 s. Três cimentos resinosos (Tetric Flow, Nexus 2, RelyX ARC) foram sobrepostos na superfície em camadas (5 mm de altura), sendo o Tetric Flow associado com o Syntac single component; o Nexus 2 com o Optibond solo plus e o RelyXARC combinado com o Scotchbond 1. Os espécimes foram preparados com área de 1 mm², para posterior ensaio de microtração. Todos os espécimes, do grupo controle e do grupo em que apenas o adesivo foi aplicado nos blocos cerâmicos, apresentaram rompimento prematuro durante o corte de preparação dos cp, enquanto que em apenas alguns cp dos outros grupos houve rompimento. Os resultados indicaram que o AFL + S e o AFL + S + Ad apresentaram maiores valores de resistência adesiva, sendo 27,0 MPa e 29,2 MPa, respectivamente. Quando avaliou-se os tratamentos combinados com os diferentes cimentos na cerâmica, o AFL + S + Ad associado com o cimento Nexus 2 foi o que apresentou maior resistência. A união da resina com o cimento apresentou maior

resistência adesiva em relação à união do cimento à cerâmica. Para determinar o modo de falha, todos os espécimes foram examinados no microscópio óptico e realizado o MEV. O tipo de falha foi classificada em: A- falha adesiva na interface entre o substrato e o cimento; B- falha coesiva no substrato; C- falha coesiva no cimento; D- mista A e B; E- mista A e C. O modo de falha foi 30% adesiva para a Vitablocs e 68% mista. Os autores verificaram que o tratamento utilizando AFL, silano e adesivo foi o que apresentou maior resistência adesiva quando comparado com os outros tratamentos testados.

Blatz et al.⁸ realizaram uma revisão da literatura a respeito da adesão nas cerâmicas. Especificaram as opções de tratamento de superfície, tais como: desgastes, abrasão com instrumentos diamantados, jateamento com partículas de óxido de alumínio e de sílica, condicionamento ácido e combinações entre os métodos. Relataram que as cerâmicas fedspáticas dependem de uma forte união micromecânica e química na superfície cerâmica, necessitando de rugosidade e limpeza adequada para adesão efetiva. A ação do ácido ocorre removendo seletivamente a matriz vítrea, expondo estruturas cristalinas. Afirmaram que o precipitado do ácido pode influenciar na adesão. A importância da aplicação do silano também foi relatada pelos autores. Concluiu-se, a partir dos estudos avaliados, que as cerâmicas baseadas em sílica devem ser condicionadas com o AFL (2,5% ou 10% por 2 a 3 min) e posterior aplicação do agente silano. Sendo que para as cerâmicas aluminizadas infiltradas por vidro, é recomendado o jateamento com partículas de óxido de alumínio (50 a 110 μ m a 2,5 bar) e o uso de um cimento fosfatado modificado (Panavia 21) ou jateamento com partículas de sílica (Sistema Rocatec) combinado com um cimento resinoso convencional a base de Bis-GMA.

O objetivo do estudo de Khatri et al.²⁹ foi sintetizar derivados do Bis-GMA, caracterizar e avaliar suas propriedades físico-químicas. Para isso, foi realizada a reação do Bis-GMA com vários *alkyl isocyanates*

(*ethyl, n-propyl, n-butyl, n-hexyl e n-octyl isocyanates*), variando o comprimento da cadeia química. Os isocianatos empregados no estudo foram usados para avaliar o efeito do comprimento da cadeia do *alkyl* dos monômeros uretano nas suas propriedades e de seus polímeros. Dessa forma, os grupos hidroxila (-OH) foram desfeitos e formaram-se ligações de hidrogênio, obtendo maior energia coesiva. O estudo se propôs a investigar as propriedades críticas dos novos monômeros, a saber, viscosidade, conversão do grupo vinil, polimerização, contração e característica hidrofóbica. Estes novos monômeros, derivados de uretano do Bis-GMA, foram mais hidrofóbicos, devido à substituição do grupo hidroxila (hidrofílico) do Bis-GMA por substitutos hidrofóbicos. Além disso, exibiram menor viscosidade do que o Bis-GMA, visto que a viscosidade desses monômeros experimentais diminui com o aumento do comprimento da cadeia do *alkyl urethane*. A combinação da baixa contração de polimerização com a alta conversão do grupo vinil, reduz a absorção de água, diminui o potencial de penetração nos tecidos, aumentando a biocompatibilidade. Por causa de suas excelentes propriedades, os autores concluíram que esses novos derivados do Bis-GMA tem tanto potencial quanto os monômeros dentais e podem provê melhores propriedades aos materiais resinosos que utilizam o sistema do monômero metacrilato.

Tay et al.⁶² avaliaram os fatores que contribuem para a incompatibilidade entre os adesivos simplificados e os cimentos resinosos duais e quimicamente ativados, avaliando a interação química entre os monômeros ácidos e aminas terciárias básicas derivadas dessas resinas. Alguns adesivos estão disponíveis na forma dual, usando ativadores que são compatíveis com as resinas duais e quimicamente ativadas. Os adesivos que contêm componentes resinosos hidrofílicos/ácidos são vulneráveis ao movimento da água após polimerização. Foram investigadas duas versões químicas: o OptiBond Solo Plus Activator e uma solução de resina livre a 2% de *benzene sulphinic acid sodium salt*

(um co-iniciador químico) em etanol. Para o teste de microtração foram utilizados 36 molares humanos, sendo divididos em hidratados e desidratados. Para a dentina hidratada, os dentes foram hidratados dentro das condições de normalidade. Nove grupos foram constituídos: Gr1- fotopolimerização/hidratado (L-H) – controle; Gr2- fotopolimerização tardia/hidratado (DL-H); Gr3- fotopolimerização tardia/desidratado (DL-D); Gr4- quimicamente ativado/hidratado (C-H); Gr5- quimicamente ativado /desidratado (C-D); Gr6- quimicamente ativado, OptiBond Solo Plus Activator/hidratado (CA-H); Gr7- quimicamente ativado, OptiBond Solo Plus Activator/desidratado (CA-D); Gr8- quimicamente ativado, uma solução de resina livre a 2% de *benzene sulphinic acid sodium salt in ethanol* /hidratado (CB-H); Gr9- quimicamente ativado, uma solução de resina livre a 2% de *benzene sulphinic acid sodium salt in ethanol* /desidratado (CB-D). Os resultados indicaram que a fotoativação tardia (DL-H; Grupo 2) diminuiu a resistência adesiva quando comparado com a ativação imediata (L-H; Grupo 1); os grupos experimentais DL-D (Grupo 3) e CB-D (Grupo 9) não apresentaram diferença significativa em relação ao grupo controle L-H. A Transmissão Microscópica de Elétron (TEM) revelou a presença de bolhas de água contendo prata ao longo da interface entre adesivo - resina no DL-H (Grupo 2), CA-H (Grupo 6), CB-H (Grupo 8) e dentro da resina C-H (Grupo 4). Interações químicas adversas no C-H (Grupo 4) e C-D (Grupo 5) resultaram na observação de uma linha dos depósitos de prata ao longo da interface adesivo-resina. Em relação ao modo de falha, falhas adesivas ocorreram exclusivamente nos grupos 2, 4, 5, 6, 7 e 8. Os grupos restantes (Grupos 1, 3 e 9) apresentaram 14-22% de falhas coesivas na dentina e na resina. Os autores concluíram que a união após contato prolongado com a dentina hidratada com OptiBond Solo Plus é afetada devido a uma permeabilidade intrínseca do adesivo. O uso do Activator é ligeiramente efetivo aumentando a união entre o adesivo e a resina química ou dual. O uso da solução experimental de resina livre (*benzene sulphinic acid sodium salt solution*)

resultou na completa eliminação de interações químicas adversas, a permeabilidade inerente dos adesivos polimerizados impossibilita a otimização da união entre os cimentos dual e químico à dentina hidratada.

Spohr et al.⁵⁸ analisaram o efeito de diferentes tratamentos de superfície entre uma cerâmica (IPS Empress 2) e um cimento resinoso, utilizando o ensaio de microtração. Para tanto, foram confeccionados discos cerâmicos que foram divididos em seis grupos: G1- jateamento com partículas de óxido de alumínio (100 µm); G2- G1 + aplicação do agente silano; G3- jateamento com partículas de óxido de alumínio (50 µm); G4- G3 + aplicação do agente silano; G5- condicionamento com AFL; G6- G5 + aplicação do agente silano. Após o tratamento de todos os cp de cada grupo, o adesivo foi aplicado sobre a superfície cerâmica, fotopolimerizado e, por fim, o cimento resinoso. Os cp foram obtidos para posterior ensaio de microtração. Os autores concluíram que a aplicação do silano promoveu maiores valores de resistência de união; os tratamentos de superfície mais efetivos foram o condicionamento com AFL, com aplicação do silano (25,6 MPa) e sem o silano (16,4 MPa), sendo, portanto, o tratamento mais efetivo o condicionamento com AFL associado ao silano.

Matinlinna et al.³⁴ fizeram uma revisão sobre o uso dos silanos na Odontologia. Segundo os autores, o silano é um composto que possui duas partes funcionais. A parte orgânica ($-\text{CH}=\text{CH}_2$, $-\text{CH}_2\text{CH}=\text{CH}_2$, $-\text{NH}_2$, $-\text{N}=\text{C}=\text{O}$) reage com a matriz orgânica. Os grupos alcoxi ($-\text{O}-\text{CH}_3$, $-\text{O}-\text{CH}_2\text{CH}_3$) reage com o substrato inorgânico, em ambos os casos formando uma adesão covalente entre as matrizes. Os silanos têm a função de promover adesão entre matrizes orgânicas e inorgânicas. O composto mais utilizado no uso odontológico é o γ -metacrilopropiltrimetoxi-silano monofuncional (MPS) diluído em solução de etanol com pH de 4 a 5, associado com ácido acético. Os silanos podem ser utilizados em qualquer material resinoso que contenha grupos metacrilatos. As teorias que tentam explicar o que ocorre na

interface quando os silanos são aplicados são duas: 1) adesão, interpenetração e teorias rígida e macia; 2) o silano modifica o substrato com uma camada de óxido formando uma camada de conversão. A aplicação do silano nas partículas de carga das resinas compostas diminui a viscosidade entre partícula + matriz, aumentando as propriedades das resinas compostas. Sua aplicabilidade se estende ainda ao uso em cerâmicas, metais nobres, não-nobres e titânio antes da cimentação e no pré-tratamento de fibras de vidro.

Nogami et al.³⁸ verificaram o efeito da aplicação do agente silano e diferentes *primers* sobre a resistência ao cisalhamento entre uma cerâmica feldspática, VMK-68, e um cimento resinoso dual. O Porcelain Primer M contém monômero carboxílico e o Tokuso Ceramics Primer contém o monômero fosfatado para ativação do silano. Para tanto, discos cerâmicos foram confeccionados e tratados: G1- controle; G2- *primer* A do Porcelain Liner M (PLM-A); G3- *primer* B do Porcelain Liner M (PLM-B); G4- *primers* A e B do Porcelain Liner M (PLM-AB); G5- *primer* A do Tokuso Ceramics Primer (TCP-A); G6- *primer* B do Tokuso Ceramics Primer (TCP-B); G7- *primer* A e B do Tokuso Ceramics Primer (TCP-AB). Depois dos cp terem sido subdivididos; foram termociclados (4-60°C, 1 min, 20000 ciclos). Dos sete grupos avaliados, dois grupos (PLM-AB e TCP-AB) apresentaram maior resistência antes da TC (30,7 MPa e 29,7 MPa, respectivamente) e depois (19,7 MPa e 22,4 MPa, respectivamente). Os autores concluíram que os dois líquidos do *primer* cerâmico aplicados em conjunto apresentaram superior adesão do que cada líquido aplicado isoladamente, os grupos PLM-B e TCP-A demonstraram menor resistência adesiva que os grupos tratados com os dois líquidos do *primer*. Além disso, nos três grupos que não foram usados o agente silano (PLM-A, TCP-B e controle) foi observado menor resistência de união depois da TC, pobre adesão nos grupos em que não foi feita a silanização e a maior resistência foi obtida quando se usou os dois líquidos do *primer*.

A adesão e a durabilidade de união entre diferentes agentes cimentantes resinosos duais, uma cerâmica aluminizada infiltrada por vidro, In-Ceram Alumina, e quatro agentes silanos foi o motivo do estudo de Nakamura et al.³⁷, através do ensaio de cisalhamento. Os cimentos resinosos utilizados foram: Linkmax HV (LM), Panavia Fluoro Cement (PFC) e RelyX ARC (RX) e os silanos foram: Clearfil Porcelain Bond (CPB), GC Ceramic Primer (GCCP), Porcelain LinerM (PL) e Tokuso Ceramic Primer (TCP). Metade dos cp foi armazenada por 24 h e a outra metade foi submetida à TC (20000 ciclos, 4°C-60°C) antes do teste de cisalhamento. Os resultados indicaram que: todos os grupos em que os diferentes agentes silanos foram aplicados apresentaram maior resistência adesiva quando comparado ao grupo em que não foi aplicado nenhum silano; os espécimes tratados com o CPB apresentaram maiores valores de resistência adesiva que os outros três silanos estudados, exceto quando associado ao PFC submetido à ciclagem térmica. Em relação à durabilidade da união, não houve diferença significativa na resistência adesiva após a TC entre os cp tratados com os diferentes silanos e combinados com o LM, exceto para o GCCP, que houve redução de 37,1 MPa para 31,7 MPa; os espécimes cimentados com PFC ou RX após a termociclagem apresentaram diminuição significativa entre os espécimes tratados com algum dos silanos estudados, exceto para a combinação do GCCP e o PFC. O modo de falha foi avaliado em microscópio óptico e classificado em falha adesiva, falha adesiva complexa e falha coesiva no cimento resinoso. Os espécimes que não foram submetidos à TC apresentaram falhas adesivas, assim como todos os espécimes após a TC, exceto o CPB e o GCCP combinado com o LM e o GCCP e PFC. Os autores concluíram ter sido um fator crucial os silanos que possuem em sua composição o peróxido de benzoíla e um acelerador, como o CPB, para criar uma durável união do cimento resinoso à cerâmica aluminizada infiltrada por vidro. Relataram que significantes diferenças foram observadas nas

diferentes combinações do silano com o agente cimentante resinoso; portanto, afirmaram que tal situação pode ser dependente de ambas composições e da combinação entre o silano e o cimento resinoso.

Helvatjoglu-Antoniades et al.²⁵ estudaram o efeito da TC na resistência adesiva entre dentina bovina e quatro sistemas adesivos. Três sistemas adesivos de um frasco (Single-Bond, Bond 1, One Step) e um adesivo auto-condicionante (Clearfil Liner Bond 2V) foram avaliados. A dentina foi condicionada e o adesivo aplicado de acordo com as instruções do fabricante. Dez espécimes de cada material foram preparados e, então, sobreposta a resina (3 mm de altura). Metade dos espécimes foi submetida à TC (5000 ciclos) e o ensaio de cisalhamento foi realizado. O modo de falha foi classificado em tipo 1) falha adesiva; 2) parcialmente adesiva entre a dentina e a resina e parcialmente coesiva na resina; 3) coesiva na dentina; 4) coesiva na resina. Antes da TC, o tipo de falha predominante foi o tipo 2 e após, o número de falhas do tipo 1 reduziu. O tipo 3 não foi observado em nenhum espécime. As falhas foram predominantemente adesivas (tipos 1 e 2), tanto antes quanto depois da TC. O resultado do estudo demonstrou que a TC reduz significativamente a resistência de união em todos os sistemas adesivos utilizados.

O efeito de diferentes tratamentos de superfície na união entre uma cerâmica e uma resina foi um estudo conduzido por Meyer Filho et al.³⁵, realizando o ensaio de microtração. Os grupos foram constituídos de acordo com o tratamento de superfície realizado no bloco cerâmico, sendo previamente realizado o jateamento com partículas de óxido de alumínio em todos os blocos: Grupo 1) condicionamento com o AFL a 9,5% por 20 s e silano (AFL + S); Grupo 2) silano por 3 min (S); Grupo 3) AFL a 9,5% por 20 s; Grupo 4) sem tratamento (Controle). Foi aplicado o adesivo (SBMP) na superfície cerâmica tratada, fotopolimerizado e, em seguida, a superfície foi coberta com resina composta. Os cp foram obtidos após o corte do

conjunto cerâmica - resina composta e submetidos ao teste de microtração. Todos os espécimes do Grupo 4 (Controle) se romperam durante o corte e, por isso, foram eliminados. O Grupo 1 (AFL + S) foi o que obteve maiores valores de resistência adesiva ($56,8 \pm 10,4$ MPa) em relação aos outros grupos, o Grupo 2 (S) apresentou $44,8 \pm 11,6$ MPa e o Grupo 3 (AFL), $35,1 \pm 7,7$ MPa. O modo de falha de todos os espécimes ocorreu na zona adesiva. Os autores concluíram que o tratamento de superfície é um fator decisivo na resistência de união, sugerindo que o silano é um fator responsável pela união entre resina e cerâmica. Afirmaram que o condicionamento com ácido promove máxima resistência adesiva entre a cerâmica vítrea IPS Empress 2 à resina e que apenas o jateamento não provê adequada resistência de união.

Leite³¹, em 2005, se propôs em seu trabalho a estudar o efeito da limpeza em aparelho sônico do precipitado do AFL sobre a resistência de união entre uma cerâmica feldspática e um cimento resinoso. Foram confeccionados blocos da cerâmica VITA VM7 e duplicados em resina composta. Os blocos cerâmicos foram condicionados com AFL e parte dos blocos foi submetida à limpeza em ultra-som. Cada conjunto cerâmica / cimento / resina composta foi submetido ao ensaio de microtração. Conforme os resultados obtidos, concluiu-se que a limpeza em ultra-som com água destilada dos precipitados do AFL proporcionou valores maiores de resistência adesiva.

O efeito da TC sobre a resistência adesiva entre uma cerâmica aluminizada e um cimento resinoso dual foi a proposta do estudo de Andreatta Filho et al.⁴, através do ensaio de microtração. Foram confeccionados nove blocos cerâmicos, que em seguida foram condicionados em uma de suas faces com o sistema Rocatec. Dessa forma, foram cimentados blocos de resina composta sobre os blocos cerâmicos, sendo divididos em três grupos: G1) 14 dias em água

destilada a 37°C; G2) TC - 6000 ciclos, 5°C-55°C; G3) TC - 12000 ciclos, 5°C-55°C. Os resultados obtidos mostraram que G1 (10,71 MPa) não diferiu estatisticamente de G2 (9,01 MPa), havendo diferença entre G1 e G3 (7,28 MPa). Os autores concluíram que a TC realizada com 6000 ciclos não influenciou na resistência adesiva, entretanto 12000 ciclos diminuiu significativamente a resistência de união comparado com o grupo que não foi submetido à ciclagem térmica.

Malacarne et al.³³ investigaram a absorção de água, solubilidade e a difusão da água em resinas formuladas para serem usadas como agentes de união. Foram utilizados quatro agentes adesivos, dois livres de solvente: Adper Scotchbond Multi-Purpose (MP) e Clearfil SE Bond (SE), e dois com componente solvente: Adper Single Bond (SB) e Excite (EX), ambos com etanol na sua composição; e cinco resinas experimentais a base de metacrilato com característica hidrofílica. Os espécimes foram preparados e armazenados em água destilada por 28 dias para avaliação da difusão da água. Os resultados indicaram que a composição da resina composta e a característica hidrofílica influenciaram na absorção de água, solubilidade e difusão da água, tanto nos adesivos quanto nas resinas experimentais. Das cinco resinas experimentais, a mais hidrofílica apresentou maiores valores de absorção de água, solubilidade e coeficiente de difusão da água. Os adesivos com compostos solventes, SB e EX, apresentaram absorção de água, solubilidade e coeficiente de difusão de água maior que o observado nos adesivos sem sistemas solventes, MP e SE. Em relação à armazenagem em água, o SB e EX apresentaram uma diminuição constante da massa após o primeiro dia de armazenagem, enquanto que os espécimes MP e SE apresentaram significativa diminuição da massa observado apenas 28 dias depois da avaliação. Concluiu-se que a absorção de água, solubilidade e o coeficiente de difusão de água das resinas baseadas em metacrilato, formuladas para serem usados como agentes de união, são positivamente dependentes da composição dos

adesivos e hidrofília dos mesmos, podendo afetar o mecanismo de estabilidade desses materiais e favorecer uma degradação rápida e catastrófica da união resina-dentina.

O objetivo do estudo de Peumans et al.,⁴⁴ em 2007, foi estudar o efeito de diferentes tratamentos de superfície em uma cerâmica do sistema CAD-CAM, através do ensaio de microtração. Os blocos cerâmicos foram confeccionados com duas dimensões diferentes e foram divididos em sete grupos: Gr1- sem tratamento; Gr2- condicionamento com ácido fosfórico a 37%; Gr3- ácido fosfórico a 37% + silano; Gr4- ácido fosfórico a 37% + silano + adesivo (Heliobond); Gr5- AFL a 4,9%; Gr6- AFL a 4,9% + silano; Gr7- AFL a 4,9% + silano + adesivo. Os blocos de diferentes tamanhos foram cimentados com o cimento resinoso Variolink II para posterior obtenção dos cp. Em seguida, foram submetidos ao ensaio de microtração. De acordo com os resultados obtidos, houve diferença estatisticamente significativa entre o Grupo 1 e os Grupos 3-7, e entre o Grupo 2 e os Grupos 4-7. Todos os espécimes dos Grupos 1-4 apresentaram falha adesiva, enquanto uma combinação de falhas adesivas e mistas (adesiva e coesiva) foram observadas nos cp dos Grupos 5-7. Os autores concluíram que a aplicação do adesivo hidrofóbico após o condicionamento ácido e a silanização não influenciou na resistência de união.

3 PROPOSIÇÃO

O objetivo do trabalho foi comprovar as seguintes hipóteses:

- a) a aplicação de um adesivo à cerâmica condicionada pode aumentar a resistência adesiva;
- b) a armazenagem e a ciclagem térmica podem reduzir a resistência adesiva.

4 MATERIAL E MÉTODOS

4.1 Material

Os materiais utilizados para a realização dos experimentos, nome comercial, fabricante e composição, estão descritos no Quadro 1.

Quadro 1- Material, nome comercial, fabricante e composição dos materiais usados para a confecção dos cp.

Material	Nome comercial, fabricante	Composição
Material cerâmico	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 a 10%	Condicionador de porcelanas (Dentsply, Petrópolis, RJ, Brasil)	Ácido fluorídrico, água, espessante e corante
Silano	Porcelain Primer (Bisco, Schaumburg, IL, EUA)	γ -metacriloxipropiltrimetoxi-silano hidrolisado (γ -MPS)
Sistema adesivo	Scotchbond Multi-Purpose Plus Adhesive (3M ESPE, Seefeld, Alemanha) (fotopolimerizável)	HEMA, Bis-GMA
Cimento resinoso	Variolink II (Ivoclar Vivadent, Schaan, Leichtenstein)	Bis-GMA/ UDMA/TEGDMA/DMA/ <i>barium sulfate/Ba-Al-Fluoro-Si-glass/sílica cont. composite resin</i>

4.2 Métodos

4.2.1 Obtenção dos blocos cerâmicos

Foram confeccionados 20 blocos cerâmicos de VITA VM7 (LOT: 7404). Inicialmente, foi usinado um padrão de resina acrílica com dimensões de 8 mm de altura, 8 mm de comprimento e 6 mm de

espessura, para se obter blocos de cerâmica com tamanhos semelhantes para todos os grupos (Figura 1).



FIGURA 1- Padrão de resina acrílica.

Em seguida, foi confeccionado o molde deste padrão com silicone por reação de adição na consistência de massa densa (Elite HD, Zhermach, Badia Polesine, Itália, LOT: 18443) (Figuras 2a-c). O molde foi isolado com óleo mineral (Figura 2d). O pó VITA VM7 Dentin 5M2 e o líquido modelador (Modeling Liquid for Vita VM7) foram manipulados, conforme as instruções do fabricante, e a massa cerâmica, com o auxílio de uma espátula, foi inserida em pequenas porções e condensada dentro do molde de silicone e vibradas manualmente para melhor assentamento até completar todo o espaço do molde (Figuras 2e, f). O excesso de líquido modelador foi removido com papel absorvente macio (Figura 2g) e o bloco removido do molde (Figuras 2h, i). Os blocos “verdes” foram submetidos à sinterização em um forno Vacumat (VITA Zahnfabrik) (Figura 3a) 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 tinham dimensões aproximadas de 6,4 mm x 6,4 mm x 4,8 mm (Figura 3b).

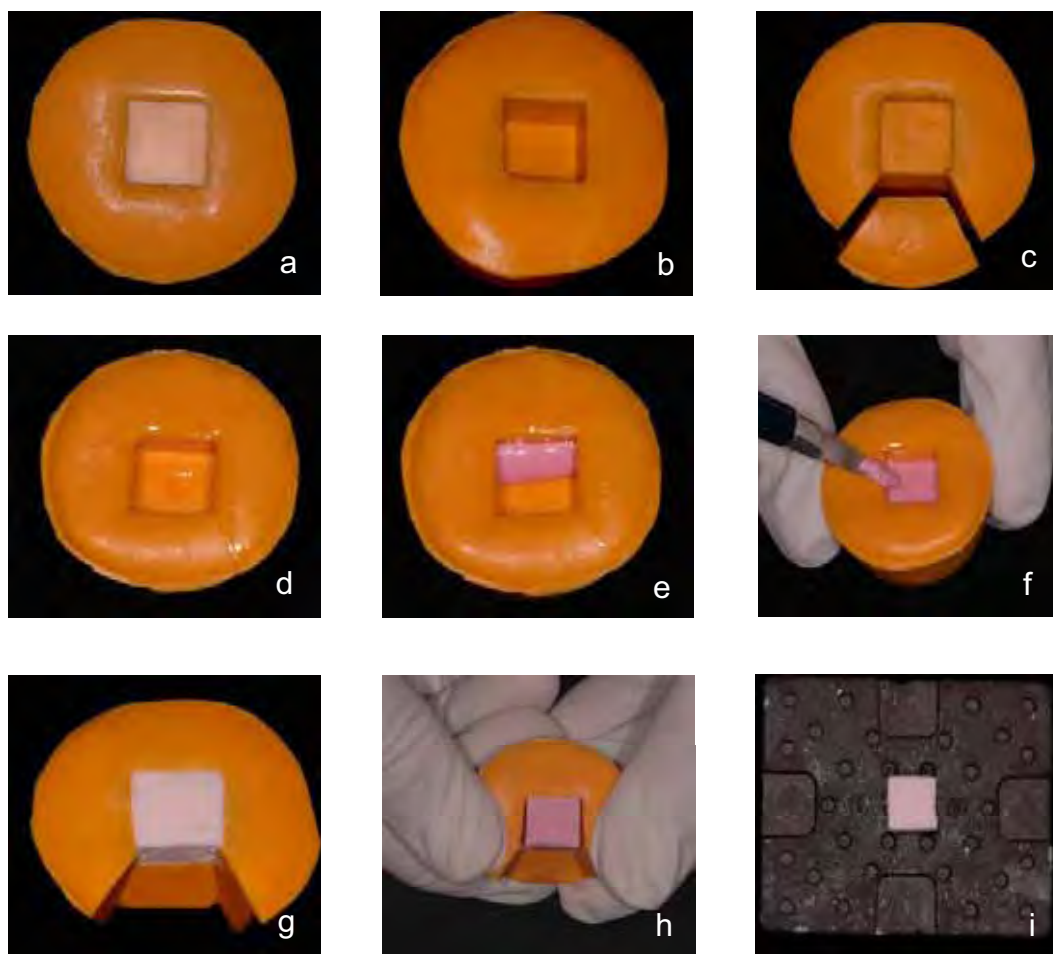


FIGURA 2- Seqüência de confecção dos blocos cerâmicos: a) moldagem do padrão; b) molde; c) secção do molde; d) molde isolado com óleo mineral, e) início da inserção da massa; f) inserção da massa; g) molde preenchido; h) remoção do bloco cerâmico; i) bloco cerâmico antes da cocção.

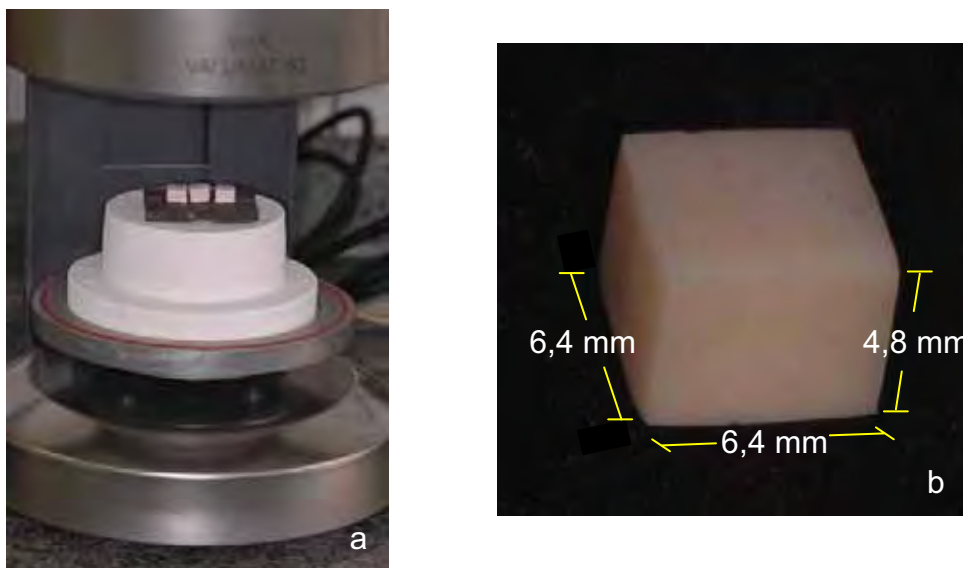


FIGURA 3- Blocos cerâmicos: a) no forno antes da sinterização; b) após a sinterização.

Foram removidos os excessos de cerâmica das amostras com discos de diamante em baixa rotação (KG-Sorensen). A superfície de cimentação (6,4 mm x 6,4 mm) foi planificada manualmente, empregando lixas d'água de granulações nº 600, 800 e 1200 (3M, St. Paul, EUA).

4.2.2 Obtenção de moldes dos blocos cerâmicos em silicone de adição

Cada bloco cerâmico (não-tratado) foi moldado com silicone por reação de adição na consistência de massa densa (Elite HD), de modo que o bloco fosse aprofundado dentro do silicone o suficiente para criar uma distância de 3 mm entre a porção mais superior do molde e a superfície do bloco (Figura 4). Após a polimerização do material de moldagem, cada bloco cerâmico foi removido do interior do molde de silicone e o bloco e o molde correspondente foram numerados para evitar a troca durante a aplicação do cimento resinoso. Neste espaço, entre a porção mais superior do molde e a superfície do bloco, o cimento foi posteriormente injetado, após a superfície cerâmica ter sido tratada.



FIGURA 4- Molde do bloco cerâmico.

4.2.3 Condicionamento da superfície cerâmica

Inicialmente, todos os blocos foram submetidos à limpeza em aparelho sônico (Vitasonic, Vita Zahnfabrik, Alemanha) por 5 minutos com água destilada (Figura 5).



FIGURA 5- Blocos cerâmicos no aparelho sônico.

Então a superfície de cimentação dos blocos foi condicionada com AFL (LOT: 262710) por 1 min (Figura 6), em seguida realizou-se a lavagem com jatos ar-água por 60 s e secagem da superfície com jato de ar por 30 s. Posteriormente, os blocos foram novamente limpos em aparelho sônico com água destilada por 5 min e secos com jato de ar por 30 s para posterior aplicação do silano

(Porcelain Primer, LOT: 0400010696) na superfície, permanecendo por 5 min (Figura 7), de acordo com as recomendações do fabricante.

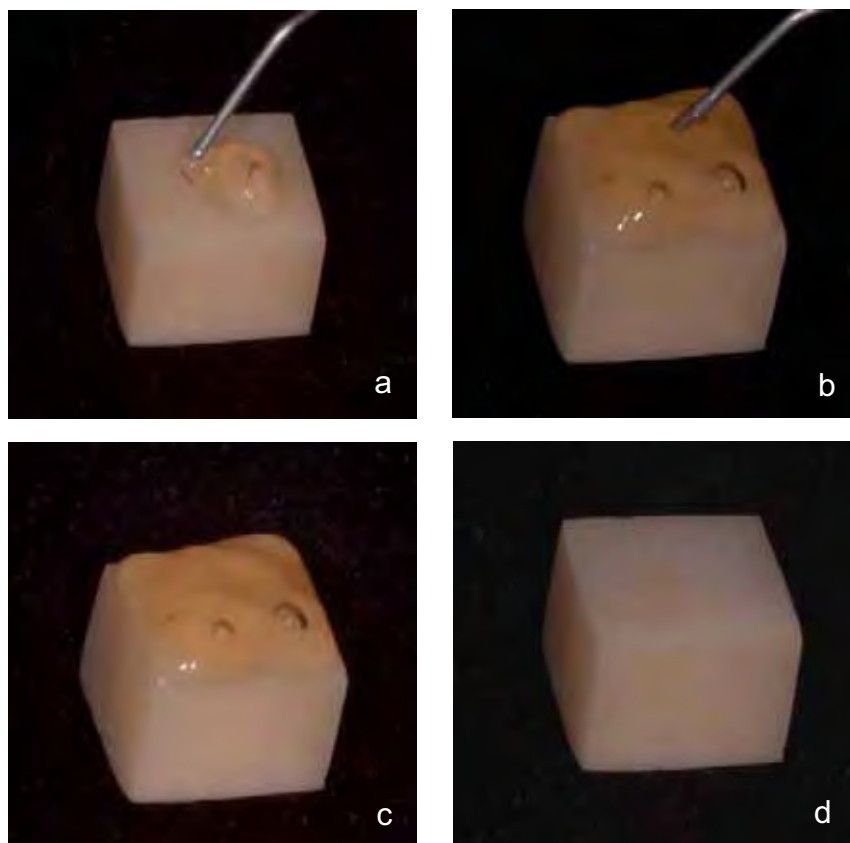


FIGURA 6- Seqüência de condicionamento com ácido fluorídrico a 10% das superfícies cerâmicas: a) início da aplicação do ácido fluorídrico sobre a superfície cerâmica; b e c) ácido fluorídrico aplicado sobre superfície cerâmica; d) superfície cerâmica condicionada pelo ácido fluorídrico.



FIGURA 7- Aplicação do silano.

4.2.4 Aplicação do adesivo

Os 20 blocos foram divididos em 2 grupos (n=10), conforme a aplicação do adesivo SBMP (LOT: 5NY) (Quadro 2). A aplicação do adesivo foi realizada em 10 blocos com o auxílio de um *microbrush* (Figura 8a), de acordo com as recomendações do fabricante. A fotopolimerização (XL 3000 - 3M/ESPE, St. Paul, USA; 500 mW/cm²) foi padrozinada em 40 s (Figura 8b). Em seguida, realizou-se a aplicação do cimento resinoso Variolink II base + catalizador – dual (n=20) (LOT: G26358).

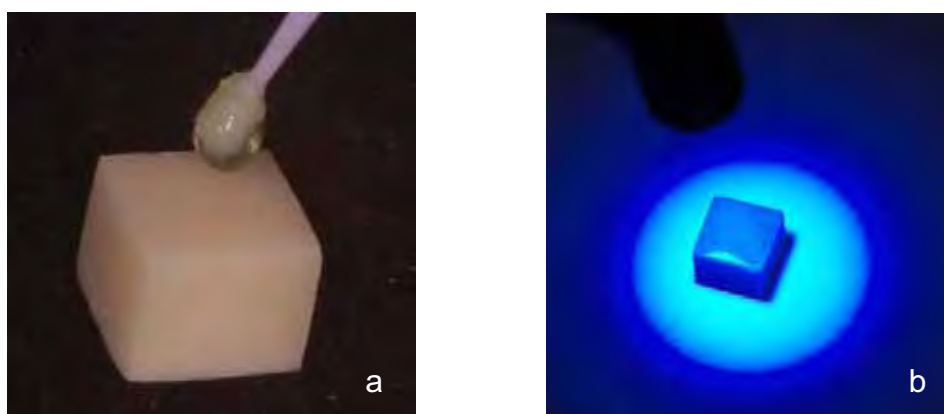


FIGURA 8- Superfície cerâmica: a) aplicação do adesivo; b) fotopolimerização.

4.2.5 Aplicação do cimento resinoso

Cada bloco cerâmico foi colocado no seu molde de silicone. O cimento resinoso foi manipulado, conforme as recomendações do fabricante, e o mesmo injetado dentro do molde sobre a superfície cerâmica, utilizando uma seringa tipo Centrix (Özcan et al.⁴¹, Özcan e Vallitu⁴²) (Figura 9a).

O cimento resinoso aplicado nos blocos cerâmicos foi fotopolimerizado, ainda dentro do molde, por 20 segundos, pela superfície superior exposta, utilizando uma unidade foto-ativadora (XL 3000 - 3M/ESPE, St. Paul, USA; 500 mW/cm²) (Figura 9c). O conjunto bloco cerâmico – cimento resinoso foi removido do molde após 10 min, após a presa química do cimento, e este novamente polimerizado nas 5 faces (superior e laterais), por 40 s cada lado (Foxton et al.²¹). Os espécimes foram lavados com água e armazenados em solução salina (água destilada) a 37°C durante 24 h.



FIGURA 9- Seqüência de confecção do conjunto cerâmica - cimento resinoso: a) cimento resinoso sobre a superfície cerâmica; b) fotopolimerização da superfície exposta do cimento; c) fotopolimerização das faces do conjunto cerâmica - cimento resinoso; d) conjunto cerâmica - cimento resinoso.

4.2.6 Corte dos espécimes e obtenção dos corpos-de-prova

Os cortes foram executados com discos diamantados de aço ref 34570 (Microdont, São Paulo, Brasil) em baixa rotação, sob refrigeração com água, montados em peça-de-mão (Kavo Ind.e Com.Ltda) acoplada a um torno mecânico modificado, com calibragem dos eixos x e y, com possibilidade de corte em ambas as direções, do Departamento de Materiais Odontológicos e Prótese da Faculdade de Odontologia de São José dos Campos.

Inicialmente, cada bloco foi fixado com adesivo cianoacrilato gel (Super Bonder Gel, Loctite Ltd, São Paulo, Brasil) em uma base metálica que foi acoplada à garra da máquina de corte. Os blocos foram

posicionados o mais perpendicularmente possível em relação ao disco diamantado da máquina, para se obter cortes o mais regulares possível, tornando a espessura das “fatias” homogêneas. Após a calibragem da máquina de corte, procedimento repetido a cada novo corte, a primeira secção de aproximadamente 0,5 mm foi descartada, devido à possibilidade de haver excessos ou ausência de cimento na interface, que poderiam influenciar nos resultados (Kitasako et al.³⁰, van Noort et al.⁶⁴).

Em seguida, foram obtidas três secções de $1,0 \pm 0,1$ mm de espessura. Cada fatia foi girada em 90° e novamente fixada na base metálica. A primeira secção foi eliminada (0,5 mm) pela mesma razão já descrita. Outras quatro secções foram feitas, também com $1,0 \pm 0,1$ mm de espessura (Figura 10). Este mesmo processo foi seguido nas outras duas fatias, perfazendo um total de aproximadamente 12 cp em cada conjunto colado. Deste modo, somente os cp centrais foram empregados.

Os cp apresentaram as seguintes características: a) barras em forma retangular com a interface não-usinada (*non-trimming*), os espécimes não foram confeccionados em forma de ampulheta; b) interface adesiva quadrangular (simétrica: $\pm 1,0$ mm x $\pm 1,0$ mm) com área de aproximadamente $1,0$ mm²; c) comprimento de aproximadamente 8 mm (Amaral et al.², Bottino et al.⁹, Chen et al.¹³, Melo et al.* , Phrukkanon et al.⁴⁵, Phrukkanon et al.⁴⁶, Shono et al.⁵⁴, Valandro et al.⁶³).

* Idem página 20.

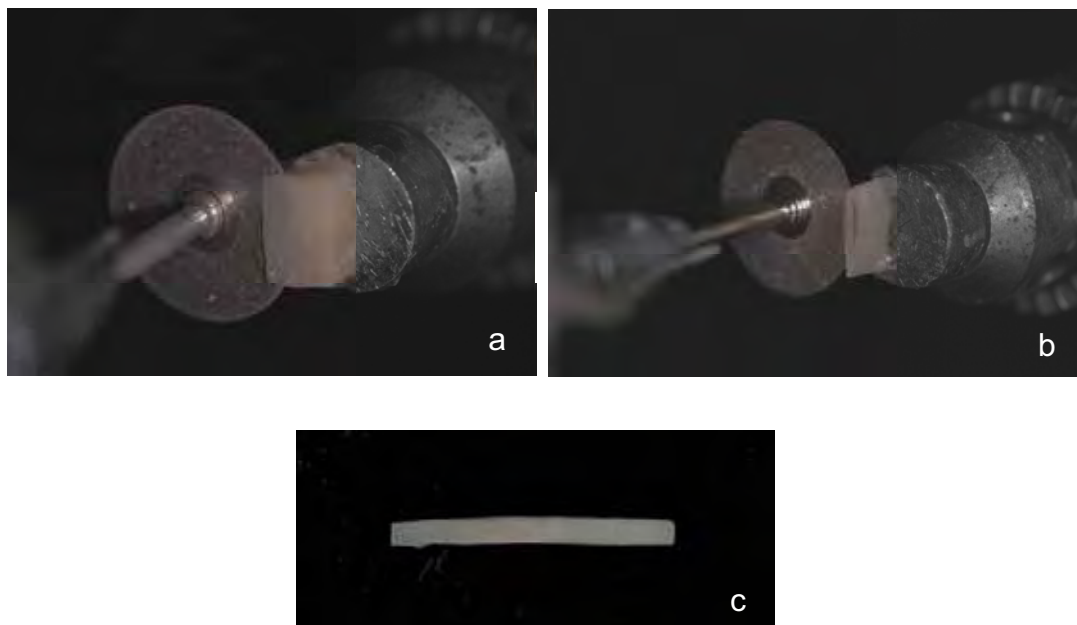


FIGURA 10- Seqüência da preparação dos cp para o ensaio de microtração: a) corte do conjunto bloco cerâmico - cimento resinoso; b) corte da fatia para obtenção das microamostras; c) microamostra obtida.

4.2.7 Ciclagem térmica e armazenagem

Os 12 cp obtidos de cada bloco foram divididos aleatoriamente em 4 grupos, de acordo com as condições de armazenagem / ciclagem térmica:

a) sem termociclagem (seco): cp foram submetidos ao teste de microtração imediatamente após os cortes;

b) com termociclagem (TC): cp foram submetidos à ciclagem térmica (Número de ciclos: 12.000; Temperaturas: 5°C – 55°C com 30 s em cada banho e 2 s de transição entre os banhos) e armazenados em água destilada à 37°C (Estufa Bacteriológica) até completar 50 dias de armazenagem.

Considerando que 10 blocos foram designados para cada condição e que a partir de cada bloco foram obtidos aproximadamente 12 cp, os quais foram divididos em 2 outros grupos, cada grupo de estudo foi

composto por 50 repetições (cp). Portanto, foram constituídos 4 grupos, considerando os fatores “aplicação ou não do adesivo” em 2 níveis e “condição de armazenagem dos cp” em 2 níveis (seco e TC-50 dias) (esquema fatorial 2x2) (Quadro 2).

Quadro 2. Grupos experimentais conforme os fatores do estudo (aplicação do adesivo [2 níveis], condição de armazenagem [2 níveis]).

Termociclagem	Aplicação ou não do adesivo	Grupos**
Sem TC	Sem adesivo	Gr1
	Com adesivo	Gr2
Com TC	Sem adesivo	Gr3
	Com adesivo	Gr4

*12.000 ciclos; 5°C/55°C; ** n = 50.

4.2.8 Ensaio de microtração

A área de todos os cp foi mensurada antes da execução do ensaio, com o auxílio de um paquímetro digital (Starret Indústria e Comércio Ltda) com precisão de centésimo de milímetro (Figura 11).



FIGURA 11- Mensuração da área do cp.

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 (Bianchi⁷). Somente as extremidades do cp foram fixadas, permanecendo livre a zona adesiva (Figura 12a). O dispositivo foi fixado na máquina de ensaio universal (EMIC DL-1000) (Figura 12b), com melhor paralelismo possível em relação à aplicação da carga de tração. O ensaio foi realizado à velocidade de 1 mm.min^{-1} e foi utilizada a célula de carga de 10 kgf até o rompimento da união (Amaral et al.², Bottino et al.⁹, Melo et al.^{*}, Valandro et al.⁶³).

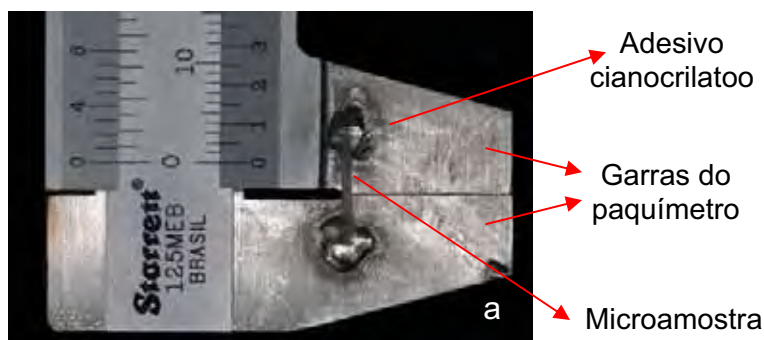


FIGURA 12 a- cp fixado no paquímetro; b- máquina de ensaio universal – EMIC.

* Idem página 20.

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

4.2.9 Delineamento experimental

Neste experimento, cuja unidade experimental foi cada fatia obtida, os fatores do estudo são aplicação do adesivo (2 níveis) e condição de armazenagem (2 níveis), seguindo um esquema fatorial de 2x2 (4 grupos experimentais). As variáveis independentes foram: aplicação do adesivo (2 níveis: presença e ausência) e armazenagem / ciclagem térmica (2 níveis: presença e ausência). A variável dependente foi a resistência adesiva obtida no ensaio de tração entre a cerâmica e o cimento resinoso de cada uma das quatro condições experimentais. Assim, os dados de resistência adesiva foram submetidos à análise de variância 2-fatores e ao teste de Tukey ($\alpha \leq 0,05$). Para tanto, foi utilizado o Programa Statistix 8.0 for Windows (Analytical Software Inc, Tallahassee, FL, USA). Efetuou-se a estatística descritiva (média e desvio padrão) e a inferencial, mediante o teste paramétrico Análise de Variância de dois fatores. O nível de significância adotado foi o valor convencional de 5%.

4.2.10 Avaliação do modo de falha

Todos os cp ensaiados foram analisados sob microscopia óptica (Zeiss MC 80 DX) com aumento de 50 vezes para determinação do padrão de falha na interface cerâmica/cimento. Algumas amostras de cada grupo experimental foram selecionadas e analisadas em MEV (Jeol-JSM-T330A, Jeol Ltd, Tokyo, Japão) (aumentos de 75x e 200x). Para tanto, elas foram inicialmente fixadas sobre uma base de alumínio,

usando uma fita adesiva dupla-face de carbono, para então serem metalizadas com uma liga de ouro-paládio em um equipamento específico (Polaron SC 7620 Sputter Coater, Quorum Technologies, Newhaven, UK) (tempo: 130 s, corrente de 10-15 mA, vácuo de 130 mTorr, taxa de metalização: 3,5 nm/min, camada de Pd-Au de aproximadamente 80 Å). As amostras foram analisadas com aumentos de 75x e 200x.

Inicialmente, a região da fratura de cada cp foi analisada para se verificar se ocorreu na zona adesiva, que compreende 3 regiões distintas (Bottino et al.⁹, Della Bona et al.¹⁷, Valandro et al.⁶³): 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.¹⁷): 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.

5 RESULTADOS

De acordo com o teste Análise de Variância (Tabela 1) verificou-se que a condição de armazenagem não influenciou a resistência adesiva (Seco: $19,0 \pm 4,9$ MPa = TC: $18,0 \pm 6,3$ MPa), enquanto que a resistência adesiva foi dependente estatisticamente da aplicação do adesivo ($p=0,0001$) (Sem adesivo > Com adesivo). Como foi verificada significância na interação, o teste de Tukey apontará esta ocorrência.

Tabela 1- Análise de Variância para os dados de resistência adesiva (MPa) obtidos.

Fonte de variação	gl	SQ	QM	F	P
Aplicação do adesivo	1	1045,71	1045,71	41,58	0,0001*
Armazenagem	1	47,75	47,75	1,90	0,1698
Interação	1	328,96	328,96	13,08	0,0004*
Resíduo	196	4929,14	25,15		
Total	199	6351,55			

* $p < 0,05$

A estatística descritiva (média e desvio padrão) dos dados de resistência adesiva está apresentada na Tabela 2 e graficamente representada nas Figuras 13 e 14.

Tabela 2- Média (\pm desvio padrão) dos dados de resistência adesiva (valores em MPa) obtidos para os cp sob duas condições de armazenagem/TC e aplicação do adesivo e teste de Tukey.

Adesivo	Termociclagem		Linha (média \pm desvio- padrão)
	seco	TC	
Sem	G1: 19,97 \pm 5,26 ^{ab}	G3: 21,55 \pm 5,60 ^a	20,76 \pm 5,46
Com	G2: 17,96 \pm 4,44 ^b	G4: 14,42 \pm 4,67 ^c	16,19 \pm 4,87
coluna (média\pmdesvio- padrão)	18,96 \pm 4,95	17,98 \pm 6,26	

Verificou-se (Tabela 2) que o efeito da aplicação do adesivo não foi significativo para a condição seco, mas foi estatisticamente significativo para TC.

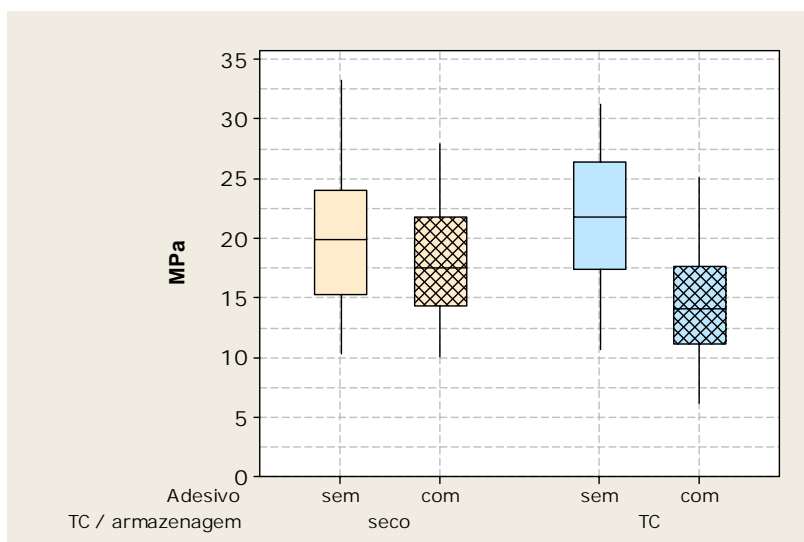


FIGURA 13- Gráfico das médias para as quatro condições experimentais. Efeito da aplicação do adesivo.

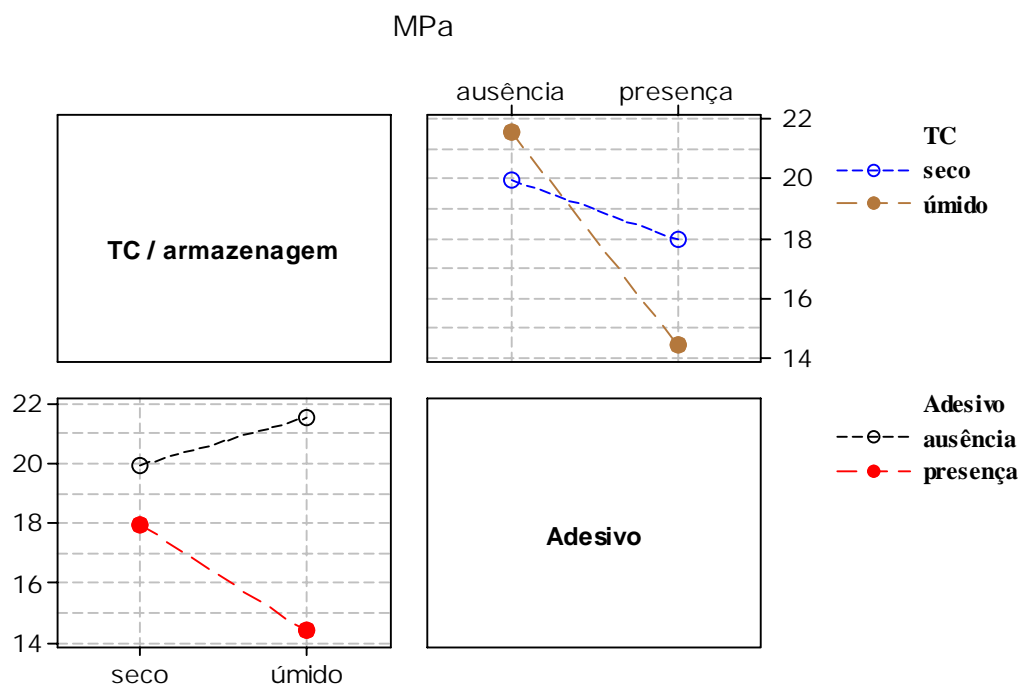


FIGURA 14- Gráfico das médias para as quatro condições experimentais. Efeito da aplicação do adesivo e da armazenagem / termociclagem.

Pelo teste de Tukey ($p < 0,05$), observou-se que os valores médios de resistência adesiva com a aplicação do adesivo foram inferiores aos valores obtidos sem a aplicação do adesivo, independente da armazenagem / TC.

Considerando a armazenagem / TC, a resistência adesiva não foi influenciada quando o adesivo não foi aplicado ($G1 = G3$), por outro lado nos grupos em que o adesivo foi aplicado houve diferença estatisticamente significativa ($G2 > G4$).

Considerando os dois grupos termociclados ($G3, G4$) para a condição armazenagem / TC, observou-se que o valor médio de resistência adesiva aumentou na condição sem adesivo e reduziu na condição com adesivo.

De acordo com a análise das superfícies fraturadas dos cp testados, o modo de falha foi do tipo predominantemente mista (Tabela 3).

As micrografias que representam as amostras fraturadas (ampliação 75x) estão apresentadas nas Figuras 15-18.

Tabela 3- Número de cp e percentual (%) de distribuição das fraturas ocorridas no teste de microtração.

Grupos	N° total de cp	TIPO DE FRATURA*		
		Adesiva C-CR	Coesiva CR	Mista
Gr1	50 (100%)	0	1 (2%)	49 (98%)
Gr2	50 (100%)	0	0	50 (100%)
Gr3	50 (100%)	0	9 (18%)	41 (81%)
Gr4	50 (100%)	0	4 (8%)	46 (92%)
Total	200 (100%)	0	14 (7%)	186 (93%)

***C-CR**: cerâmica - cimento resinoso; **CR**: cimento resinoso; **Mista**: adesiva entre C-CR e coesiva CR.

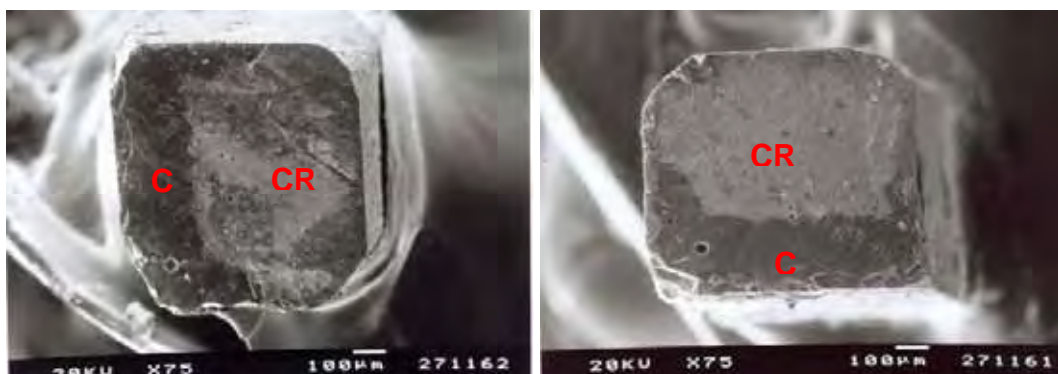


FIGURA 15- Micrografias representativas de uma fratura mista (amostra do Grupo 1) após o ensaio de microtração (MEV – 75x), onde C = cerâmica e CR = cimento resinoso.

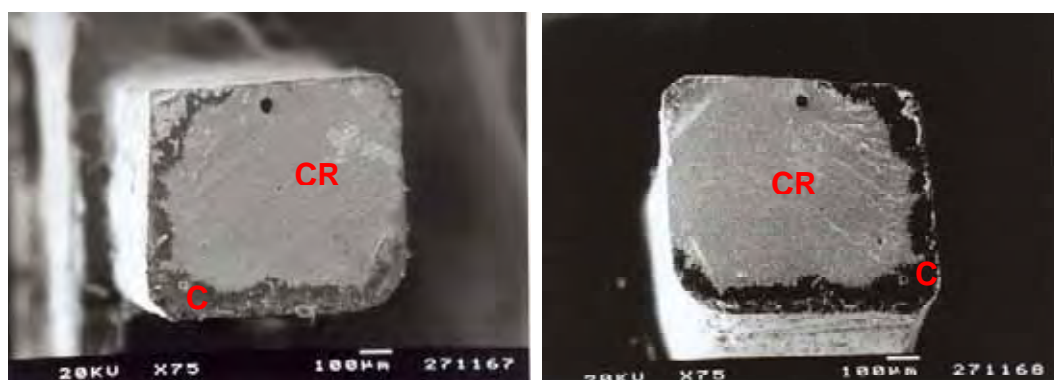


FIGURA 16- Micrografias representativas de uma fratura mista (amostra do Grupo 3) após o ensaio de microtração (MEV – 75x), onde C = cerâmica e CR = cimento resinoso.



FIGURA 17- Micrografias representativas de uma fratura (amostra do Grupo 4) após o ensaio de microtração (MEV – 75x), sugestivo de degradação.

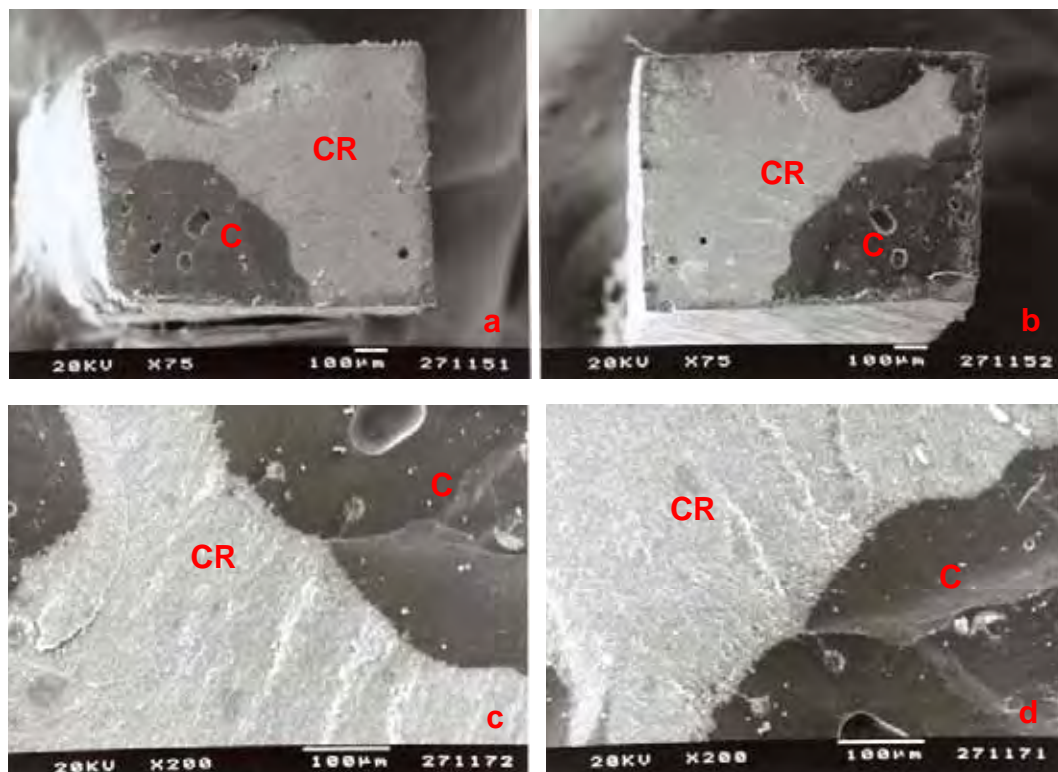


FIGURA 18- a e b) Micrografias representativas de uma fratura mista (amostra do Grupo 2) após o ensaio de microtração (MEV – 75x); c e d) MEV – 200x, onde C = cerâmica e CR = cimento resinoso.

6 DISCUSSÃO

6.1 Da metodologia

O método de avaliação empregado para se analisar a capacidade de união entre diferentes substratos é um dos aspectos fundamentais para garantir a confiabilidade da pesquisa realizada. Por isso, é de grande importância conhecer as limitações dos diferentes métodos e saber selecionar aquele que melhor se enquadra no estudo a ser realizado.

Os testes de tração e cisalhamento têm como princípio básico a aplicação de uma carga na amostra, a fim de promover tensões na interface entre os substratos estudados até que haja ruptura da união. Portanto, é de fundamental importância que a área mais solicitada durante o ensaio seja a interface adesiva, em qualquer ensaio empregado (van Noort et al.⁶⁵, Versluis et al.⁶⁶).

A necessidade de padronização das condições experimentais e dos ensaios de resistência adesiva em relação à preparação das amostras, tipo de força aplicada, TC, armazenagem, velocidade de aplicação da força (Oilo³⁹, van Noort et al.⁶⁵) é discutida na literatura, visto que é fundamental a padronização para interpretação e comparação dos resultados obtidos por ensaios de microtração e cisalhamento.

Alguns estudos, através da distribuição de tensões na zona adesiva, têm verificado que determinados ensaios não são capazes de solicitar fielmente a interface de união, como ocorre no ensaio de cisalhamento. É um teste de fácil execução, porém inúmeros estudos apontam a não uniformidade de distribuição de tensões na interface, sendo mais solicitados os substratos que a própria interface adesiva

(Awliya et al.⁶, Cardoso et al.¹², Della Bona e van Noort¹⁸, Dündar et al.* , Kitasako et al.³⁰, Phrukkanon et al.⁴⁵, van Noort et al.⁶⁵, Versluis et al.⁶⁶), por isso a grande incidência de falhas coesivas nos substratos estudados relacionadas ao referido método, tais como estruturas dentais, materiais resinosos ou cerâmicos.

A geometria do teste de cisalhamento favorece distribuição de tensões de forma irregular na união e amostras com secções menores favoreceriam uma distribuição mais regular, promovendo falhas adesivas (Phrukkanon et al.⁴⁵, Sano et al.⁵¹), como ocorre nos cp submetidos ao ensaio de microtração (Chen et al.¹³, Reis et al.⁴⁸, Sano et al.⁵¹, Yamaguchi et al.⁶⁷). Portanto, considera-se que o ensaio de cisalhamento não apresenta confiabilidade nos resultados obtidos ao testar a união entre dois substratos, visto que gera ruptura nas áreas que não equivalem à zona de união. Por isso, alguns autores têm questionado a confiabilidade dos resultados de resistência adesiva através desse teste, podendo apresentar dados equivocados da resistência de união entre dois substratos (Cardoso et al.¹², Della Bona e van Noort¹⁸, Dündar et al.* , Kitasako et al.³⁰, Oilo³⁹, Sudsangiam e van Noort⁶¹, Versluis et al.⁶⁶).

Outro método utilizado para se avaliar a adesão entre dois substratos, é o método de tração convencional que também apresenta limitações, como a dificuldade de alinhamento dos espécimes em máquina de ensaio universal e a tendência em distribuir as tensões de modo não-uniforme na interface (Kitasako et al.³⁰, van Noort et al.⁶⁵), sendo utilizado nas situações em que o ensaio de microtração é tecnicamente difícil de ser realizado (Chen et al.¹³, Della Bona et al.¹⁶, Hooshmand et al.²⁶). O método a ser empregado deve ser definido a partir da viabilidade técnica: avaliação de resistências de união baixas (< 5 MPa), difíceis de serem estudadas com o teste de microtração; resistência à tração de coroas ou de pinos intra-radulares; materiais de difícil

* Idem página 36.

secção, como os metais, entre outros.

Considerando a origem dos cp, muitos estudos julgaram ser uma vantagem o fato de no ensaio de microtração se obter inúmeros cp de uma pequena estrutura (Pashley et al.⁴³, Sano et al.⁵¹, Valandro et al.⁶³), devido à capacidade de avaliação real da força de adesão entre diferentes substratos, pois nos permite avaliar pequenas áreas (aproximadamente 1 mm²) de uma mesma superfície adesiva. Portanto, existe a possibilidade de haver menor número de defeitos internos na zona adesiva ou falhas superficiais (Cardoso et al.¹², El Zohairy et al.¹⁹, Phrukkanon et al.⁴⁶, Sano et al.⁵¹, Shono et al.⁵⁴, Sudsangiam e van Noort⁶¹, Yamaguchi et al.⁶⁷), que poderiam mascarar os valores próximos aos valores reais de resistência adesiva.

O desenho dos cp em forma de “palitos” para o teste de microtração foi determinado a partir de estudos (Goracci et al.²³, Pashley et al.⁴³, Shono et al.⁵⁴) nos quais os autores comprovaram a versatilidade, confiabilidade e eficiência desse desenho em relação às amostras em forma de halteres ou ampulheta. Deve-se considerar que ao se desgastar os cp para obtê-los em forma de ampulheta ou halteres, pode-se estar provocando tensões nessas áreas (Pashley et al.⁴³, Shono et al.⁵⁴). Shono et al.⁵⁴ relataram que a utilização de amostras *non-trimming*, como às utilizadas no presente estudo, resultou em valores de resistência semelhante ao estudo de Sano et al.,⁵¹ podendo ser utilizadas para avaliar a resistência de união entre cerâmicas ácido-resistentes e agentes cimentantes resinosos. Ao observarmos o desvio-padrão obtido neste estudo (Tabela 2), é possível constatar a efetividade dos espécimes em forma de “palitos”, de acordo com os autores citados anteriormente.

O formato dessas áreas deve ser o mais simétrico possível para evitar concentração de tensões no interior das mesmas permitindo desse modo, a obtenção de valores de resistência mais uniformes (Bianchi⁷), diferente do encontrado no estudo de Phrukkanon et al.⁴⁶, visto

que observou que o formato da área adesiva (circular ou retangular) não influenciou em seus resultados de resistência adesiva.

Em relação à dimensão da área adesiva estudada, os autores recomendam que a mesma deve ter aproximadamente 1 mm^2 (Goracci et al.²³), visto que quanto maior, maior será a probabilidade de haver sítios com maior concentração de tensões e presença de fendas, facilitando a fratura (Phrukkanon et al.⁴⁶, Sano et al.⁵¹, Schereiner et al.⁵²) e, portanto, mascarando a verdadeira resistência de união entre os substratos testados, por isso foram essas as dimensões utilizadas neste estudo. Shono et al.⁵⁵ verificaram que na maioria das amostras com áreas interfaciais menores ocorreram falhas adesivas; entretanto, nas amostras com áreas de $0,5 \text{ mm}^2$, foram verificadas falhas predominantemente coesivas na resina composta. Os autores consideraram amostras com área de $1,0 \text{ mm}^2$ mais recomendáveis em função da facilidade de obtenção e menor possibilidade de enfraquecimento dos substratos. Muitos estudos verificaram que quanto menor a área adesiva, maior a resistência de união obtida (El-Zohairy et al.¹⁹, Goracci et al.²³, Phrukkanon et al.⁴⁶, Sano et al.⁵¹, Schereiner et al.⁵², Shono et al.⁵⁵).

Através da FEA, Phrukkanon et al.⁴⁶ verificaram que amostras com áreas menores distribuíram mais uniformemente as tensões na interface. Concluíram que espécimes com áreas de $1,1 \text{ mm}^2$ e $1,5 \text{ mm}^2$ não apresentaram diferença na resistência de união, modo de falha e distribuição de tensões, e que o formato da interface adesiva (circular e quadrangular) apresentou influência insignificante, ao empregar áreas pequenas.

Neste estudo, a metodologia utilizada permite minimizar as tensões nas áreas que não correspondem à interface adesiva, mesmo que não se possa afirmar, pois não foi realizada análise de distribuição de tensões através da FEA. Porém, é explicado devido ao fato do cp ser fixado o mais paralelamente possível ao longo eixo do dispositivo de ensaio e o dispositivo ser posicionado o mais paralelo à aplicação da

força na máquina de ensaio universal, possibilitando que durante o teste as tensões sobre a interface sejam predominantemente de tração. Também foi observado que o cimento permaneceu regularmente na superfície cerâmica, tanto na zona central quanto na periferia, sugerindo distribuição regular de tensões na interface.

A avaliação da resistência de união entre dois materiais obrigatoriamente deve ser acompanhada da análise do modo de falha dos cp, para que sejam evitadas interpretações errôneas do comportamento adesivo e conclusões equivocadas. Ao avaliarmos o resultado da análise do modo de falha, constatamos a predominância de falhas mistas (Tabela 3, Figuras 15-17). Algumas hipóteses poderiam explicar este evento: com relação aos materiais que constituem a zona adesiva, o cimento resinoso é o que pode apresentar maior possibilidade de exibir defeitos internos (bolhas), havendo concentração de tensões nestas áreas e, portanto, a fratura se iniciaria e se propagaria através destes defeitos; a presença de força de torção, porém não pôde ser comprovada, visto que não foi realizada uma análise de distribuição de tensões com FEA.

A FEA é uma alternativa para investigar a influência do módulo de elasticidade dos substratos na resistência de união (Della Bona e van Noort¹⁸, El Zohairy et al.¹⁹, Phrukkanon et al.⁴⁶, van Noort et al.⁶⁴, van Noort et al.⁶⁵, Versluis et al.⁶⁶). Dündar et al.* não detectaram falha coesiva na cerâmica, evento compatível com este estudo, e afirmaram que o ensaio de microtração, assim como outros estudos (Sano et al.⁵¹, Schreiner et al.⁵², Shono et al.⁵⁴), promoveria maior incidência de fraturas adesivas ou mistas que os ensaios convencionais de resistência adesiva, os quais nos fornecem uma grande incidência de fraturas coesivas.

Em relação aos aspectos experimentais, o procedimento de

* Idem página 36.

cimentação realizado consistiu na aplicação do cimento resinoso ao bloco cerâmico (Özcan et al.⁴¹, Özcan e Vallitu⁴²). Clinicamente existem duas interfaces: uma entre o cimento e a cerâmica, e outra entre o cimento e a estrutura dental, sendo a intenção deste estudo avaliar a interface entre o agente cimentante e a cerâmica.

Através do MEV, a análise das micrografias representativas demonstraram o tipo de falha predominante nas amostras de cada grupo (Figuras 15-17) após o ensaio de microtração, sendo possível a visualização microscópica das áreas correspondentes ao cimento resinoso e cerâmica. Falhas mistas ocorreram em 93% dos espécimes e falhas adesivas não foram visualizadas, enquanto que falhas do tipo coesiva ocorreram em apenas 7% do total dos cp (Tabela 3). Os valores de resistência obtidos usando o ensaio de microtração e o fato da maioria das fraturas terem ocorrido dentro da zona adesiva confirmam a validade da pesquisa e podem ser um indicador real da qualidade da união cerâmica-resina. Portanto, a qualidade da união não pode ser baseada apenas nos valores de resistência obtidos.

Sabe-se que quando ocorre uma falha na área adesiva, o material na ponta da trinca deforma-se plasticamente ao redor desta. A relação entre a trinca e o tamanho da zona plástica determina o processo de fratura. A fractografia, apesar de não ter sido realizada neste estudo, e a análise das regiões onde a fratura se iniciou poderiam ser consideradas nas investigações de resistência de união, fornecendo informações importantes a respeito do processo de fratura (Della Bona et al.¹⁶, Della Bona et al.¹⁷).

Vários fatores podem provocar diferenças na resistência de união, como o procedimento de corte (Pashley et al.⁴³), a heterogeneidade estrutural do substrato, diferenças nas propriedades do material, sensibilidade técnica do sistema adesivo e variações do operador (Shono et al.⁵⁴). Neste estudo, a homogeneidade do material comparado ao tecido dental e o uso de espécimes *non-trimming* gerou

menos estresse durante o corte para obtenção dos espécimes. Estes testes de resistência de união podem provê informações úteis para realização dos procedimentos clínicos realizados, entretanto as forças exercidas no dente e restaurações em situações clínicas são de natureza complexa e os testes laboratoriais não são capazes de simular apropriadamente as forças intra-bucais.

6.2 Dos resultados do ensaio de resistência à tração

As restaurações cerâmicas indiretas são dependentes também da qualidade e da durabilidade da adesão entre a estrutura dental e o material restaurador, visto que esta união está diretamente relacionada com a longevidade do tratamento protético reabilitador. A qualidade dessa adesão depende dos mecanismos adesivos controlados pelo tratamento de superfície, realizado sobre a superfície interna da restauração cerâmica previamente à cimentação.

O tratamento prévio à cimentação das cerâmicas feldspáticas consiste na aplicação do AFL seguido da silanização (Canay et al.¹¹, Della Bona et al.¹⁶, El Zohairy et al.²⁰, Jardel et al.²⁷, Spohr et al.⁵⁸). O efeito do condicionamento com AFL pode ser explicado pela natureza química do processo de condicionamento. O AFL reage preferencialmente com a sílica presente na microestrutura da cerâmica formando hexafluorsilicatos. Dessa forma, modifica a morfologia superficial da estrutura da cerâmica, tornando-a porosa e irregular aumentando a área de superfície e promovendo uma maior facilidade de penetração do agente de união para dentro das micro-retenções da superfície cerâmica condicionada pelo ácido (Spohr et al.⁵⁸).

Sabe-se que o tratamento com AFL promove uma degradação superficial em cerâmicas feldspáticas e leucíticas, pois há a

dissolução da matriz vítrea (Lu et al.³²). Neste estudo, o tempo de condicionamento foi de 1 min, de acordo com os estudos de Canay et al.¹¹ que verificaram que maior tempo provocou maior rugosidade na superfície da cerâmica, tornando a superfície susceptível à concentração de tensões, podendo ocasionar o aparecimento de falhas na superfície cerâmica.

A presença de sílica na superfície (neste estudo, o silício contido na matriz vítrea da cerâmica feldspática Vita VM7), que tem compatibilidade com o agente silano, determina a união ao substrato cerâmico (Söderholm e Shang⁵⁷). A união química proporcionada pelo silano é um dos mecanismos responsáveis pela adesão entre resina-cerâmica. Esse mecanismo tem sido explicado por diversos estudos (Della Bona et al.¹⁶, Jardel et al.²⁷, Meyer Filho et al.³⁵). Muitos trabalhos (Blatz et al.⁸, Jardel et al.²⁷, Lu et al.³², Matinlinna et al.³⁴, Meyer Filho et al.³⁵, Nogami et al.³⁸, Peumans et al.⁴⁴, Shimada et al.⁵³, Stewart et al.⁶⁰) confirmam a relevada importância do uso do silano, após o condicionamento ácido, para a técnica de cimentação adesiva.

A capacidade de união dos silanos com a sílica está bem fundamentada em cerâmicas ácido-sensíveis, visto que o silano apresenta a característica bifuncional, ou seja, desempenha função de ligação entre o óxido de silício ($\text{SiO}_{(x)}$ - componente inorgânico) contido na cerâmica e a matriz orgânica dos cimentos resinosos, onde o grupo metacrilato do silano faz ligações cruzadas com o grupo metacrilato dos materiais resinosos (Matinlinna et al.³⁴), através de ligações covalentes entre o grupo silanol (Si-OH) da superfície cerâmica e o grupo silanol da molécula do silano hidrolisado criando ligações siloxanas (Si-O-Si) e produzindo uma molécula de água como subproduto da reação (Meyer Filho et al.³⁵).

A aplicação do silano sobre a superfície cerâmica condicionada pelo AFL pode causar uma dissociação dos sais de fluorsilicato (Canay et al.¹¹), realizado pela hidrólise e pela absorção do silano na superfície cerâmica condicionada. Este agente tem a

capacidade de aumentar a energia de superfície do substrato e a molhabilidade do cimento, favorecendo a íntima relação entre esse e a cerâmica (Aida et al.¹, Della Bona et al.¹⁶, Jardel et al.²⁷, Matinlinna et al.³⁴, Söderholm e Shang⁵⁷, Spohr et al.⁵⁸), visto que favorece o melhor contato e infiltração do material resinoso nas irregularidades da cerâmica.

A literatura demonstra que diferentes resultados são obtidos de acordo com o tipo de silano utilizado (Lu et al.³²). O potencial do silano pode ser estimado pela quantidade de grupos silanol (sítios ativos da molécula do silano hidrolisado) disponíveis para unir-se com o grupo silanol da cerâmica, existe uma relação positiva entre o grau de hidrólise do silano e a resistência de união (Anagnostopoulos et al.³). Anagnostopoulos et al.³ encontraram maior número de grupos silanol disponíveis para reagir com a superfície cerâmica no agente silano de frasco único comparado com o de dois frascos. Neste último a hidrólise ocorre com a agregação dos dois componentes, momentos após a aplicação. Essa forma de ativação do silano possibilita variações pelo operador e eventuais hidrólises incompletas que podem ocasionar diminuição dos valores de resistência de união.

Portanto, a utilização do Porcelain Primer, neste estudo, também foi por estar pronto para uso imediato como fornecido pelo fabricante, facilitando o procedimento e evitando erros; e por ser resistente a ação do estresse térmico e hidrólise, fato confirmado neste estudo, visto que este silano apresentou efetividade após TC. Muitos estudos demonstraram que, dependendo do tipo de silano utilizado, a TC pode ter um efeito significativo na redução da resistência na interface resina-cerâmica (Kato et al.²⁸). A eficácia do silano está relacionada ao grau de hidrólise durante a sua reação, um alto grau de hidrólise provê melhor qualidade de união através do silano. A permeabilidade do silano pode também ser responsável pelo nível de degradação e a resistência na interface cerâmica - cimento resinoso.

Após o condicionamento ácido foi realizada a limpeza com água destilada em aparelho sônico dos precipitados do AFL da superfície cerâmica. Esses precipitados ácidos são sais de fluorsilicato, insolúveis, que ficam localizados na entrada dos microporos, podendo causar uma diminuição da resistência de união entre o cimento e a cerâmica (Canay et al.¹¹, Leite³¹), apesar do silano poder causar uma dissociação do precipitado deixado pelo ácido (Canay et al.¹¹).

De acordo com os resultados obtidos, notamos que a aplicação do adesivo SBMP, após o condicionamento ácido e a aplicação do silano, não promoveu o aumento da resistência adesiva, assim como nos estudos de El Zohairy et al.²⁰, Peumans et al.⁴⁴ e Stangel et al.⁵⁹, que utilizaram diferentes adesivos. Porém, El Zohairy et al.²⁰ observaram que quando foram utilizados adesivos com carga houve aumento de resistência adesiva.

Nos grupos que o adesivo foi aplicado (G2 e G4) foi realizada a fotopolimerização previamente à aplicação do cimento; pois, incompleta polimerização da camada do adesivo pode contribuir para diminuir a resistência adesiva assim como torná-lo mais sensível à água ou à contaminação por oxigênio (Ruggeberg e Margeson⁵⁰). Em relação à fotopolimerização do cimento resinoso dual Variolink II, esta foi realizada em cinco diferentes direções (face superior e faces laterais) para se obter a conversão maior possível dos monômeros presentes no agente cimentante. A fotopolimerização foi realizada nas cinco faces, visto que o grau de polimerização do material está diretamente relacionado com a absorção de água, em uma relação inversa (Burrow et al.¹⁰, Örtengren et al.⁴⁰). A absorção de água por si só pode não causar problemas significantes; mas, se associado com polimerização incompleta, a longevidade da restauração pode estar comprometida. Neste estudo, também foi avaliada a durabilidade de união entre cimento resinoso-cerâmica.

Está estabelecido que a adesão entre cerâmica e cimento possui susceptibilidade às condições térmicas, químicas e mecânicas dentro das condições da cavidade bucal. A armazenagem em água à temperatura constante e/ou TC são freqüentemente utilizadas para simular o envelhecimento na adesão entre materiais. A TC promove diferenças no coeficiente de expansão térmica do substrato e estressa a união adesiva, enquanto que a armazenagem em água avalia a resistência adesiva à degradação hidrolítica (Foxton et al.²¹) e à absorção de água.

A TC introduz um estresse térmico dentro do sistema podendo alterar as propriedades dos materiais resinosos porque estes contêm componentes (matriz e partículas orgânicas) com diferentes coeficientes de expansão térmico linear, o que supõe uma simulação das condições clínicas (Hooshmand et al.²⁶), capaz de promover fadiga na união adesiva. O estresse térmico pode influenciar a longevidade da restauração de duas formas: o estresse mecânico gerado através da diferença no coeficiente de expansão térmica pode resultar em falha na interface de união e mudanças nas dimensões devido à contração de polimerização que podem ocasionar *gaps* entre o dente e a restauração (Helvatjoglu-Antoniades et al.²⁵).

Tem sido demonstrado que diferentes sistemas adesivos são influenciados distintamente através desses dois parâmetros – armazenagem e TC. Ambos são considerados clinicamente relevantes como parâmetros no envelhecimento. Neste estudo, a armazenagem em água foi associada à TC e, então, avaliada a durabilidade da adesão. Ambos os parâmetros de envelhecimento foram utilizados concomitantemente, a influência dos dois parâmetros na diminuição da resistência adesiva ocorreu apenas quando o adesivo foi aplicado. Este estudo não teve como objetivo avaliar diferenças possíveis na resistência de união destes parâmetros separadamente, visto que também não podem ser diferenciados clinicamente. Em vez disso, o propósito deste

estudo foi usar os parâmetros de envelhecimento, clinicamente relevantes, da união cimento resinoso - cerâmica para avaliar diferenças na durabilidade dos diferentes tratamentos de superfície testados.

Portanto, a influência da armazenagem e da TC sobre a resistência de união entre cerâmicas e cimentos resinosos tem uma posição de destaque, visto que a degradação hidrolítica da interface material resinoso / cerâmica e a degradação do próprio material resinoso, pela falha entre matriz e partículas inorgânicas, parecem constituir-se nas razões essenciais para o decréscimo da resistência de união (Söderholm e Roberts⁵⁶). Segundo Özcan et al.,⁴¹ os materiais resinosos absorvem água até certo ponto durante a armazenagem em água, são tempo-dependentes, sendo necessário dias ou semanas para chegar ao máximo de absorção; por isso, neste estudo a intenção foi estressar ao máximo a área adesiva, mantendo os espécimes armazenados durante 50 dias, revelando que apenas no grupo que o adesivo foi aplicado houve diminuição estatisticamente significativa da resistência de união, de 17,96 MPa para 14,42 MPa. Para o *primer* cerâmico, particularmente, 40 a 50 dias de armazenagem em água são suficientes para saturação da união adesiva (Foxton et al.²¹).

Essa diminuição significativa da resistência adesiva após a armazenagem para o grupo que o adesivo foi aplicado deve-se ao fato de que a excessiva absorção de água pode ter efeitos adversos nas propriedades das resinas dentais pela deterioração das matrizes através da água, possivelmente promovendo reações hidrolíticas degradativas (Khatri et al.²⁹). No Grupo 4, a micrografia representativa (Figura 17) apresentou aspecto sugestivo de degradação em virtude da armazenagem.

Burrow et al.¹⁰ avaliaram a absorção de água de quatro diferentes adesivos e relataram que os adesivos absorveram uma significativa quantidade de água que pode ajudar a reduzir pequenos *gaps* entre dente e restauração, entretanto pode também ser significativo o

estresse localizado nessa interface, afetando a longevidade das restaurações. Tay et al.⁶² estudaram o contato de dois adesivos à dentina desidratada e hidratada. Após contato prolongado do adesivo à dentina hidratada, observaram que o adesivo possui uma permeabilidade intrínseca. Afirmaram que a permeabilidade inerente dos adesivos polimerizados impossibilita a otimização da união entre os cimentos dual e químico à dentina hidratada.

O adesivo escolhido em nosso estudo foi o SBMP, visto que não possui solvente e em um estudo realizado por Malacarne et al.³³ os adesivos que possuem solvente em sua composição, apresentaram absorção de água, solubilidade e coeficiente de difusão maior que o observado nos adesivos sem solvente. Entretanto, a absorção de água é influenciada pela afinidade do substrato à água que depende da quantidade de grupos hidroxila (OH) dentro da matriz, criando ligações de hidrogênio com a água (Örtengren et al.⁴⁰). O Bis-GMA, presente no adesivo estudado (SBMP), possui grupos hidroxila. Outro composto do adesivo SBMP é o HEMA, que é hidrofílico, favorecendo a absorção de água (Burrow et al.¹⁰).

O presente estudo demonstrou que a união permaneceu estável quando o adesivo não foi utilizado. Neste grupo, houve um aumento dos valores médios de resistência adesiva, sendo o inicial de 19,97 MPa e após armazenagem / TC de 21,55 MPa. Foxton et al.²¹ afirmaram que a evaporação do solvente presente no silano pode possivelmente aumentar o número de uniões siloxanas na superfície cerâmica, tornando a união mais resistente à degradação hidrolítica quando imersa em água por um longo período de tempo. Acreditamos em duas possíveis explicações por não ter ocorrido diminuição da resistência adesiva após TC nesse grupo. Primeiro, o desenho e configuração do teste de microtração pode ser menos susceptível ao estresse térmico através da TC, assim como todos os materiais que são unidos em um modelo linear. Segundo, é possível que o silano seja suficientemente

estável para não ser afetado pelo estresse induzido pela TC, 12000 ciclos, entre banhos de água a 5°C e 55°C.

De acordo com os resultados obtidos e o modo de falha predominante (Tabela 3), verificou-se que o adesivo é susceptível ao estresse térmico e à hidrólise após armazenagem / TC, fato detectado pela diminuição da resistência de união quando este foi aplicado. O silano estudado, o Porcelain Primer, demonstrou ter estabilidade hidrolítica. Com base nesses argumentos, o silano apresentou ter sido mais capaz de manter a integridade ao ataque hidrolítico que o adesivo aplicado. Além disso, a combinação do silano com o agente cimentante resinoso pode ser dependente de ambas as composições (Kato et al.²⁸, Nakamura et al.³⁷) e ter favorecido a estabilidade da união. Quanto mais hidrofílico o *primer* cerâmico, menor a estabilidade da união entre a cerâmica e o cimento resinoso (Foxton et al.²¹).

No que se refere à resistência de união de cimentos resinosos a base de Bis-GMA a cerâmicas feldspáticas, Kato et al.²⁸ demonstraram que a resistência de união não permaneceu estável quando as amostras foram submetidas a longo tempo de armazenagem e/ou TC, 20000 ciclos, assim como no estudo em dente de Helvatjoglu-Antoniades et al.²⁵; já nos estudos de Foxton et al.²¹, Hooshmand et al.²⁶, Nogami et al.³⁸, Roulet et al.⁴⁹ e Stewart et al.⁶⁰ não houve diferença na resistência após um longo período de armazenagem em água e/ou TC, assim como no presente estudo quando o adesivo não foi aplicado.

A análise no microscópio óptico e MEV demonstraram que as falhas da maioria dos espécimes, antes da TC, ocorreram dentro da zona adesiva, similar ao estudo de El Zohairy et al.²⁰ e Meyer Filho et al.³⁵, que também avaliaram a união entre uma cerâmica feldspática e um cimento resinoso. Falhas coesivas foram observadas em maior número dos cp que foram submetidos à TC (G3 e G4), Tabela 3. Os grupos que não foram submetidos à TC (G1 e G2) apresentaram falha coesiva no cimento resinoso em apenas 1 espécime, enquanto que nos grupos G3 e

G4, que foram submetidos à TC, em 13 espécimes. Fato que pode ser explicado em decorrência da absorção de água do cimento resinoso. Nenhuma falha coesiva na cerâmica foi observada. Um estudo de FEA foi realizado por Phrukkanon et al.⁴⁶ e revelaram que a concentração do estresse se localiza nos pontos periféricos e na área central. Isso explica a predominância de falhas do tipo mista neste estudo (Figuras 15-17), onde a cerâmica ou o cimento tendem a permanecer unidos na interface de união.

Assim, sugere-se que o tratamento de cerâmicas com adesivo não gera uma união estável a cimentos resinosos a base de Bis-GMA em longo prazo. Consideramos que para se manter estável a adesão entre superfícies com composições químicas diferentes são requeridos: íntimo contato interfacial entre os materiais, tanto o condicionamento com AFL e silanização em cerâmicas ácido-sensíveis, quanto a silicatização / silanização de cerâmicas ácido-resistentes, são consideradas medidas que aumentam a capacidade de retenção micromecânica e a energia de superfície (Lu et al.³²); a capacidade da adesão resistir às tensões térmicas e mecânicas e resistir à presença de água (Söderholm e Roberts⁵⁶).

7 CONCLUSÃO

Considerando os resultados obtidos foi possível concluir que:

- a) a resistência adesiva entre uma cerâmica feldspática e um cimento resinoso não foi influenciada pela aplicação do adesivo, antes da armazenagem e ciclagem térmica;
- b) a durabilidade de união, verificada através da armazenagem e da ciclagem térmica, foi diminuída quando o adesivo foi aplicado.

8 REFERÊNCIAS*

1. Aida M, Hayakawa T, Mizukawa K. Adhesion of composite to porcelain with various surface conditions. *J Prosthet Dent.* 1995 May;73(5):464-70.
2. Amaral R, Özcan M, Bottino MA, Valandro LF. Microtensile bond strength of a resin cement to glass infiltrated zirconia-reinforced ceramic: the effect of surface conditioning. *Dent Mater.* 2006;22(3):283-90.
3. Anagnostopoulus T, Eliades G, Palaghias G. Composition, reactivity and surface interactions of three dental silane primers. *Dent Mater.* 1993 May;9(3):182-190.
4. Andreatta Filho OD, Araújo MAJ, Bottino MA, Nishioka RS, Menezes MM. Study of thermocycling effect on the bond strength between an aluminous ceramic and a resin cement. *Appl Oral Sci.* 2005 Jan./Mar.;13(1):53-7.
5. Anusavice KJ. Cerâmicas odontológicas. In: _____. *Philips materiais dentários.* Trad. Doutorado, A. et al. 11 ed. Rio de Janeiro: Guanabara Koogan; 2005. Cap.21, p.619-31.
6. Awliya W, Odén A, Yaman P, Dennison JB, Razzoog ME. Shear bond strength of resin cement to densely sintered high-purity alumina with various surface conditions. *Acta Odontol Scand.* 1998;56(1):9-13.
7. Bianchi J. Estudo sobre a resistência à microtração em função das dimensões do corpo-de-prova [tese]. Bauru: Faculdade de Odontologia de Bauru, Universidade de São Paulo; 1999.
8. Blatz MB, Sadan A, Kern M. Resin-ceramic bonding: a review of the literature. *J Prosthet Dent.* 2003 Mar.;89(3):268-74.

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

9. Bottino MA, Valandro LF, Scotti R, Buso L. Effect of surface treatments on the resin bond to zirconium-based ceramic. *Int J Prosthodont.* 2005;18(1):60-5.
10. Burrow MF, Inokoshi S, Tagami J. Water sorption of several bonding resins. *Am J Dent.* 1999;12(6):295-8.
11. Canay S, Hersek N, Ertan A. Effect of different acid treatments on a porcelain surface. *J Oral Rehabil.* 2001;28(1):95-101.
12. Cardoso PEC, Braga RR, Carrilho MRO. Evaluation of micro-tensile, shear and tensile tests determining the bond strength of three adhesive systems. *Dent Mater.* 1998 Nov.;14(6):394-8.
13. 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(4):315-24.
14. Correr Sobrinho L et al. Materiais cerâmicos. In: _____. *Odontologia estética: o estado da arte.* São Paulo: Artes Médicas; 2004 Cap.6, p.156-80.
15. Debnath S, Wunder SL, McCool JI, Baran GR. Silane treatment effects on glass/resin interfacial shear strengths. *Dent Mater.* 2003;19(5):441-8.
16. Della Bona A, Anusavice KJ, Hood JAA. Effect of ceramic surface treatment on tensile bond strength to a resin cement. *Int J Prosthodont.* 2002;15(3):248-53.
17. Della Bona A, Anusavice KJ, Mecholsky Jr JJ. Failure analysis of resin composite bonded to ceramic. *Dent Mater.* 2003;19(8):693-9.
18. Della Bona A, van Noort R. Shear vs. tensile bond strength of resin composite bonded to ceramic. *J Dent Res.* 1995;74(9):1591-6.
19. El Zohairy AA, de Gee AJ, de Jager N, van Ruijven, Feilzer AJ. The influence of specimen attachment and dimension on microtensile strength. *J Dent Res.* 2004;83(5):420-4.

20. El Zohairy AA, de Gee AJ, Mohsen MM, Feilzer AJ. Microtensile bond strength testing of luting cements to prefabricated CAD/CAM ceramic and composite blocks. *Dent Mater.* 2003;19(7):575-83.
21. Foxton RM, Pereira PNR, Nakajima M, Tagami J, Miura H. Durability of the dual-cure resin cement / ceramic bond with different curing strategies. *J Adhes Dent.* 2002;4(1):49-59.
22. 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.
23. Goracci C, Sadek FT, Monticelli F, Cardoso PEC, Ferrari M. Influence of substrate, shape, and thickness on microtensile specimens' structural integrity and their measured bond strengths. *Dent Mater.* 2004;20(7):643-54.
24. 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.
25. Helvatjoglu-Antoniades M, Koliniotou-Kubia E, Dionyssopoulos P. The effect of thermal cycling on the bovine dentine shear bond strength of current adhesive systems. *J Oral Rehabil.* 2004;31(9):911-7.
26. Hooshmand T, van Noort R, Keshvad A. Bond durability of the resin-bonded and silane treated ceramic surface. *Dent Mater.* 2002;18(2):179-88.
27. Jardel V, Degrange M, Picard B, Derrien G. Correlation of topography to bond strength of etched ceramic. *Int J Prosthodont.* 1999;12(1):59-64.
28. Kato H, Matsumura H, Tanaka T, Atsuta M. Bond strength and durability of porcelain bonding systems. *J Prosthet Dent.* 1996;75(2):163-8.
29. Khatri C, Stansbury JW, Schultheisz CR, Antonucci JM. Synthesis, characterization and evaluation of urethane derivatives of Bis-GMA. *Dent Mater.* 2003;19(7):584-8.

30. 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 Sept.;11(5):298-304.
31. 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.
32. Lu R, Harcourt JK, Tyas MJ, Alexander B. An investigation of the composite resin/porcelain interface. *Aust Dent J.* 1992;37(1):12-9.
33. Malacarne J, Carvalho RM, Goes MF, Suizero N, Pashley DH, Tay FR et al. Water sorption/solubility of dental adhesive resins. *Dent Mater.* 2006;22(10):973-80.
34. Matinlinna JP, Lassila LVJ, Özcan M, Yli-Urpo A, Vallitu PK. An introduction to silanes and their clinical applications in dentistry. *Int J Prosthodont.* 2004;17(2):155-64.
35. Meyer Filho A, Vieira LCC, Araújo E, Monteiro Júnior S. Effect of different ceramic surface treatments on resin microtensile bond strength. *J Prosthodont.* 2004;13(1):28-35.
36. Nakabayashi N, Pashley DH. Hybridization of dental hard tissues. São Paulo: Quintessence; 2000. p.127.
37. Nakamura S, Yoshida K, Kamada K, Atsuta M. Bonding between resin luting cement and glass infiltrated alumina-reinforced ceramics with silane coupling agent. *J Oral Rehabil.* 2004;31(8):785-9.
38. Nogami T, Tanoue N, Atsuta M, Matsumura H. Effectiveness of two-liquid silane primers on bonding sintered feldspathic porcelain with a dual-cured composite luting agent. *J Oral Rehabil.* 2004;31(8):770-4.
39. Oilo G. Bond strength testing – what does it mean? *Int Dent J.* 1993;43(5):492-8.

40. Örtengren U, Wellendorf H, Karlsson S, Ruyter IE. Water sorption and solubility of dental composites and identification of monomers released in an aqueous environment. *J Oral Rehabil.* 2001;28(12):1106-15.
41. Özcan M, Alkumru HN, Gemalmaz D. The effect of surface treatment on the shear bond strength of luting cement to a glass-infiltrated alumina ceramic. *Int J Prosthodont.* 2001;14(4):335-9.
42. Özcan M, Vallittu PK. Effect of surface conditioning methods on the bond strength of luting cement to ceramics. *Dent Mater.* 2003;19(8):725-31.
43. Pashley DH, Carvalho RM, Sano H, Nakajima M, Yoshiyama M, Shono Y et al. The microtensile bond test: a review. *J Adhes Dent.* 1999;1(4):299-309.
44. Peumans M, Hikita K, De Munck J, Van Landuyt K, Poitevin A, Lambrechts P et al. Effects of ceramic surface treatments on the bond strength of an adhesive luting agent to CAD-CAM ceramic. *J Dent.* 2007 Apr.;35(4):282-88.
45. Phrukkanon S, Burrow MF, Tyas MJ. Effect of cross-sectional surface area on bond strengths between resin and dentin. *Dent Mater.* 1998 Mar.;14(2):120-8.
46. Phrukkanon S, Burrow MF, Tyas MJ. The influence of cross-sectional shape and surface area on the microtensile bond test. *Dent Mater.* 1998 June;14(3):212-21.
47. Qualtrough AJ, Wilson NH, Smith GA. Porcelain inlay: a historical view. *Oper Dent.* 1990;15(2):61-70.
48. Reis A, Rocha OCM, Schroeder M, Tancredo LL, Loguercio AD. The influence of storage time and cutting speed on the microtensile bond strength. *J Adhes Dent.* 2004;6(1):7-11.
49. Roulet JF, Söderholm KJM, Longmate J. Effects of treatment and storage conditions on ceramic/composite bond strength. *J Dent Res* 1995 Jan.;74(1):381-7.

50. Rueggeberg FA, Margeson, DH. The effect of oxygen inhibition on an unfilled/filled composite system. *J Dent Res.* 1990 Oct.;69(10):1652-8.
51. Sano H, Shono T, Sonoda H, Takatsu T, Ciucchi B, Carvalho R et al. Relationship between surface área for adhesion and tensile bond strength – Evaluation of a micro-tensile bond test. *Dent Mater.* 1994 July;10(4):236-40.
52. Schreiner RF, Chappell RP, Glaros AG, Eick JD. Microtensile testing of dentin adhesives. *Dent Mater.* 1998;14(3):194-201.
53. Shimada Y, Yamaguchi S, Tagami J. Micro-shear bond strength of dual-cured resin cement to glass ceramics. *Dent Mater.* 2002;18(5):380-8.
54. Shono Y, Ogawa T, Terashita M, Carvalho RM, Pashley EL, Pashley DH. Regional measurement of resin-dentin bonding as an array. *J Dent Res.* 1999 Feb.;78(2):699-705.
55. Shono Y, Terashita M, Pashley EL, Brewer PD, Pashley DH. Effects of cross-sectional area on resin-enamel tensile bond strength. *Dent Mater.* 1997;13(5):290-6.
56. Söderholm KJM, Roberts MJ. Influence of water exposure on the tensile strength of composites. *J Dent Res.* 1990;69(12):1812-6.
57. Söderholm KJM, Shang SW. Molecular orientation of silane at the surface of colloidal silica. *J Dent Res.* 1993;72(6):1050-4.
58. Spohr AM, Correr Sobrinho L, Consani S, Sinhoreti MA, Knowles JC. Influence of surface conditions and silane agent on the bond of resin to IPS Empress 2 ceramic. *Int J Prosthodont.* 2003;16(3):277-82.
59. Stangel I, Nathanson D, Hsu CS. Shear strength of the composite bond to etched porcelain. *J Dent Res.* 1987 Sept.;66(9):1460-5.
60. Stewart GP, Jain P, Hodges J. Shear bond strength of resin cements to both ceramic and dentin. *J Prosthet Dent.* 2002 Sept.;88(3):277-84.
61. Sudsangiam S, van Noort R. Do dentin bond strength tests serve a useful purpose? *J Adhes Dent.* 1999;1(1):57-67.

62. Tay FR, Suh BI, Pashley DH, Prati C, Chuang SF, Li F. Factors contributing to the incompatibility between simplified-step adhesives and chemical-cured or dual-cured composites. Part II. Single-bottle, total-etch adhesive. *J Adhes Dent*. 2003;5(2):91-105.
63. Valandro LF, Della Bona A, Bottino MA, Neisser MP. The effect of ceramic surface treatment on bonding to densely sintered alumina ceramic. *J Prosthet Dent*. 2005 Mar.;93(3):253-9.
64. van Noort R, Cardew G, Howard IC, Noroozi S. The effect of local interfacial geometry on the measurement of the tensile bond strength to dentin. *J Dent Res* 1991 May;70(5):889-93.
65. van Noort R, Noroozi S, Howard IC, Cardew G. A critique of bond strength measurements. *J Dent*. 1989;17(2):61-67.
66. Versluis A, Tantbirojn D, Douglas WH. Why do shear bond tests pull out dentin? *J Dent Res*. 1997 June;76(6):1298-307.
67. Yamaguchi K, Miyazaki M, Takamizawa T, Tsubota K, Rikuta A. Influence of crosshead speed on micro-tensile bond strength of two-step adhesive systems. *Dent Mater*. 2006;22(5):420-5.

Passos SP. *Influence of an adhesive system on the bond durability between feldspathic porcelain and resin cement* [dissertação]. São José dos Campos: Faculdade de Odontologia de São José dos Campos, Universidade Estadual Paulista; 2007. 105f.

ABSTRACT

*This study assessed the effect of the adhesive resin application and the aging on the resin cement to feldspathic ceramic. The hypotheses were: (1) the adhesive application on the conditioned ceramic may increase the bond strength; (2) the storage and thermocycling may decrease the bond strength. Twenty blocks (6 x 6 x 4 mm) of feldspathic ceramic (Vita VM7) were produced according to the manufacturer's instructions. One ceramic surface of each block was conditioned with 10% hydrofluoric acid for 60s, washed with water, ultrasonically cleaned into the water, dried, and silanized (Porcelain Primer, Bisco). Afterwards, only 10 blocks got resin adhesive layer (Scotchbond Multi-Purpose Plus Adhesive, 3M ESPE), which was cured for 20 s. All the blocks were placed in the custom silicone mold and the dual-cured resin cement (Variolink base + catalyst, Ivoclar Vivadent) was applied on the ceramic surface. The specimens were stored in distilled water at 37°C for 24 h and then sectioned in the x and y axis, to produce non-trimmed bar samples with approximately 1 mm² of bonding area. The 12 sp obtained from each block were random divided into 2 storage conditions: **Dry**-microtensile test after cutting; **TC**- storage (50 days) and thermo-cycling (x12,000, 5°C-55°C). Considering the 2 factors of the study (adhesive and storage), 4 groups were composed (n=50): Gr1- Without adhesive + dry; Gr2- With adhesive + dry; Gr3- Without adhesive + TC; Gr4- With adhesive + TC. The microtensile bond strength test was performed in a universal testing machine (cross-head speed: 1 mm/min). Adhesive application affected the bond strength significantly (P<0.0001) (without adh > with adh). The storage influenced the bond only when the adhesive was applied. The bond strengths (MPa) were as follows: G1- 19.97±5.26^{ab}; G2: 17.96±4.44^b; G3: 21.55±5.60^a; G4: 14.42±4.67^c. (ANOVA and Tukey test, $\alpha = 0.05$). It concluded that the bond durability was allowed when the resin adhesive was not used.*

KEY-WORDS: *Dentin-bonding agents; hydrofluoric acid; tensile strenght; ceramics.*