

ALESKA DIAS VANDERLEI

**DURABILIDADE DA RESISTÊNCIA ADESIVA ENTRE UMA CERÂMICA
FELDSPÁTICA E CIMENTO RESINOSO: efeito do tipo de adesivo e do
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.

ALESKA DIAS VANDERLEI

**DURABILIDADE DA RESISTÊNCIA ADESIVA ENTRE UMA CERÂMICA
FELDSPÁTICA E CIMENTO RESINOSO: efeito do tipo de adesivo e do
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. Luiz Felipe Valandro

São José dos Campos

2008

Apresentação gráfica e normalização de acordo com:

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

Vanderlei, Aleska Dias

Durabilidade da resistência adesiva entre uma cerâmica feldspática e cimento resinoso: efeito do tipo de adesivo e do cimento resinoso/ Aleska Dias Vanderlei; Orientador Luiz Felipe Valandro. ____ São José dos Campos, 2008.

113p. ; 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; 2008.

1. Adesivos dentinários - 2. Cimentos Resinosos - 3. Incompatibilidade química.

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: aleskavanderlei@hotmail.com

FOLHA DE APROVAÇÃO

Vanderlei, AD. Durabilidade da resistência adesiva entre uma cerâmica feldspática e cimento resinoso: efeito do tipo de adesivo e do cimento resinoso [dissertação]. São José dos Campos: Faculdade de Odontologia de São José dos Campos, UNESP; 2008.

São José dos Campos, 27 de Junho de 2008.

Banca examinadora

1) Prof. Adj. Luiz Felipe Valandro.

Titulação: Prof. Adj. da disciplina de Prótese Dental da UFSM.

2) Prof. Titular Marco Antonio Bottino.

Titulação: Prof. Titular da Faculdade de Odontologia do Campus de São José Dos Campos da UNESP.

3) Prof. Dr. Roberto Ruggiero Braga.

Titulação: Prof. Dr. Da Universidade Estadual de São Paulo do Campus de São Paulo da USP

DEDICATÓRIA

A Deus, que me presenteou com a vida, me dando saúde, força, e sabedoria.

Aos meus pais, Pedro Medeiros Vanderlei e Maria de Lourdes Dias Vanderlei, meus primeiros e mais importantes MESTRES que me ensinaram a lutar pela VIDA.

As minhas super irmãs Karine e Mirna Dias Vanderlei, cujo incentivo e ajuda constante foi essencial principalmente no início dessa caminhada. Obrigada por tudo.

Ao meu querido irmão Prof. Adj. Romel Dias Vanderlei, cujo exemplo de ser humano, docente e pesquisador me guiou durante essa trajetória.

*Aos meus sobrinhos Mila, Pedrinho,
Bibi e Caio por serem fonte constante de
alegria.*

A VOCÊS MEU AMOR E CARINHO.

MINHA ETERNA GRATIDÃO

Aos meus cunhados Felipe Coimbra, Paulo Castro e Paula Sardeiro por acreditarem nos meus objetivos e me ajudarem sempre que precisei.

Às minhas primas-irmãs, Célia e Laís Dias Lima pelo companheirismo constante e pela ajuda fundamental principalmente no início da dessa caminhada.

Ao Renato Damasceno, pelo carinho, incentivo e compreensão.

Ao meu orientador, Prof. Dr. Luiz Felipe Valandro pelas orientações, oportunidades e atenção que mesmo a distância sempre chegavam da forma mais completa, me passando segurança no transcorrer do curso.

Ao Prof. Dr. Marco Antonio Bottino por ser exemplo de profissional, dedicação à pesquisa e ao ensino e pelo incentivo sempre presente nas nossas conversas.

Aos amigos e Profs. Jorge Gonçalves, Walter Murta e Isaac Batinga por ter confiado em meu trabalho e me ensinado a dar os primeiros passos da minha vida profissional. Meus sinceros agradecimentos.

As minhas amigas Sheila Pestana e Celina Wanderley pela cumplicidade e incentivos presentes na nossa convivência diária, vocês foram fundamentais nessa caminhada. Obrigada Amigas.

Aos meus amigos Rodrigo Othávio, Helga Hadashi, Sandra Zamboni, Sarina Maciel, Cristiane Fonseca, Diana Barca, Lucas Zogheibe, Fabíola Leite, Vanessa Vásquez e Karla Michelline pela amizade construída e pelos bons momentos compartilhados.

Ao Movimento dos Focolares, por sempre me acolher e ser fonte de incentivo, essencial para prosseguir nessa caminhada.

As minhas grandes amigas Ednilda Praxedes, Leylla Valentín, Sâmya Diégues, Helana Santana, Kirla Barbosa,

Sandra Xavier, Danielle Camerino, Larissa Coutinho, Jackeline Montenegro que mesmo distantes, não permitiram que a nossa amizade se perdesse. Obrigada por entender a minha ausência nos momentos importantes.

Às minhas amigas Maria Angélica e Tatiana Franco pelos excelentes momentos compartilhados neste período.

AGRADECIMENTOS

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

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

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

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

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**, **Lilian Faria das Graças** 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 colegas do Programa de Pós-Graduação, **Aline Brentel, Gustavo Vasconcelos, Regina Amaral, Susana Salazar, Silvia Massae, Liliana Gressler, Guilherme Saavedra, Alfredo Mikail, Graziela Galhano, Fernanda Pelógia, Renata Melo, Renata Faria, Alberto Nori, Priscila Cristoforides, Humberto Castro, Euripedes Kaizo, Anderson Castilho e Mariana Gonçalves** pelos momentos compartilhados.

À Diretora Técnica dos Serviços de Biblioteca e Documentação 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 **Fundação de Amparo a Pesquisa do Estado de São Paulo (FAPESP)** pelo apoio financeiro concedido (Auxílio Pesquisa Processo nº. 06/53870-9 e Bolsa Processo nº. 06/58794-9).

SUMÁRIO

LISTA DE FIGURAS.....	13
LISTA DE QUADROS E TABELAS.....	15
LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS.....	16
RESUMO.....	18
1 INTRODUÇÃO.....	19
2 REVISÃO DE LITERATURA.....	22
2.1 Incompatibilidade química adesivo-cimento resinoso.....	22
2.2 Mecanismo de adesão às cerâmicas feldspáticas.....	38
2.3 Ensaio de resistência de união.....	55
3 PROPOSIÇÃO.....	70
4 MATERIAL E MÉTODOS.....	71
4.1 Material.....	71
4.2 Métodos.....	71
4.2.1 Obtenção dos blocos cerâmicos.....	72
4.2.2 Obtenção de moldes dos blocos cerâmicos em silicone de adição.....	74
4.2.3 Condicionamento da superfície cerâmica.....	75
4.2.4 Aplicação do adesivo.....	77
4.2.5 Aplicação do cimento resinoso.....	78
4.2.6 Corte dos espécimes e obtenção dos corpos-de-prova.....	79
4.2.7 Ciclagem térmica e armazenagem.....	81
4.2.8 Ensaio de microtração.....	82
4.2.9 Análise estatística.....	84
4.2.10 Avaliação do modo de falha.....	85
5 RESULTADOS.....	86
6 DISCUSSÃO.....	93
7 CONCLUSÃO.....	101

8 REFERÊNCIAS.....	102
<i>ABSTRACT</i>	114

LISTA DE FIGURAS

FIGURA 1-	Padrão de resina acrílica.....	71
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,f e g) inserção e condensação da massa; h) remoção do bloco cerâmico; i) bloco cerâmico antes da cocção.....	73
FIGURA 3-	Blocos cerâmicos: no forno antes da sinterização.....	74
FIGURA 4-	a) Moldagem do bloco cerâmico; b) Molde do bloco cerâmico.....	75
FIGURA 5-	Blocos cerâmicos no aparelho sônico.....	75
FIGURA 6-	Condicionamento da superfície cerâmica a,b e c) aplicação do ácido fluorídrico 10%; d) superfície cerâmica condicionada.....	76
FIGURA 7-	Aplicação do silano.....	77
FIGURA 8-	a) aplicação do adesivo; b) fotopolimerização.....	77
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.....	79
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.....	80

FIGURA 11-	Mensuração da área do cp.....	83
FIGURA 12-	a) cp fixado no paquímetro; b) máquina de ensaio universal – EMIC.....	84
FIGURA 13-	Gráfico das médias (MPa), considerando os 3 fatores do estudo.....	90
FIGURA 14-	Gráfico das médias de resistência adesiva (MPa) para os fatores adesivo X cimento.....	90
FIGURA 15-	Micrografias representativas das fraturas do cp após o ensaio de microtração.....	93

LISTA DE QUADROS E TABELAS

Quadro 1 - Material, nome comercial, fabricante, abreviatura, composição dos materiais e pH dos adesivos utilizados para a confecção dos cp.....	72
Quadro 2 - Grupos experimentais conforme os fatores do estudo (pH [3 níveis], cimento resinoso [3 níveis] e termociclagem [2 níveis]).....	82
Tabela 1 - Número (N) e porcentagem (%) de espécimes (sp) que sofreram falhas pré-teste (FPT) durante o corte e/ou armazenagem/termociclagem (TC) e o N total de sp submetidos ao teste de microtração (MTBs)...	87
Tabela 2 - Análise de Variância para os dados de resistência adesiva (MPa) obtidos.....	88
Tabela 3 - Médias (\pm desvio padrão) dos dados de resistência adesiva (MPa), considerando os três fatores do estudo (adesivo, cimento, TC).....	89
Tabela 4 - Número de espécimes (sp) testados por grupo e incidência do modo de falha em % após teste de microtração.....	91

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

AFL = ácido fluorídrico

Al_2O_3 = óxido de alumínio

Bis-GMA = Bisfenol Glicidil Metacrilato

CAD/CAM = Computer Aided Designing / Computer Aided Machining

cm = centímetros

cp = corpo-de-prova

EDS = análise espectroscópica de energia dispersiva

FEA = análise de elementos finitos

FFA = Flúor fosfato acidulado

FPT = falhas pré-teste

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

h = hora

Kgf = kilograma força

LOT = lote

μm = micrometro

4-META = 4-methacryloyloxyethyl trimellitate anhydride

MEV = microscópio eletrônico de varredura

min = minuto

mm = milímetro

MMA = metacrilato de metila

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

mm^2 = milímetro quadrado

MPa = mega Pascal

MPS = metacriloxipropiltrimetoxi-silano

m/s = metros por segundo

mW/cm^2 = miliwatts por centímetro quadrado

n^o = número

PBNT= Prime & Bond NT

Quim = químico

SB= Single Bond

SBMP= Scotchbond Multi-Purpose Plus

s = segundo

SIL= silano

sp = espécimes

TC = termociclagem

TEG-DMA = triethilenglycol dimethacrylate

TMSPMA = 3-trimethoxysilylpropyl methacrylate

Vanderlei AD. Durabilidade da resistência adesiva entre uma cerâmica feldspática e cimento resinoso: efeito do tipo de adesivo e do cimento resinoso [dissertação]. São José dos Campos: Faculdade de Odontologia de São José dos Campos, Universidade Estadual Paulista; 2008.

RESUMO

O objetivo do trabalho foi avaliar o efeito de diferentes adesivos e da ciclagem térmica / armazenagem na adesão entre uma cerâmica feldspática e três cimentos resinosos (fotopolimerizável, dual e químico). A hipótese é que quanto menor o pH do adesivo, mais baixa é a resistência adesiva, especialmente na cimentação com cimento resinoso quimicamente ativado. Noventa blocos (6 x 6 x 4mm) de cerâmica feldspática microparticulada (Vita VM7) foram confeccionados. A superfície cerâmica foi tratada com ácido fluorídrico 10%/20 s e silanizada (Porcelain Primer, Bisco). Então, os diferentes adesivos foram aplicados conforme as recomendações do fabricante (Scotchbond Multi-Purpose Plus Adhesive [SBMP], pH = 5,6; Single Bond [SB], pH = 3,4; Prime & Bond NT [PBNT], pH = 1,7). Após, os blocos tratados foram reposicionados em moldes de silicone individuais e os cimentos resinosos (CR) foram aplicados (fotopolimerizável (Variolink base, Ivoclar Vivadent); dual (Variolink base + catalizador, Ivoclar Vivadent); químico (C&B, Bisco)). Assim, nove grupos foram constituídos (N=10 espécimes por grupo): (1) PBNT + CR químico, (2) PBNT + CR dual, (3) PBNT + CR foto, (4) SB + CR químico, (5) SB + CR dual, (6) SB + CR foto, (7) SBMP + CR químico, (8) SBMP + CR dual, (9) SBMP + CR foto. Os espécimes foram armazenados em água destilada (37°C) por 24 h e então seccionados no sentido x e y, a fim de obter corpos de prova (cp) em forma de barras com área adesiva de $\pm 1\text{mm}^2$. Os cp de cada bloco foram aleatoriamente divididos em 2 condições de armazenagem: Seco- ensaio imediato; TC- armazenagem 150 dias (37°C) + ciclagem térmica (12.000x, 5°C-55°C). Considerando os 3 fatores do estudo (adesivo [3 níveis], cimento resinoso [3 níveis] e armazenagem [2 níveis]), foram constituídos 18 grupos (fatorial 3x3x2). O teste de microtração foi realizado numa máquina de ensaio universal (1 mm/min). A ANOVA 3-fatores mostrou que os resultados de resistência adesiva foram afetados pelos fatores adesivo ($P=0,0001$) e cimento resinoso ($P=0,0003$). O adesivo Primer Bond NT associado ao cimento resinoso quimicamente ativado tanto na condição seco como na TC obteve resistências adesivas estatisticamente mais baixas, enquanto o adesivo SBMP independente do tipo de cimento resinoso aplicado e condição de armazenagem teve os resultados mais altos (teste de Tukey, $\alpha = 0,05$). Conclui-se que a aplicação na cerâmica condicionada de adesivo com pH mais baixo associado a cimento resinoso quimicamente ativado parece não ser indicada clinicamente.

PALAVRAS-CHAVE: Adesivos dentinários; cimento resinoso; cerâmica; incompatibilidade química.

1 INTRODUÇÃO

O procedimento adesivo na cimentação de restaurações parciais *metal-free* do tipo *inlay*, *onlay* ou facetas laminadas feitas em cerâmica feldspática é um fator importante, visto que o desempenho clínico dessa modalidade restauradora está relacionado à adesão entre diferentes substratos (cerâmica e estrutura dental) ^{40,35,88}. Para esse processo adesivo, as superfícies do esmalte-dentina ⁵⁸ e da cerâmica ⁶⁶ devem ser condicionadas adequadamente.

A cerâmica feldspática consiste de uma estrutura vítrea composta basicamente por dois minerais, o feldspato e o quartzo. O feldspato é unido a óxidos metálicos, formando a fase vítrea da porcelana, enquanto o quartzo compõe a fase cristalina. A cerâmica feldspática micro particulada Vita VM7[®] (Vita Zahnfabrik) é classificada como cerâmica vítrea bifásica. Leite et al. ⁵⁰ analisaram, por microscopia eletrônica de varredura (MEV) e análise espectroscópica de energia dispersiva (EDS), a microestrutura 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). Esse material cerâmico é indicado para restaurações *metal-free inlays/onlays* e facetas laminadas.

Valandro et al. ⁹⁹ classificou as cerâmicas como ácido-sensíveis ou *glass ceramic* (cerâmicas feldspáticas, leucíticas e a base de dissilicato de lítio) e cerâmicas ácido resistente ou *high-ceramic* (cerâmicas de alumina ou alumina/zircônia infiltradas por vidro, de zircônia tetragonal estabilizadas por óxido de ítrio [Y-TZP], e de alumina densamente sinterizadas). As cerâmicas feldspáticas são ditas ácido-sensíveis, pois sofrem degradação da superfície pelo ácido fluorídrico (AFL), promovendo dissolução seletiva da fase vítrea. O número e o tamanho do micro poro

têm sido associados a um aumento da resistência adesiva⁸⁹ e a presença destes facilitará a penetração dos agentes de união. Após o tratamento da superfície com AFL é aplicado o agente silano que gera uma união química entre cerâmica e materiais resinosos, pela sua característica bi-funcional^{10,52,1,21,66}. Ambos têm a propriedade de aumentar a molhabilidade do cimento na superfície^{52, 71, 43}, facilitando o contato com os cimentos resinosos. Após a silanização, um adesivo com baixa viscosidade pode ser aplicado a fim de penetrar nas micro porosidades e tubos interconectados gerados pelo ataque ácido, e assim, esse adesivo pode aderir-se quimicamente ao cimento resinoso utilizado para cimentação da restauração⁶⁹.

Para a cimentação de restaurações feitas de cerâmicas feldspáticas, pode-se utilizar cimentos resinosos fotoativados, quimicamente ativados e de dupla cura. Os fotoativados têm como limitação a cimentação de peças protéticas onde a luz dos fotopolimerizadores não atinge a camada de adesão com a energia necessária para polimerizar e obter um cimento mecanicamente resistente e uma adesão confiável e duradoura^{80,28}. Já os quimicamente ativados, têm como grande limitação a falta de controle sobre seu tempo de trabalho e polimerização, sendo indicados para uso em casos clínicos onde a espessura ou opacidade da peça inviabilize um mínimo de luz na linha de cimentação. Esse mínimo de luz, apesar de insuficiente para finalizar o processo de polimerização do cimento dual, é fundamental para que o processo de conversão máxima dos monômeros se estabeleça^{29,103}.

Entretanto, incompatibilidade química tem sido observada entre adesivos com pH baixo e cimentos resinosos, especialmente aqueles com polimerização química^{81,92,95}. O baixo pH e a característica hidrofílica dos adesivos, bem como, o fato da camada do adesivo comportar-se como membrana permeável parecem ser as condições impróprias para a interação com os cimentos resinosos⁹⁴.

Estudos apontam que o sucesso e a longevidade das restaurações, realizadas com materiais cerâmicos, estão intimamente relacionadas à sua adesão ao tecido dental durante o processo de cimentação^{40,35,88}. No entanto, cuidados na associação entre materiais durante esse procedimento pode ser a causa da falha da adesão ao substrato cerâmico, podendo levar ao insucesso da restauração, motivo pelo qual esse trabalho foi conduzido. Assim, foi avaliado o efeito de 3 adesivos com diferentes valores de pH (1,7 / 3,4 / 5,6) e de cimentos resinosos de diferentes tipos de polimerização (foto, químico, dual) na durabilidade da resistência adesiva a uma cerâmica feldspática.

2 REVISÃO DA LITERATURA

2.1 Incompatibilidade química adesivo-cimento resinoso.

A hipótese de que a maioria dos componentes não polimerizados da resina composta é liberada em solução em poucas horas depois do início da fotoativação, e que a liberação desses componentes ocorre pela difusão através da matriz resinosa, independente da quantidade de partículas inorgânicas, foi testada por Ferracane & Condon³². Foram confeccionados discos da resina composta Silux (3M ESPE, USA), que foram pesados e imersos em água destilada ou álcool, representando um ruim e um bom solvente de resina composta. Após diferentes períodos de 3, 6, 24, 72 ou 144 horas a 37°C, os discos foram removidos e novamente pesados. Em seguida, os discos foram colocados em uma estufa contendo sulfato de cálcio e pesados periodicamente até alcançarem um peso constante, o que decorreu em aproximadamente um mês. Um gráfico dissecação vs. tempo foi gerado. Além disso, um composto de Bis-GMA e TEGDMA sem partículas inorgânicas foram confeccionados e submetidos às mesmas condições experimentais. A porcentagem de absorção de cada disco foi calculada com $100\% \times (\text{peso úmido} - \text{peso seco}) / \text{peso inicial}$, enquanto a porcentagem de liberação de componentes da resina foi calculada com: $100\% \times (\text{peso inicial} - \text{peso seco}) / \text{peso inicial}$. A diferença dos valores de peso vs. tempo foi analisada, bem como a diferença entre as resinas. A absorção de água aumentou comparando os tempos de 3 e 6 horas com 72 e 144 horas. A maioria dos componentes foi liberado dentro das três primeiras horas do experimento, sendo de 50% quando a resina estava em água e 75% em álcool. O estudo suportou a hipótese que a liberação dos componentes não é uma ocorrência crônica.

Devido a sua grande importância no sucesso das restaurações, Rosenstiel et al.⁷⁸, realizaram uma revisão da literatura a respeito das características e propriedades dos agentes cimentantes. Descreveram a importância da total polimerização do cimento em virtude do potencial de citotoxicidade dos agentes cimentantes resinosos quando em contato com fibroblastos e células epiteliais orais.

Bouillaguet et al.⁹ estudou a adesão de oito sistemas adesivos a dentina, utilizando o teste de microtração. Os adesivos estudados foram: dois sistemas convencionais (Scotchbond Multi Purpose Plus, OptiBond FL), quatro adesivos de passo único (Scotchbond 1, Asba S.A.C, Prime and Bond NT, Excite) e dois adesivos auto-condicionantes (Clearfil Liner Bond 2 V, Prompt L-Pop). O adesivo de cada sistema foi aplicado sobre dentes bovinos de acordo com as recomendações do fabricante. Em seguida, a resina Z100 foi aplicada, com três incrementos de 1 mm e fotopolimerizada por 40 s, obtendo-se uma altura de 3 mm. O conjunto foi seccionado nos eixos x e y e os espécimes obtidos tinham área de aproximadamente 1,0 mm², obtendo-se 14 cp para cada sistema adesivo testado e, então, realizado o teste de microtração. O Scotchbond Multi Purpose Plus apresentou resistência adesiva (30,3 ± 9,4 MPa) significativamente maior que todos os outros adesivos testados. Os outros sistemas apresentaram as seguintes resistências: OptiBond FL (22,4 ± 4,3 MPa), Scotchbond 1 (18,9 ± 3,2 MPa), Clearfil Liner Bond 2 V (18,9 ± 3,0 MPa), Prime e Bond NT (18,3 ± 6,9 MPa), Asba S.A.C (14,4 ± 2,9 MPa), Excite (13,8 ± 3,7 MPa), Prompt L-Pop (9,1 ± 3,3 MPa). O modo de falha foi predominantemente adesiva em todos os grupos. Os autores concluíram que os adesivos convencionais (Scotchbond Multi Purpose Plus, OptiBond FL) apresentaram maior resistência adesiva que os sistemas de passo único e auto-condicionantes; apenas o Scotchbond Multi Purpose Plus apresentou resistência significativamente maior que os outros adesivos estudados.

No estudo de Sanares et al.⁸¹ foram analisados os efeitos dos adesivos de frasco único sobre compósitos de cura química e fotoativados. Vinte e quatro terceiros molares tiveram seu esmalte removido da face oclusal com discos diamantados em baixa rotação. Essas superfícies foram lixadas com lixa de água de granulação 600 para criar a smear layer na superfície dentinária. Foram divididos em 4 grupos de acordo com os adesivos: Primer Bond NT, OptiBond SOLO Single Bond e One Step. As superfícies foram condicionadas com ácido fosfórico por 15 segundos, lavadas, secadas e os adesivos foram aplicados de acordo com as instruções dos fabricantes. Antes da fotoativação as superfícies foram analisadas ao microscópio óptico para certificar se estavam completamente coberta pelo adesivo. Cada grupo com 6 dentes foi subdividido em 2 subgrupos (n=3) de acordo com a cura da resina (química ou foto ativada) a qual foi construída um bloco de 5mm sob o dente. O conjunto foi armazenado em água destilada 37°C por 24 horas, após, foram seccionados nos eixos x e y obtendo-se espécimes com área de aproximadamente 0,9 X 0,9mm. O teste de microtração foi realizado e o modo de falha foi estabelecido utilizando o microscópio óptico, quatro espécimes de cada grupo foram analisados em MEV. De acordo com o teste ANOVA, quando utilizou resina de cura química a adesão foi significativamente mais baixa que a foto ativada, que não teve diferença entre si, já os de cura química a força de união foi menor quanto menor o pH do adesivo. Existe uma relação direta entre a acidez do adesivo e resistência de união aos compostos de cura química.

Franco et al.³⁶ avaliaram a compatibilidade da união entre diferentes adesivos e um cimento resinoso de polimerização dual, usando um teste convencional de tração. Os adesivos utilizados foram: Prime & Bond (PB), Scotchbond Multi Purpose (SB) e o ativador Self Cure (SC). O cimento de polimerização dual usado foi o Enforce (EF). Seis grupos, com cinco amostras cada, foram testados: G1: EF/PB/EF (fotoativado); G2: EF/SB/EF (fotoativado); G3: EF/PB+SC/EF (fotoativado); G4:

EF/PB+SC/EF (somente quimicamente ativado); G5: EF/EF (fotoativado); G6: EF/EF (somente quimicamente ativado). O cimento resinoso foi aplicado em dois moldes de aço com uma perfuração cônica de 4 mm de diâmetro e 1 mm de espessura, e o adesivo foi aplicado entre eles. A resistência à tração foi mensurada em uma máquina universal de ensaios a uma velocidade de 0,5 mm/min. Os autores verificaram que não houve incompatibilidade entre os diferentes adesivos usados com o cimento resinoso de polimerização dual e que os mais baixos valores de resistência de união ocorreram na ausência de fotoativação.

Tay et al.⁹⁴ testou as hipóteses de que as forças de união entre os adesivos simplificados e a dentina são afetadas pela fotopolimerização tardia dos compósitos, e que tal fenômeno ocorre somente na presença da água nesta interface. Foi utilizado um adesivo de três passos como controle (All-Bond 2, Bisco) e seis adesivos de um passo (One-Up F bond, Tokuyama; Etch&Prime 3.0, Degussa; Xeno CF Bond, Sankin; AQ Bond, sun Medical; Reactmer Bond, Shofu and Prompt L-Pop, 3M ESPE). Foi utilizada dentina hidratada e desidratada para verificar a influencia da água nesse experimento. A resina composta foi aplicada imediatamente após a fotopolimerização do adesivo e em outros espécimes após vinte minutos. Os conjuntos foram seccionados nos eixos x e y obtendo os espécimes para o ensaio de microtração. Nos experimentos utilizando dentina hidratada, a fotopolimerização tardia, não teve efeito adverso no grupo controle (adesivo de três passos), no entanto foi observada uma redução significativa da resistência de união em todos os grupos utilizando adesivos simplificados. O efeito adverso da fotopolimerização tardia não foi observado nos adesivos simplificados que foram unidos à dentina desidratada. A camada de adesivo simplificado comporta-se como membrana semi-permeável que permitem a difusão da água da dentina hidratada para a interface adesivo/resina.

Cheong et al.²⁰ testaram a hipótese nula que não existe diferença na compatibilidade dos adesivos de um passo (Xeno III, Dentsply DeTrey

and Brush&Bond, Parkell) e dos adesivos de dois passos (Clearfil SE Bond, Kuraray and Tyrian SPE/One-Step Plus, BISCO) com compósitos, utilizando o teste de microtração. Diferenças significativas no teste de microtração foram observadas apenas nos adesivos de um passo. Para o adesivo self-etch associado ao compósito de cura química foi observada uma fraca adesão, isso pode ser atribuído a interações químicas adversas entre o ácido do adesivo e o compósito. As "water trees" que representam canais da permeabilidade também foram observadas nos adesivos de um passo. Ambas as características foram ausentes quando os compósitos de cura química foram ligados ao adesivo de passo duplo.

Konno et al.⁴⁷ com base nas investigações sobre o comportamento dos sistemas adesivos na presença de água em que evidenciaram maiores comprometimentos nos sistemas simplificados, avaliaram o efeito da armazenagem em água (1dia, 3 e 6 meses), sobre a resistência de união utilizando o teste de cisalhamento. Foram utilizados 5 sistemas adesivos (G1- Scotchbond Multi purpose Plus, G2- Primer & Bond NT, G3- Etch & Primer 3.0, G4- Clearfil Liner Bond 2v, G5- Optibond Solo) sob o substrato dentinário bovino que foram aplicados de acordo com as normas dos fabricantes. De acordo com o teste ANOVA, G1, G2 e G3 foram semelhantes estatisticamente em todos os períodos de armazenagem. O G4 apresentou a média mais alta em três meses, e esta não foi diferente estatisticamente aos 6 meses. Além disso, esse sistema teve as mais altas médias em todos os períodos testados. O G5 teve a maior média aos seis meses.

Suh et al.⁹² estudou a cinética da polimerização das resinas fotoativadas e quimicamente ativadas utilizando um scanning calorimetry. Foi observado que mesmo em concentrações muito baixas dos monômeros ácidos eles conseguem desativar as amins terciárias, que são as responsáveis pela polimerização das resinas quimicamente ativadas, havendo assim, uma incompatibilidade química entre adesivos

simplificados e as resinas de cura química. A polimerização da resina ativada por luz só é afetada em concentrações muito alta de monômeros ácidos resinosos.

Tay et al.⁹⁵ avaliou os fatores que contribuem para a incompatibilidade entre os adesivos simplificados e os cimentos resinosos duais e quimicamente ativados, analisando a interação química entre os monômeros ácidos do adesivo e aminas terciárias básicas dessas resinas. Alguns adesivos estão disponíveis na forma dual, usando ativadores que são compatíveis com as resinas duais e quimicamente ativadas. Como os adesivos que contêm componentes resinosos hidrofílicos/ácidos são vulneráveis ao movimento da água após polimerização a hipótese desse estudo é que a adesão dos adesivos simplificados a resina quimicamente ativada e dual é comprometida devido a permeabilidade do adesivo. Foram analisadas 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. Nove grupos foram constituídos: G1- Fotopolimerização/hidratado (L-H) – Controle; G2- Fotopolimerização tardia/hidratado (DL-H); G3- Fotopolimerização tardia/desidratado (DL-D); G4- Quimicamente ativado/hidratado (C-H); G5- Quimicamente ativado/desidratado (C-D); G6- Quimicamente ativado, OptiBond Solo Plus Activator/hidratado (CA-H); G7- Quimicamente ativado, OptiBond Solo Plus Activator/desidratado (CA-D); G8- Quimicamente ativado, uma solução de resina livre a 2% de *benzene sulphinic acid sodium salt in ethanol* /hidratado (CB-H); G9- 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; G2) diminuiu a resistência adesiva quando comparado com a ativação imediata (L-H; G1); os grupos experimentais

DL-D (G3) e CB-D (G9) não apresentaram diferença significativa do grupo controle L-H. A Microscópica de Elétron Transmissão (TEM) revelou a presença de bolhas de água contendo prata ao longo da interface entre adesivo-resina no DL-H (G2), CA-H (G6), CB-H (G8) e dentro da resina C-H (G4). Interações químicas adversas no C-H (G4) e C-D (G5) 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.

Carvalho et al.¹⁶ examinaram os efeitos de técnicas de adesão na redução da permeabilidade na camada de adesivo na interface cimento resinoso/dentina. Foram utilizados 28 terceiros molares humanos não cariados que tiveram suas coroas preparadas, com baixa rotação e sob refrigeração, expondo superficialmente sua dentina. Os dentes foram divididos aleatoriamente em quatro grupos (n=7). Em cada grupo, dois dentes foram utilizados para microscopy electron transmission (TEM) e cinco foram realizados testes de adesão de microtração e análise fractográfica utilizando o microscópio eletrônico de varredura (MEV). Blocos de resina composta foram confeccionados e cimentados nos dentes preparados. G1 Panavia F + ED primer, de acordo com as normas do fabricante; G2 Panavia F + ED Primer + Scotchbond Multi-Purpose

(SBMP); G3 Bistite II DC + adesivo de dois passos do sistema, de acordo com as instruções do fabricante; G4 Bistite II DC + adesivo de dois passos do sistema + Scotchbond Multi-Purpose (SBMP). O conjunto dente/cimento foi armazenado em água destilada a 37° por 24h e em seguida preparados para o ensaio de microtração. Espécimes com área adesiva de aproximadamente 0.8mm² foram tracionadas a 0.5mm/min em uma máquina universal. De acordo com análise estatística ANOVA, quando utilizado o adesivo indicado pelo fabricante, o sistema Panavia F (25.3 ± 8.5 MPa e 60% de falha adesiva) apresentou força de união menor que o Bistite II DC (33.8 ± 16.0 MPa e 83% de falha adesiva). Quando foi utilizada uma camada adicional de SBMP melhorou significativamente a força de união do Panavia F (35.6 ± 15.6 MPa e 67.7% de falha adesiva), mas não do Bistite II DC (31.5 ± 12.0 MPa e 45.7% de falha adesiva). Sugere-se que a colocação de uma camada de SBMP entre o adesivo e o cimento resinoso reduziu à permeabilidade do adesivo, resultando em uma melhor união do sistema Panavia F a dentina.

Tay et al.⁹⁶ fizeram um estudo baseado na hipótese que os adesivos simplificados (total-etch) reduzem a permeabilidade dentinária in vivo. Quatro tipos de adesivos foram utilizados, dois a base de etanol (Single Bond e excite) e dois a base de acetona (Primer Bond NT e One-Step, Bisco), de acordo com as normas dos seus respectivos fabricantes. Dezeses dentes vitais posteriores (5 pré-molares e 11 molares) pertencentes a pacientes com faixa etária entre 21 e 39 anos foram preparados (prótese parcial fixa) e divididos aleatoriamente em 4 grupos. Após o preparo dos dentes, foi realizada uma primeira moldagem utilizando polivinil siloxano com viscosidade baixa, posteriormente foi feito o condicionamento ácido da superfície (ácido fosfórico, 15 segundos) e aplicado o adesivo, uma segunda moldagem foi realizada. Coroas provisórias foram confeccionadas e cimentadas e após 10-14 dias foram

retiradas e uma terceira moldagem realizada. As moldagens foram limpas em aparelhos sônicos e preenchidas com resina epóxica. As faces oclusais e vestibulares dos modelos foram analisadas em MEV. O fluido dentinário observado no primeiro modelo foi mais ameno que o observado após condicionamento ácido e aplicação do adesivo. Gotículas de fluido dentinário foram localizadas sobre a camada de adesivo. O fluido dentinário também foi observado quando retirados os provisórios e foi considerado mais abundante quando não se utilizou anestésico. Então, conclui-se que os adesivos total-etching, devido à falta da camada hidrofóbica do adesivo, tornou-se permeável após a polimerização. Ele permite o fluxo do transudado dentinário e não faz o vedamento hermético da dentina. Embora diminua relativamente a difusão do fluido dentinário, é improvável que a sensibilidade pós operatória possa ser interferida com a polimerização dual ou química das resinas ou cimentos resinosos tanto em restaurações diretas como indiretas.

Carracho et al.¹⁴ avaliaram a resistência de união dos adesivos simplificados a um cimento resinoso quimicamente ativado, assim como o efeito de um catalisador universal sobre esses valores. A relação entre pH dos adesivos e sua influencia sobre a resistência de união ao cimento resinoso também foi avaliado. Blocos de cimento resinoso C&B (Bisco) foram confeccionados a partir de um padrão metálico que foi moldado em silicone de adição. Em seguida foi aplicado o adesivo na superfície exposta do cimento resinoso, associado ou não ao catalisador, conforme os seguintes grupos: G1 (controle) -1 camada de adesivo Scotchbond Multi Uso; G2 – 2 camadas de Single Bond; G3 – Catalisador BondLink + Single Bond + Catalisador BondLink; G4 – 2 camadas de One Step Plus; G5 - Catalisador BondLink + One Step Plus + Catalisador BondLink; G6 – 1 camada de Clearfil SE Bond; G7 - Catalisador BondLink + Clearfil SE Bond + Catalisador BondLink G8 – AdheSE; G9 - Catalisador BondLink + AdheSE + Catalisador BondLink; G10 – 2 camads de Adper Prompt L-

Pop; G11 - Catalisador BondLink + Adper Prompt L-Pop + Catalisador BondLink. Foi confeccionado um outro bloco de cimento para cada já existente, que foram unidos pelo adesivo, totalizando 22 blocos. Estes foram embutidos em resina acrílica e após 24 horas seccionados na máquina de corte Lab Cut 1010, nos eixos x e y sobre refrigeração. O ensaio realizado foi o de flexão de três pontos na máquina universal EMIC. Os espécimes foram observados em lupa estereoscópica 30X para definir o tipo de falha (adesiva, coesiva e mista). O pH de todos os adesivos foram avaliados com fitas de solução Merck Universalindikator (Darmstadt, Alemanha). Os resultados do testes foram analisados pelo teste T de Student, análise de variância e Tukey. A relação entre acidez do adesivo e força de união foi verificada por meio do teste de Pearson. Foi observada uma incompatibilidade somente entre o adesivo Adper Prompt L Pop e o cimento. O catalisador BondLink foi eficiente apenas para este adesivo. A união adesivo–cimento teve associação direta com o pH dos adesivos.

Cheng et al.¹⁹ avaliaram a eficiência de quatro adesivos de frasco único (OptiBond solo Plus, Gluma Confort Bond, One Step e Primer e Bond NT) e um adesivo não simplificado (Clearfil Photo Bond) como controle. Foram utilizados 50 molares humanos que foram divididos aleatoriamente em 5 grupos (n=10). Cavidades cilíndricas foram confeccionadas nas proximais dos dentes e um condicionamento com ácido fosfórico ou EDTA foi realizado e posteriormente aplicado o adesivo de acordo com as instruções dos fabricantes. As cavidades foram restauradas com resina Filtec A110 e fotopolimerizada por 40 segundos. Os espécimes foram armazenados em água destilada por 10 minutos e depois realizado um polimento com discos de silicone de granulações 600, 1000 e 1500. A integridade marginal foi avaliada em todas as paredes observando as fendas existentes entre a resina e a superfície do dente, utilizando um microscópio óptico. A análise estatística foi realizada pelos testes de Kruskal-Wallis e Mann-Whitney. Os adesivos de frasco

único foram inferiores aos não simplificados em relação à integridade marginal quando condicionados com EDTA. O estudo sugere também que a capacidade de selamento marginal do sistema adesivo de frasco único à base de etanol foi melhor que o sistema de frasco único à base de acetona quando a superfície foi condicionada com EDTA.

Fabre³¹ comparou a sorção de vários sistemas adesivos dentinários, considerando-se sua classificação e a forma de fotoativação empregada. Foram analisadas duas hipóteses nulas: a) Não há diferença na sorção e solubilidade em água dos sistemas adesivos propostos; b) não há diferença no uso de diferentes fontes de luz na sorção e solubilidade em água dos sistemas adesivos propostos. Foram utilizados sistemas adesivos convencionais de três passos (Scotchbond Multi-Purpose e Heliobond), adesivos convencionais de dois passos (Exite, Adper Single Bond, Adper Single Bond 2), auto-condicionantes de dois passos (Adhse) e auto condicionante de um passo (Xeno III). Para cada adesivo foram confeccionados oito espécimes com dimensões 0,8 X 5,5mm que foram armazenados em câmara dessecante a 37 graus, até que não houvesse variação em sua massa seca (M1), aferida em uma balança analítica. Em seguida, foram armazenadas em água deionizada e tiveram suas massas úmidas medidas após estabilização (M2), passando em seguida por uma dessecação (M3). A sorção e solubilidade em água foram determinadas pelas fórmulas $(M2-M3/V)$ e $(M3-M1/V)$, respectivamente. Os valores obtidos foram submetidos à ANOVA e Tukey ($p<0,05$). A comparação da influencia das fontes fotoativadoras foi analisada pelo teste t de student para cada adesivo. Os resultados demonstraram maiores valores de sorção e solubilidade para adesivos convencionais de dois passos e auto-condicionante de um passo. A natureza da fonte ativadora exerceu influencia nas propriedades avaliadas.

Franco et al.³⁷ investigou o efeito do pH de diferentes sistemas adesivos na polimerização de uma resina composta quimicamente ativada (Adaptic - AD), por meio do teste de resistência à tração. Os sistemas adesivos utilizados foram: ARM, Prime & Bond 2.1 (PB), Scotchbond Multi Purpose (SMP) e Single Bond (SB). Cinco grupos (n=5) foram formados: G1: AD/ARM/AD; G2: AD/PB/AD; G3: AD/SMP/AD; G4: AD/SB/AD; G5: AD/AD (sem interposição de adesivo). Uma matriz de aço inoxidável com abertura central no formato de cone (1 mm de espessura; 4 mm de diâmetro), foi utilizada para obter dois discos de resina composta. A resina AD foi inserida em uma primeira metade da matriz em incremento único. Após a polimerização da resina, uma camada de adesivo foi aplicada na superfície de união e foto-ativada. A segunda metade da matriz foi justaposta à primeira e preenchida com a resina. Após 10 min, o conjunto foi adaptado em uma máquina universal de ensaios para determinar a resistência à tração, com velocidade de 0,5 mm/min. Os dados foram submetidos à ANOVA e teste de Tukey ($p < 0,05$). As médias (KGF) obtidas em cada grupo foram: G1: $15,23 \pm 4,1$; G2: $0,00 \pm 0,0$; G3: $16,96 \pm 2,4$; G4: $10,08 \pm 2,7$; G5: $15,44 \pm 0,9$. Houve diferença estatisticamente significativa ($p < 0,05$) entre os grupos G2-G1; G2-G3; G2-G4; G4-G1; G4-G3. Os sistemas com pHs mais baixos (PB e SB) apresentaram as menores médias de resistência à tração. Os achados desse estudo in vitro sugerem que o pH dos sistemas adesivos influencia na polimerização e na resistência adesiva de materiais resinosos quimicamente ativados. Os sistemas adesivos simplificados testados, com valores de pH mais baixos, mostraram graus distintos de incompatibilidade com a resina quimicamente ativada, quando comparados aos sistemas adesivos convencionais.

Castro et al.¹⁷ avaliou a resistência adesiva (μ TBS) na fixação de restaurações indiretas por meio de cimento resinoso e adesivo auto-condicionante sob influência de diferentes tratamentos prévios de esmalte e dentina. Trinta incisivos bovinos foram extraídos e tiveram suas raízes

cortadas na junção cimento-esmalte. A superfície vestibular dos dentes foi lixada até exposição de dentina superficial, padronizando a formação de smear layer. As amostras foram divididas aleatoriamente em três grupos (n=10): G1: aplicação do adesivo auto-condicionante One up Bond F (OB), seguindo as instruções do fabricante; G2: condicionamento com ácido fosfórico à 37% em esmalte e dentina seguindo aplicação de (OB); G3: jateamento com óxido de alumínio 50µm em esmalte e dentina previamente à aplicação de (OB). Restaurações indiretas com resina composta foram fixadas usando cimento resinoso dual e as amostras foram cortadas com área adesiva de aproximadamente 1,0 mm² em três regiões: esmalte (E), dentina periférica (DP) e dentina central (DC). Foram submetidas a ensaio de microtração em máquina de ensaio mecânico em velocidade de 0,5mm/min. Após fratura, as amostras foram analisadas em Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) para avaliação do padrão de fratura. Os valores de (µTBS) foram expressos em MPa e os dados foram analisados em ANOVA seguido por teste Tukey (p<0,05). Os resultados foram: E/G2: 30,4±11,9a; E/G3: 16,0±8,9b; E/G1: 15,8±5,8b; DP/G1: 24,2±12,1a; DP/G3: 15,2±7,1b; DP/G2: 15,0±9,8b; DC/G1: 17,3±10,4a; DC/G3: 11,6±3,5b; DC/G2: 11,4±5,2b. O jateamento não aumentou os valores de (µTBS). O prévio condicionamento ácido aumentou a resistência adesiva em esmalte e diminuiu em dentina.

Garcia³⁸ avaliou os conceitos que envolvem os sistemas adesivos odontológicos e as técnicas de cimentação adesiva. O estudo compreendeu quatro avaliações que propuseram analisar: 1- a resistência de união (RU) de alguns sistemas autocondicionantes após uma semana e um ano de armazenamento em água; 2- a RU de cimentos resinosos aos compósitos utilizados na reconstrução dental; 3 e 4- a RU de técnicas de cimentação adesiva. Foram utilizados dentes bovinos nos experimentos 1, 2 e 3; e ensaios de microcissalhamento. Para o experimento 4 foram utilizados dentes humanos e o ensaio de microtração. Os resultados indicaram que: 1- entre todos adesivos

testados, o adesivo autocondicionante One-Up Bond F não apresentou redução na RU após um ano; 2- a RU foi maior quando se aplicou adesivo hidrófobo entre o compósito restaurador e o cimento resinoso; 3 e 4- o uso de uma camada intermediária de resina de baixa viscosidade e fotoativação dos cimentos resinosos resultou em maiores valores de RU entre o cimento resinoso e a dentina. Os resultados sugerem que a união à dentina ainda é instável para a maioria dos sistemas adesivos; na união do cimento resinoso ao compósito restaurador, os adesivos hidrófobos são as melhores opções; e as técnicas de cimentação adesiva apresentam melhor desempenho com aplicação de uma camada intermediária de resina de baixa viscosidade e fotoativação do cimento resinoso.

Malacarne et al.⁵³ avaliou o comportamento em água dos sistemas adesivos com caráter hidrófilo diferentes. No primeiro estudo, a cinética de difusão da água foi avaliada a partir da mensuração da sorção, da solubilidade e do coeficiente de difusão da água em cada adesivo selecionado. Os materiais empregados foram: as resinas adesivas dos sistemas Clearfil SE (SE) e Scotchbond Multiuso (MP), e os adesivos simplificados Single Bond (SB) e Excite (EX). Cinco resinas experimentais com caráter hidrófilo estabelecido em função de seus respectivos parâmetros de solubilidade foram também avaliadas de modo que servissem como referência de materiais mais ou menos hidrófilos. Os materiais foram dispensados em matriz metálica e fotoativados por 40s (650mW/cm²). Para cada material, foram obtidos quinze espécimes em forma de disco (0,8mm x 5,8mm). Estes foram armazenados em câmara dessecante a 37°C até que não houvesse variação de sua massa seca (m1), aferida em balança analítica. Em seguida, dez destes foram armazenados em água destilada, e tiveram suas massas (m2), mensuradas após 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 14 e 28 dias, para avaliação da variação de massa ao longo do tempo. Ao final dos 28 dias, os espécimes foram novamente submetidos ao ciclo de dessecamento, para

determinação da massa seca final (m_3), e dos valores de sorção e solubilidade. Os cinco espécimes restantes foram também armazenados em água destilada, mas tiveram suas massas úmidas mensuradas em intervalos mais curtos para o cálculo do coeficiente de difusão da água em cada material. A composição e o caráter hidrófilo dos materiais influenciaram o trânsito de fluidos através dos mesmos. Dentre os adesivos comerciais, os sistemas mais hidrófilos (SB e EX) apresentaram valores de sorção, de solubilidade e de coeficiente de difusão da água significativamente maiores que dos adesivos menos hidrófilos (MP e SE) ($p < 0.05$). Comportamento semelhante foi observado com a resina experimental mais hidrófila, R5. Com exceção da R1, todos os adesivos (comerciais e experimentais) apresentaram o maior aumento de massa no primeiro dia de armazenamento em água. Num segundo estudo, foi avaliado o efeito da armazenagem em água na resistência máxima à tração (RMT) dos adesivos comerciais referenciados. Para cada adesivo, foram obtidos 60 (± 2) espécimes com área de secção transversal retangular de aproximadamente 1mm^2 . Estes foram armazenados em câmara dessecante a 37°C por 24 horas. Doze a treze espécimes de cada material foram submetidos ao ensaio de tração a $0,5\text{mm}/\text{min}$ tão logo foram removidos da câmara dessecante. Os demais foram armazenados em água destilada a 37°C e testados após 24h, 7 dias, 30 dias ou 180 dias. O armazenamento em água por 24h determinou a redução significativa da RMT de todos os adesivos ($p < 0,05$). A armazenagem prolongada em água promoveu a queda dos valores de RMT apenas para o adesivo EX, após 180 dias ($p < 0,05$). Com base nos resultados, é possível concluir que adesivos mais hidrófilos absorvem mais água num período mais curto de avaliação. A queda mais significativa nos valores de RMT ocorreu após as primeiras 24 horas de armazenagem em água, coincidindo com o período de maior absorção de água.

Diante da forte tendência da simplificação dos adesivos e conseqüente adição de alguns componentes químicos como solventes orgânicos, Nihî⁶¹ fez um estudo com o objetivo de avaliar a evaporação espontânea dos solventes, de misturas à base de HEMA/solvente e de sistemas adesivos comerciais no decorrer do tempo. Os sistemas adesivos testados foram Scotchbond Multipurpose, Prime & Bond NT, Excite, Adper Single Bond 2, Adhese e Xeno III comparativamente aos solventes puros acetona, etanol, água e às misturas experimentais à base de HEMA/solvente. As hipóteses nulas testadas foram: 1- não há influência do tipo de solvente na evaporação dos solventes puros, de misturas experimentais e dos sistemas adesivos; 2- não há diferença na evaporação ao longo do tempo. Foram dispensados 10µL de cada um dos produtos testados em um recipiente padronizado e a perda de massa foi mensurada com balança digital nos intervalos de tempo de 0", 5", 10", 15", 30", 1', 2', 5' e 10'. Para cada material, foram realizadas seis séries de monitoramento. Os valores obtidos foram submetidos à análise estatística (ANOVA a dois critérios e Bonferroni post tests, $p < 0,05$). A acetona pura, a mistura experimental HEMA/acetona e o adesivo a base de acetona apresentaram as maiores perdas de massa, com diferença significativa ao final do ensaio, sendo que a maior perda de massa ocorreu nos primeiros 15 segundos. Para os demais produtos testados, não houve diferença estatística na evaporação ao final do ensaio.

2.2 Mecanismo de adesão às cerâmicas feldspáticas.

Aida et al.¹ avaliaram, 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). De acordo com os tratamentos de superfície utilizados os grupos foram estabelecidos: G1. Polimento; G2. Ácido fosfórico por 60 s; G3. 2 + ultrassom; G4. Ácido fluorídrico por 60 s; G5. 4 + limpeza ultrassônica. Diante dos resultados podemos observar 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 uma contribuição efetiva devido à formação de uniões siloxanas e uma maior rugosidade de superfície foi gerada pelo ácido fluorídrico.

Roulet et al.⁷⁹ avaliaram 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. Foram utilizadas três cerâmicas (Dicor, Mirage, Vitabloc), três métodos para promover rugosidade na superfície (condicionamento com ácido fluorídrico 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. Os resultados obtidos do ensaio de cisalhamento 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 ácido

fluorídrico foi o que apresentou maiores valores de resistência adesiva. Para os espécimes condicionados com ácido fluorídrico, 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.

Kato et al.⁴⁴ avaliaram a resistência adesiva e a durabilidade de união entre diferentes sistemas de adesão e uma cerâmica feldspática através do ensaio de cisalhamento. Foram confeccionados discos cerâmicos e utilizados cinco silanos e seis cimentos resinosos, constituindo seis grupos: G1-Clearfill Porcelain Bond (CPB) + Panavia 21 (P21); G2-Clearfill Porcelain Bond + Panavia EX (PEX); G3- G-Cera Cosmotech II Primer (CTP) + G-Cera Cosmotech II Composite (CTC); G4-Imperva Porcelain Primer (IPP) + Imperva Dual (IPD); G5- Porcelain Liner M (PLM) + Super Bond C&B (SB); G6- 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, 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 ciclagem térmica, 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. Nos grupos secos, os espécimes exibiram falhas coesivas e mistas com fratura ocasional da cerâmica. Todos os grupos apresentaram alta resistência de união antes da termociclagem, sendo que a redução na resistência adesiva após o envelhecimento não foi estatisticamente

significante apenas para a combinação PLM + SB, sendo este grupo o que apresentou menor valor de resistência adesiva antes da termociclagem. Três grupos em que 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 termociclagem. 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 termociclagem. 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.

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.¹¹, 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.

Jardel et al.⁴³ avaliaram o efeito do condicionamento com ácido fluorídrico e aplicação do silano sobre a resistência de união das cerâmicas feldspáticas GC (GC Dental) e PVS (SS White), assim como a topografia formada na superfície das cerâmicas pela ação do ácido fluorídrico. Foram confeccionados 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 ácido fluorídrico a 10% por 5 min, Gr3- Aplicação do silano, Gr4- Condicionamento e silanização. As amostras foram submetidas ao teste de resistência à tração. Em dez amostras de cada cerâmica foi verificada a característica da topografia da superfície por meio da medição da rugosidade tridimensional empregando o MEV conectado ao computador IBM. A cerâmica GC, sem tratamento de superfície, apresentou os menores valores médios de resistência à tração (8,3 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(21,7). Para cerâmica PVS, quando não foi realizado o tratamento obteve-se o menor valor médio de resistência de união (6,1 MPa), sendo que 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 ácido fluorídrico e silano é o tratamento superficial mais efetivo para as cerâmicas feldspáticas estudadas.

Em um estudo *in vivo*, Hayashi et al.⁴⁰, avaliaram 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%). O MEV avaliou micro fraturas 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.¹² realizou um estudo em que caracterizaram a superfície da cerâmica atacada com ácido fluorídrico e flúor fosfato acidulado 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 doze grupos (n=8): G1- Condicionamento com flúor fosfato acidulado em gel 1,23% por 10 min, G2- G1 + silano, G3- G1 + ultrassom, G4- G1 + silano + ultrassom, G5- Condicionamento com ácido fluorídrico a 9,5% por 1

min, G6- G5 + silano, G7- Gr5 + ultrassom, G8- G5 + silano + ultrassom, G9- Condicionamento com ácido fluorídrico a 9,5% por 4 min, G10- G9 + silano, G11- G9 + ultrassom, G12- G9 + silano + ultrassom. Foi realizado um estudo das características topográficas da superfície atacada por ácido fluorídrico e pelo flúor fosfato acidulado pela análise das imagens obtidas no MEV. Em seguida, foi realizado um estudo de difração óptica de raios-X 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 flúor fosfato acidulado apresentou-se relativamente homogênea em comparação com a do ácido fluorídrico, nesta última pôde-se notar a presença de micro poros e lacunas. O padrão topográfico do ataque do ácido fluorídrico se apresentou mais evidente e característico. As lacunas e os canais apresentaram-se mais largos e profundos nas amostras atacadas por 4 minutos do que nas atacadas por 1 minuto. Observou-se por meio do MEV, a presença de uma fina camada de precipitado cristalino que após o banho em ultra-som foi removida. Pela análise química por energia dispersiva (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 ácido fluorídrico por 4 minutos. Os autores concluíram com relação à qualidade do ataque com ácido fluorídrico que o tempo de 1 minuto 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 ultra-som foi efetiva.

Kato et al.⁴⁵ avaliaram a durabilidade e a resistência de união entre dois cimentos resinosos e uma cerâmica feldspática. Três tratamentos de superfície foram realizados: polimento, jateamento com óxido de alumínio

e condicionamento com ácido fluorídrico. Dois condicionadores de cerâmica foram utilizados contendo 5% de *4-methacryloyloxyethyl trimellitate anhydride* (4-META) no frasco A e 4% de *3-trimethoxysilylpropyl methacrylate* (TMSPMA) no frasco B e 96% de MMA. Os cimentos resinosos utilizados foram o Super-Bond C&B (4-META/MMA-TBB) e um agente cimentante resinoso experimental sem 4-META, abreviado como MMA-TBB. Os grupos foram constituídos da seguinte forma: Grupo 1- Polimento + MMA-TBB; Grupo 2- Polimento + Frasco A (4-META) + MMA-TBB; Grupo 3- Polimento + Frasco B (silano) + MMA-TBB; Grupo 4- Polimento + Frascos A + B + MMA-TBB; Grupo 5- Polimento + 4-META/MMA-TBB; Grupo 6- Polimento + Frasco A + 4-META/MMA-TBB; Grupo 7- Polimento + Frasco B (silano - Porcelain Liner M) + 4-META/MMA-TBB; Grupo 8- Polimento + Frascos A + B + 4-META/MMA-TBB; Grupo 9- Condicionamento com ácido fluorídrico (AF) + 4-META/MMA-TBB; Grupo 10- AF + Frasco A (4-META) + 4-META/MMA-TBB; Grupo 11- AF + Frasco B (silano) + 4-META/MMA-TBB; Grupo 12- Polimento + Frasco A + B + 4-META/MMA-TBB; Grupo 13- Jateamento + Frascos A + B + 4-META/MMA-TBB; Grupo 14- Polimento + Frascos A + B + 4-META/MMA-TBB. Cada um dos dois condicionadores foi utilizado individualmente para examinar os efeitos dos respectivos componentes químicos no adesivo. Foi realizado o ensaio do cisalhamento. Metade dos espécimes dos Grupos 1-8 foi submetida à termociclagem com 20000 ciclos (4°C-60°C), enquanto metade dos espécimes dos Grupos 9-14, 100000 ciclos. Os resultados demonstraram que o tipo de agente cimentante não afetou a resistência adesiva. A termociclagem foi efetiva, favorecendo uma pobre união do sistema e ambas retenções, mecânica e química, foram indispensáveis para a união. O condicionamento com o ácido fluorídrico apresentou maiores valores de resistência e durabilidade com o Porcelain Primer M (33,3 MPa) para a cerâmica com 4-META/MMA-TBB (Super-Bond C&B).

Örtengren et al.⁶⁴ 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), Vario-Link 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.

Della Bona et al.²⁴ avaliaram a resistência de união entre sete cerâmicas variando o tratamento de superfície: (G1) 10% *ammonium bifluoride* (ABF) por 1 minuto; (G2) 9,6% ácido fluorídrico (AFL) por 2 minutos; (G3) 4% flúor fosfato acidulado (FFA); (G4) um agente de união silano (S). Foi aplicado um adesivo (Scotchbond Multi-Purpose Plus) 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 o 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 à 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 micro mecânica obtida através dos outros tipos de tratamento utilizados neste estudo.

A durabilidade da adesão cerâmica-cimento resinoso, variando os tempos de armazenagem, tempos e modos de fotoativação durante a

cimentação foi a proposta do estudo de Foxton et al.³³. Os blocos cerâmicos (Vita Celay) foram divididos em quatro grupos: (G1) 2 blocos cimentados com Bistite II; (G2) 2 blocos condicionados com K-Etchant Gel (Al₂O₃ a 40%), Clearfil Liner Bond 2V Primer (CLBP), Porcelain Bond Activator (PBA) e Bistite II; (G3) 2 blocos cimentados com Tokuso Ceramic Primer, Panavia F; (G4) 2 blocos cimentados com K-Etchant Gel, CLBP, PBA, Panavia F. Cada grupo foi subdividido em três subgrupos nos quais variou-se o modo de ativação: (1) sem fotoativação; (2) ativação por 20 segundos em uma só direção (recomendação do fabricante); (3) ativação por 20 segundos em seis diferentes direções. Os grupos foram submetidos a diferentes tempos de armazenagem. 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.⁴² avaliaram a durabilidade da resistência de 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 15s; 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: 7- Polimento; 8- Jateamento com óxido de

alumínio (50 µm); 9- Condicionamento com ácido fluorídrico a 10%; 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, termociclagem (3000x, 5°C-55°C) e armazenagem 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 termociclagem; 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 ácido fluorídrico na superfície cerâmica.

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.⁸⁴. Constituíram-se seis grupos: 1- Sem tratamento, 2- Acabamento e polimento da superfície com borrachas abrasivas e pasta diamantada, com posterior limpeza em ultrassom, 3- Aplicação do ácido fluorídrico a 16,8% durante cinco segundos, 4- Aplicação do ácido fluorídrico a 16,8% a trinta segundos, 5- Aplicação do ácido fosfórico a 40% por cinco segundos, 6- Aplicação do ácido fosfórico a 40% por trinta segundos. Posteriormente, foi realizada a cimentação com o sistema adesivo, cimento resinoso e com e sem o uso de silano. O teste mecânico utilizado neste estudo foi o de micro cisalhamento. Os autores concluíram que o uso do silano aumentou a resistência adesiva entre a cerâmica e o cimento.

Com o propósito de avaliar a resistência entre uma cerâmica feldspática e quatro diferentes cimentos resinosos, Stewart et al.⁹⁰ 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 Al₂O₃ de 50 µm por 3 s; Gr3- Aplicação do silano de cada fabricante do cimento; Gr4- Gr2 + Gr3; Gr5- Ácido fluorídrico 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 foi testado e as outras dez, 6 meses depois. O condicionamento com ácido fluorídrico 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 ácido fluorídrico associado ao silano foi o tratamento de superfície mais efetivo.

Blatz et al.⁷ 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 feldspáticas dependem de uma forte união micro mecânica 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 ácido fluorídrico (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 110µm 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.

Spohr et al.⁸⁸ avaliaram 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 ácido fluorídrico; 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 autores concluíram que a aplicação do silano promoveu maiores valores de resistência de união; os tratamentos de superfície mais efetivos foram o condicionamento com ácido fluorídrico, com aplicação do silano (25,6 MPa) e sem o silano (16,4 MPa), sendo, portanto, o tratamento mais efetivo o condicionamento com ácido fluorídrico associado ao silano.

Helvatjoglu-Antoniades et al.⁴¹ estudaram o efeito da termociclagem 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 ciclagem térmica (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 termociclagem, 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 termociclagem. O resultado do estudo demonstrou que a termociclagem reduz significativamente a resistência de união em todos os sistemas adesivos utilizados.

Matinlinna et al.⁵⁴ 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, ajustado 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: a) adesão, interpenetração e teorias rígida e macia; b) 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.

Meyer Filho et al.⁵⁶ avaliaram o efeito de diferentes tratamentos de superfície na união entre uma cerâmica e uma resina, através do 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 ácido fluorídrico a 9,5% por 20 segundos e silano (AFL + S); Grupo 2: Silano por 3 minutos (S); Grupo 3: AFL a 9,5% por 20 segundos (AFL); Grupo 4: Sem tratamento (Controle). Foi aplicado o Scotchbond Multi-Purpose Plus Adhesive 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) foram se romperam durante o corte e, por isso, 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.

Nakamura et al.⁶⁰ avaliaram 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, 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 armazenado por 24 h e a outra metade foi submetida à termociclagem (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 termociclagem 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 termociclagem apresentaram falhas adesivas, assim como todos os espécimes após a termociclagem, 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 as composições e da combinação entre o silano e o cimento resinoso.

Nogami et al.⁶² avaliaram 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 termociclagem (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 do 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 termociclagem, 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*.

Leite⁴⁹ se propôs em seu trabalho a estudar o efeito da limpeza em aparelho sônico do precipitado do ácido fluorídrico sobre a resistência de união entre uma cerâmica feldspática e um cimento resinoso. Foram confeccionados os blocos da cerâmica VM7 VITA e duplicados em resina composta. Os blocos cerâmicos foram condicionados com ácido fluorídrico 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 ácido fluorídrico proporcionou valores maiores de resistência adesiva.

Passos⁷⁰ avaliou 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 eram: (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 micro particulada (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.

2.3 Ensaios de resistência de união.

Para avaliar a distribuição de forças na interface resina composta-adesivo-cimento, Van Noort et al.¹⁰⁰ compararam o ensaio de tração e

cisalhamento utilizando a análise de elementos finitos. Foram confeccionados corpos de prova de resina composta medindo 6 X 6mm que foram aderidos a superfície plana de dentina e assim, acoplado a um programa de computador. Uma distribuição não uniforme das forças na interface foi observada, e esta foi modificada de acordo com a geometria dos testes. As diferenças nos resultados foram justificadas pelo autor pela variabilidade encontrada principalmente no teste de cisalhamento, tais como modo de aplicação de força, módulo de elasticidade da resina composta e excesso de adesivo. Portanto o estudo concluiu que uma comparação entre os ensaios de tração e cisalhamento torna-se difícil devido a ausência na padronização nos testes.

A proposta do estudo de Fowler et al.³⁴ foi avaliar três variáveis envolvidas em este de adesão: o tipo de teste; o desenho do dispositivo utilizado para realização do teste e o tipo de substrato (dente bovino ou humano). Três diferentes dispositivos foram utilizados para os testes mecânicos, dois para o teste de tração e um para o teste de cisalhamento. Os dentes utilizados no estudo foi incisivos centrais superiores bovinos e molares humanos. Foram utilizados três sistemas adesivos: Scotchbond 2, Ketac-fil e Vitrebond. Concluíram que o desenho do dispositivo utilizado para os testes influenciou nos resultados obtidos. Não teve diferença estatisticamente significativa entre os testes de tração e cisalhamento. No entanto, o teste de cisalhamento produziu mais falha adesiva, sendo então considerado pelos autores como o ensaio mecânico mais indicado para estudar adesão.

Oilo⁶³ através de uma revisão da literatura, concluiu que o principal fator que interfere nos resultados do teste de tração é o alinhamento das partes durante a colagem e na hora do teste, e que o teste de ruptura de cisalhamento, pode, com facilidade, transformar-se em teste de dobramento, fornecendo dessa forma valores alterados.

Uma avaliação da relação existente entre a área de superfície de união e a resistência adesiva à tração entre dentina/resina composta foi

realizado por Sano et al.⁸². Para o estudo foram utilizados vinte terceiros molares humanos recém extraídos, que tiveram seu esmalte removido, promovendo a exposição da dentina, esta foi recoberta pelo sistema adesivo (Clearfil Liner Bond 2 e Scotchbond MP) e posteriormente aplicada a resina composta ou com cimento de ionômero de vidro com 3 a 5 mm de altura. Os 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 cianoacrilato 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 2,31mm² apresentaram, através de (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.

Della Bona & Van Noort²² realizaram um trabalho para testar a hipótese de que o teste de cisalhamento é impróprio e inadequado para testar a adesão *in vitro* da resina composta à materiais cerâmicos, uma vez que, o sítio de fratura normalmente encontrado, ocorre na base da

cerâmica dos espécimes e não na interface adesiva. Os autores conduziram o estudo em duas etapas: uma para avaliar a resistência ao cisalhamento e a distribuição das forças pela análise do elemento finito, 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 – cilíndrico único de resina composta (sem interface). O teste de cisalhamento e análise de elemento finito (FEA) foi realizado a fim de verificar a distribuição de tensões na interface. 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 na cerâmica 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 homogênea, desenvolvendo tensões máximas próximo do ponto de aplicação de carga. Para o teste de tração, quarenta hastas cilíndricas cerâmicas foram confeccionadas, sendo os espécimes divididos em dois grupos, em um deles a superfície exposta da cerâmica foi condicionada com ácido fluorídrico a 9,6% durante dois minutos e no outro, ácido fluorídrico a 4%, com flúor, seguindo-se a aplicação do silano, adesivo e uma camada de resina composta, unindo duas hastas. Dessa forma, foram obtidos dez cp em cada grupo. Neste teste, não houve diferença em realizar o tratamento cerâmico com ácido fluorídrico a 9,6% (13,46 MPa) ou com o ácido fluorídrico 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 o mais apropriado para avaliar a capacidade de união das resinas às cerâmicas.

Em um a revisão Pashley et al.⁶⁷ estudou os tipos de testes de resistência adesiva em dentina, considerando que muitos deles apresentam falhas coesivas nessa estrutura. Foi enfatizado que a microestrutura dos substratos a serem estudados em adesão pode ser variável de região para região e destacam o ensaio de microtração como uma possível solução para os ensaios de resistência adesiva, pois, segundo os autores, este ensaio possibilita avaliar a adesão sob situações clinicamente relevantes. São citadas vantagens e desvantagens do teste de microtração em relação a outros ensaios mecânicos: vantagens - mais falhas adesivas e menos falhas coesivas, uma maior força de adesão na interface pode ser mensurada, permite a mensuração de forças adesivas regionais, as médias e variáveis podem ser calculadas em um só dente, permite teste de resistência adesiva em superfícies irregulares, permite os testes de resistência adesiva em áreas muito pequenas, facilita a análise das falhas adesivas no MEV; desvantagens - dificuldade em preparar os corpos de prova, dificuldade de medir tensões menores que 5MPa e necessidade de equipamento especializado.

Al-Salehi & Burke² fizeram uma revisão da literatura comparando cinquenta trabalhos, escolhidos aleatoriamente. Era exigido que os trabalhos apresentassem pelo menos cinco das variáveis descritas a seguir: se eram ensaio de tração e cisalhamento, se usaram ou não a termociclagem, se especificavam ou não o tipo de dente utilizado, se especificavam ou não o tempo médio de estocagem, se preparavam ou não a superfície dentinária, se especificavam a velocidade de aplicação da força, se descreviam o tipo de dentina utilizada, se a espessura do adesivo foi considerada ou não, se as dimensões da área adesiva eram ou não determinadas, se o tempo entre a aplicação do adesivo e o ensaio era especificado ou não, se especificavam a profundidade da dentina, se a superfície de adesão era seca ou úmida, que tipo de máquina de ensaio era utilizada. Os autores concluíram que houve pouca padronização dos

ensaios nos trabalhos estudados e que frequentemente muitas variáveis não eram consideradas.

Shono et al.⁸⁵ através do ensaio de microtração estudaram a adesividade do Clearfil Liner Bond 2 e do Scotchbond Multi-purpose Plus à esmalte de terceiros humanos a fim de correlacionar a resistência a tração a área da superfície adesiva das amostras. Foram obtidos os cp a partir da secção nos eixos X e Y 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. Quanto menor a área adesiva maior o numero de falhas adesivas, no entanto, quando a área adesiva for menor que $0,5 \text{ mm}^2$ as falhas foram predominantemente coesivas na resina composta. Devido a uma 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 para se obter resultados mais confiáveis.

Cardoso et al.¹³ fizeram um estudo comparativo entre resistência adesiva nos ensaios de tração, cisalhamento e microtração, utilizando como substrato dentina humana e três sistemas adesivos (Single Bond, Etch & Prime e Scotchbond MP Plus). As médias dos valores de resistência adesiva encontrados 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.

O comportamento dos espécimes em forma de ampulheta foi estudado por Bianchi⁶ considerando as seguintes variáveis: espessura do espécime, formato e largura do pescoço, modo de prensão do espécime na garra tracionadora. Matrizes de resina foram utilizadas para confeccionar os espécimes com cinco diferentes espessuras, dois tipos de pescoço (agudo ou arredondado), duas espessuras de pescoço e dois modos de prensão na garra tracionadora (fixado por um ou dois lados do espécime). O autor desenvolveu uma garra específica para a prensão dos espécimes, utilizando como base um paquímetro, em que a vareta de extremidade foi removida do trilho e perfurada nas duas extremidades, sendo que uma foi fixada ao cursor do paquímetro e a outra à parte móvel do dispositivo de tração da máquina de ensaio. Foi conclusão desse estudo: prensão bilateral é a mais estável, não diferindo estatisticamente para áreas menores que 1mm^2 ; o aumento da espessura dos espécimes diminui os valores de resistência; a prensão do espécime por um só lado tende a produzir resistências menores, que poderão acentuar-se com o aumento da espessura do mesmo e tornarem-se não significativas em espessuras menores que 1 mm; o esmalte agudo forneceu resistências menores, especialmente em espessuras menores que 4mm; larguras maiores de pescoço resultam em resistências menores exceto nas áreas menores que 1mm^2 ; geometria assimétrica diminui os valores de resistência adesiva; o ideal seria que todos os espécimes tivessem áreas adesivas com desenhos semelhantes e menores que 1mm^2 .

Uma revisão sobre os diferentes fatores que estão relacionados com o teste de microtração foi realizada por Pashley et al.⁶⁸. Consideram

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, o teste de microtração provê melhor diferenciação das resistências de união dos grupos. Os autores afirmaram que apesar dessa metodologia ser mais trabalhosa do que a dos testes convencionais, é de grande potencial em prover discernimento sobre a força adesiva de materiais restauradores utilizados na Odontologia Restauradora.

Sudsangiam e Van Noort⁹¹ fizeram uma comparação entre testes mecânicos de resistência adesiva cisalhamento e microtração. 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, onde 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.

Andreatta Filho et al.⁴ pesquisaram a necessidade de padronizar o preparo dos espécimes para vários tipos de ensaios mecânicos: tração, análise de justeza de adaptação e testes de resistência de união. Para isso, os autores propuseram a elaboração e construção de um torno mecânico que permitiu a padronização desses preparos com precisão milimétrica. Esse torno permite que se façam preparos padronizados dos espécimes.

Chen et al.¹⁸ realizou um estudo comparativo entre o ensaio de tração e microtração, avaliando a resistência de união entre resina-dentina e também observando o modo de falha. 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 adesiva foram significativamente maiores para o ensaio de microtração nos dois sistemas adesivos estudados. Os resultados sugerem que o teste de microtração pode potencialmente provê aspectos mais reais da união resina-dentina que o de tração convencional.

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 foi realizado por Della Bona et al.²⁵. As cerâmicas utilizadas no estudo foi a IPS Empress-E1 e a IPS Empress2-E2. Em três blocos de cada cerâmica foram realizados os seguintes tratamentos de superfície: (1) Ácido fluorídrico (AFL) a 9,5% por 2 min; (2) Flúor fosfato acidulado (FFA) a 4% por 2 min; (3) Silano (S); (4) AFL + S; (5) FFA + S. Um adesivo (Scotchbond Multi-Purpose Plus) 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 E1AFS 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 E1AF, E1AFS e E2AFS; o Modo 5 foi o tipo de falha dominante para os espécimes dos Grupos E1S e E2AF; 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 microestrutural 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 e modo de falha; e a análise fractográfica fornece informação importante que conduz aos limites clínicos de desempenho.

El Zohairy et al.³⁰ avaliaram 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. O ensaio utilizado foi o teste de microtração. Foram confeccionados doze blocos de Cerec Vitablocs Mark II e doze blocos da resina 3M Paradigm MZ100, que foram divididos de acordo com

o tratamento de superfície: G1- Sem tratamento (controle); G2- Aplicação do adesivo (Ad); G3- Condicionamento com ácido fluorídrico a 8% por 2 min e silanização (AFL + S) e G4- 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 se avaliou 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 realizada a Microscopia Eletrônica de Varredura. 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 ácido fluorídrico, silano e adesivo foi o que apresentou maior resistência adesiva quando comparado com os outros tratamentos testados.

Goracci et al.³⁹ avaliaram o efeito na resistência de união de diferentes substratos, forma e espessura das amostras utilizadas para o ensaio de microtração. Foram utilizados 64 molares humanos recém-extraídos que 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.

A influência da durabilidade de união e da velocidade do corte durante a preparação dos cp para o ensaio de microtração foi estudada por Reis et al.⁷⁶, a fim de verificar a resistência adesiva entre um adesivo e a dentina. Foram utilizados trinta e seis terceiros molares em que a superfície dentinária foi exposta. Os espécimes foram armazenados por 10 min, 24 h ou uma 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 uma 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 pode afetar a resistência de união e, portanto, essas variáveis podem ser controladas no teste de microtração.

No estudo de Dündar et al.²⁷ foi realizada uma comparação entre o ensaio de microtração e o de cisalhamento, avaliando o modo de falha

microscopicamente. Foram utilizados quatro sistemas cerâmicos. Para o teste de cisalhamento os cp possuíam 5 mm de diâmetro e 3 mm de altura, e para o teste de microtração os espécimes 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 falha predominantemente coesiva 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.¹⁰⁴ avaliaram a influência da velocidade do ensaio de microtração nos valores de resistência adesiva, comparando dois sistemas adesivos: Clearfil SE Bond e o Single Bond. Estes foram combinados com a resina composta Clearfil AP-X. Os substratos utilizados foram dentes bovinos. Foi aplicado o *primer* para os dentes onde se utilizou o Clearfil SE Bond e ácido fosfórico a 35% para os dentes em que o Single Bond seria aplicado. A resina composta foi aplicada em três camadas e fotoativadas, obtendo-se altura de 6 mm. Foram realizados cortes nos eixos x e y e obtidos os espécimes com área de aproximadamente 1 mm² que foram submetidos ao teste de 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 os sistemas adesivos. Diante dos resultados, não houve diferença

significante 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.

Passos et al.⁶⁹ avaliou o efeito do tratamento de superfície e da termociclagem na força de união entre uma resina indireta e uma resina composta direta para reparo intra-oral. Foram confeccionados dezoito blocos do material restaurador indireto Sinfony (3M- ESPE), conforme as recomendações do fabricante, com dimensões de 5 x 5 x 5mm. Os blocos foram divididos aleatoriamente em dois grupos: G1) condicionamento com ácido fluorídrico a 9,6% (Dentsply) por 90 segundos + silano (Porcelain Primer – Bisco); G2) Sistema Cojet: jateamento com partículas especiais de sílica 30 μ m + silano (ESPE-Sil). Em seguida foi realizado o reparo com a resina composta direta W3D Master (WILCOS do Brasil) sobre a superfície dos blocos do material restaurador indireto já condicionado. Após a armazenagem (água destilada / 7 dias / 37°C), cada bloco reparado foi seccionado nos eixos X e Y, obtendo-se aproximadamente dez corpos-de-prova (cp) (área adesiva de 0,8 \pm 0,2 mm²) por bloco. Metade dos cp de cada bloco foi submetido à ciclagem térmica (6000 ciclos; 5 °C / 55°C) e outra metade permaneceu armazenado até a execução do ensaio de tração. Em seguida, cada cp foi fixado em um paquímetro adaptado e o ensaio de tração foi realizado em uma máquina de ensaio universal (EMIC) (v= 1 mm/min⁻¹; célula de carga de 10 kgf). As médias dos valores de resistência adesiva dos cp de cada bloco foram obtidas (n=10) e submetidas à Análise de Variância 1-fator cujos resultados indicaram que a condição Cojet / Sem Termociclagem (46,17 \pm 9,95MPa) é mais resistente que as demais condições: ácido / sem (35,06 \pm 6,06MPa), Cojet / com (33,48 \pm 8,00MPa) e ácido / com (32,59 \pm 6,87MPa) .

3 PROPOSIÇÃO

Os objetivos deste estudo são:

- Avaliar o efeito de adesivos com diferentes pHs (1,7 / 3,4 / 5,6) e de cimentos resinosos (fotoativado, quimicamente ativado e dual) na durabilidade da resistência adesiva a uma cerâmica feldspática.
- As hipóteses desse trabalho são: (1) quanto mais baixo o pH do adesivo mais baixa seria a resistência adesiva, especialmente quando o cimento resinoso quimicamente ativado for utilizado; (2) a armazenagem - ciclagem térmica reduziria a resistência adesiva.

4 MATERIAL E MÉTODO

4.1 Material

Os materiais utilizados para a realização dos experimentos estão descritos no Quadro 1.

4.2 Métodos

4.2.1 Obtenção dos blocos cerâmicos

Foram confeccionados 90 blocos cerâmicos de Vita VM7 (LOT: 7404). Inicialmente, foi usinado um bloco em acetato com dimensões de 8mm x 8mm x 6mm, com o objetivo de se obter blocos cerâmicos com tamanhos semelhantes para todos os grupos (Figura 1).

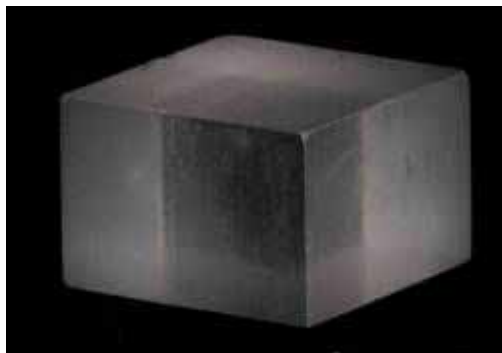


FIGURA 1- Padrão de resina acrílica.

Quadro 1- Material, nome comercial, fabricante, abreviatura, composição dos materiais e pH dos adesivos utilizados para a confecção dos cp.

	Materiais	Abreviatura	Composição	pH
Material cerâmico	VITA VM7 (Vita Zahnfabrik, Bad Sachingen, Alemanha)	VM7	Si: 19,6%; Al: 4,9%; K: 4,0%; Na: 2,4%; Ca: 0,7%; C: 25,7% e O: 42,2%	-----
Ácido fluorídrico	Ácido fluorídrico 10% (Dentsply, Petrópolis, RJ, Brasil)	AFL	Ácido fluorídrico, água, espessante e corante	-----
Silano	Porcelain Primer (Bisco, Schaumburg, IL, USA)	SIL	γ - metacriloxipropiltrimeto xi-silano hidrolisado	-----
Sistema adesivo	Scotchbond Multi- Purpose Plus Adhesive (3M ESPE, Seefeld, Alemanha)	SBMP	HEMA, BisGMA	5,6 ± 0,49 ¹
	Single Bond (3M ESPE, Seefeld, Alemanha)	SB	<i>Bis-GMA, ethyl alcohol, HEMA UDMA, água, glycerol 1,3 dymethacrilato,</i> copolímero de acrílico e ácido itacônico	3,4 ± 0,47 ¹
	Prime&Bond NT (Denstply, Konstanz, Alemanha)	PBNT	<i>Di-trimethacrylate resin, PENTA, functionalized amorphous sílica photo initiators, stabilizers, cetylamine hydrofluoride, acetone</i>	1,7 ± 0,2 ¹
Cimento resinoso	Variolink base (Ivoclar Vivadent, Schaan, Leichtenstein)	Foto	Bis-GMA/ UDMA/TEGDMA/DMA/ barium sulfate/Ba-Al- Fluoro-Si-glass/sílica cont. com-posite resin	-----
	Variolink base+catalizador (Ivoclar Vivadent, Schaan, Leichtenstein)	Dual	Bis-GMA/ UDMA/TEGDMA/DMA/ barium sulfate/Ba-Al- Fluoro-Si-glass/sílica cont. com-posite resin	-----
	C&B (Bisco, Schaumburg, IL, USA)	Quim	Vidro de Bário + sílica	-----

¹ Dong et al.²⁶.

O padrão de resina acrílica foi moldado com a massa densa de silicone (polivinilssiloxano) polimerizada por reação de adição (Elite HD, Zhermach, Badia Polesine, Itália, LOT: 18443) (Figuras 2a-c).

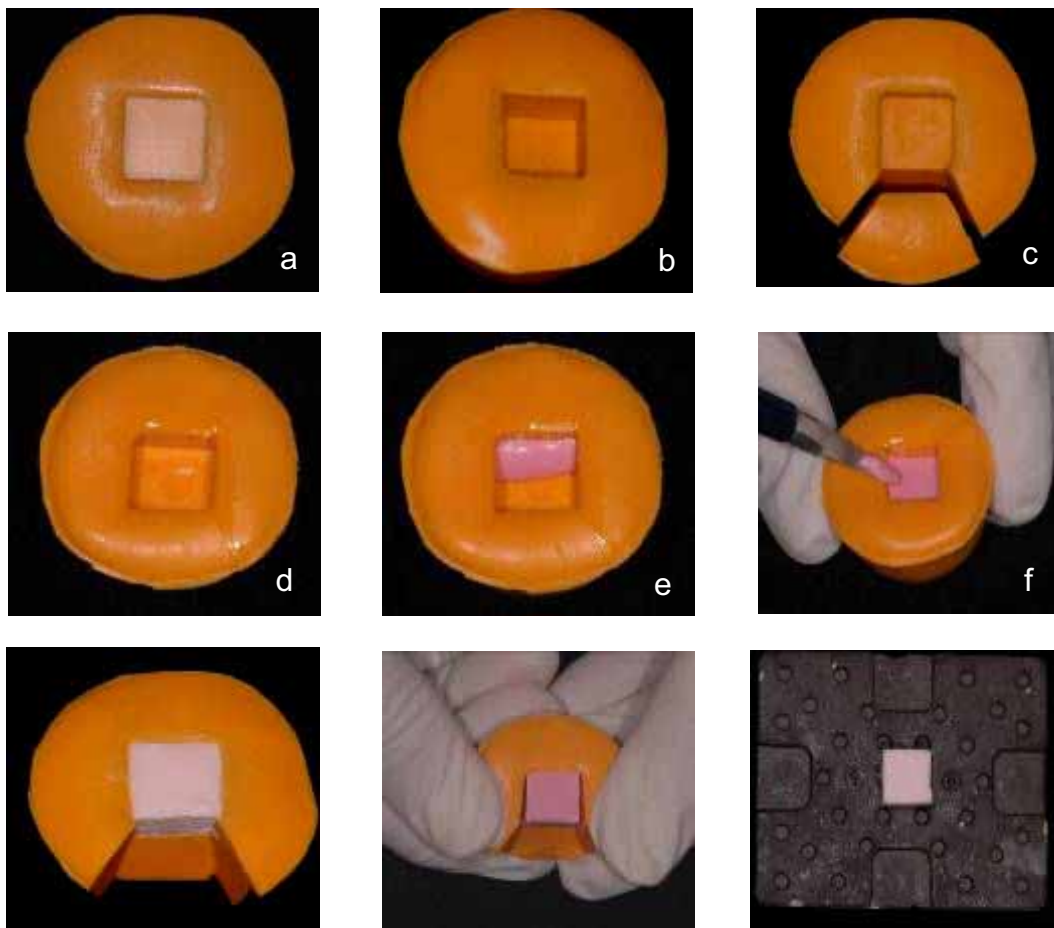


FIGURA 2- Seqüência de confecção dos blocos cerâmicos: a) moldagem do padrão; b) molde; c) secção do molde; d) molde isolado com óleo mineral, e,f,g) inserção e condensação da massa; h) remoção do bloco cerâmico; i) bloco cerâmico antes da cocção.

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 3) 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 3- Blocos cerâmicos no forno antes da sinterização.

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

4.2.2 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. 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 identificados entre si (Figura 4a, b). 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.

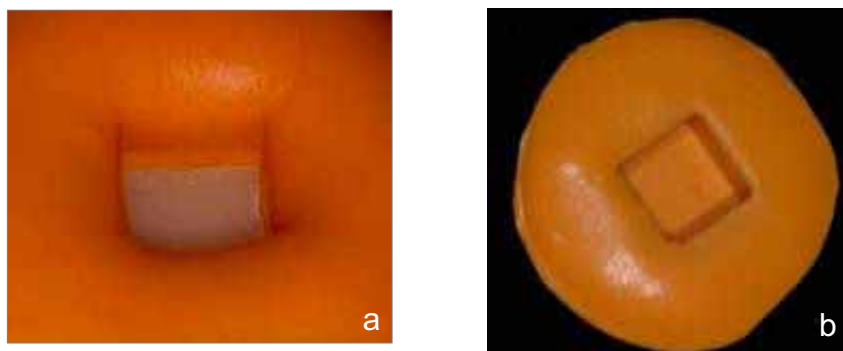


FIGURA 4- a) Moldagem do bloco cerâmico; b) Molde do bloco cerâmico.

4.2.3 Condicionamento da superfície cerâmica

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



FIGURA 5- Blocos cerâmicos no aparelho sônico.

Então a superfície de cimentação de cada bloco foi condicionada com AFL (LOT: 262710) por 20 segundos (Figura 6), em seguida os blocos foram lavados com jatos ar-água por 60 s e secos com jato de ar por 30 s. Foi realizada a neutralização através da imersão dos blocos cerâmicos em solução supersaturada de bicarbonato de sódio (ADV TAYUYNA, Brasil), por 40 segundos – o dobro do tempo do condicionamento ácido⁴⁹. 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.

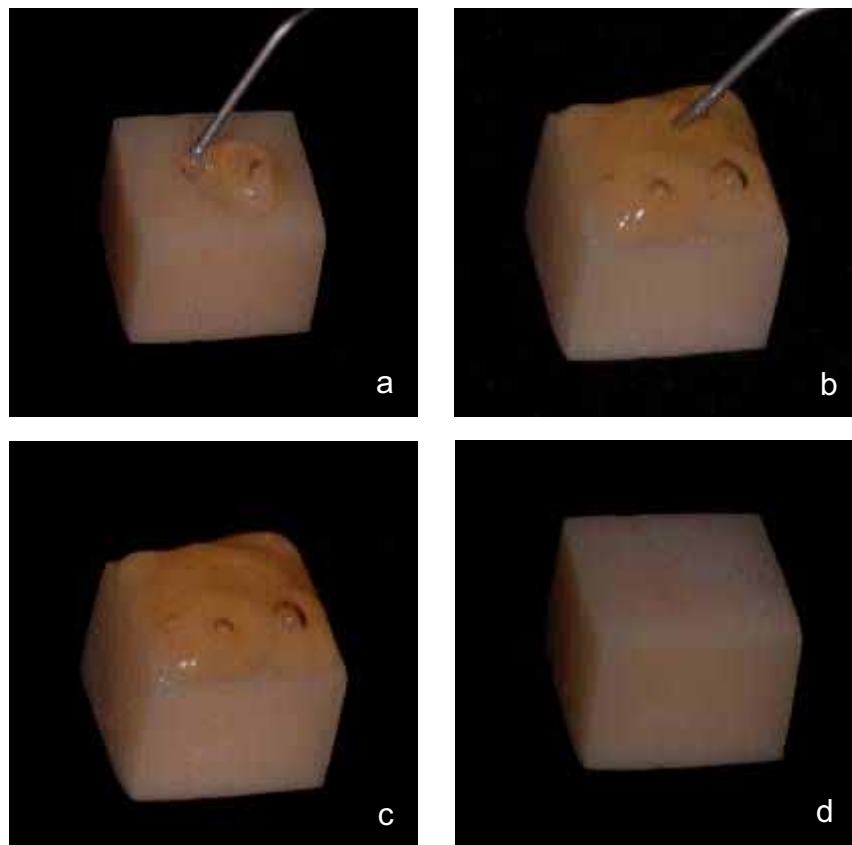


FIGURA 6- Condicionamento da superfície cerâmicas: a,b,c) aplicação do ácido fluorídrico 10%; d) superfície cerâmica condicionada.



FIGURA 7- Aplicação do silano.

4.2.4 Aplicação do adesivo

Os 90 blocos foram divididos em 3 grupos (N=30), conforme o tipo de adesivo aplicado na superfície condicionada (Quadro 2): **SBMP**: Scotchbond Multi-Purpose Plus Adhesive; **SB**: Single Bond; **PBNT**: Prime&Bond NT.

Uma camada do adesivo foi aplicada sobre a superfície cerâmica, de acordo com as recomendações do fabricante com um microbrush (Figura 8). Após, um suave jato de ar foi aplicado sobre a superfície por 5 segundos a uma distancia de 10 cm. Posteriormente o adesivo foi fotopolimerizado (XL 3000 - 3M/ESPE, St. Paul, USA; light output: 500 mW/ccom um sm^2) por 20 segundos. Esse procedimento foi realizado para todos os adesivos

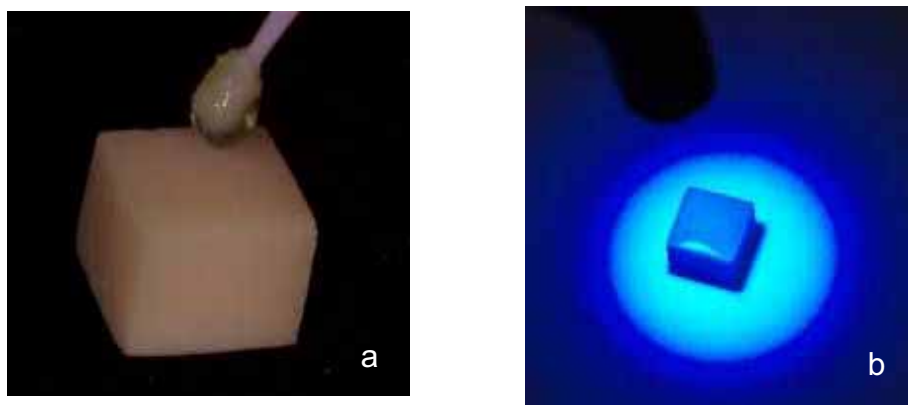


FIGURA 8- a) aplicação do adesivo; b) fotopolimerização.

4.2.5 Aplicação do cimento resinoso

Os 30 blocos de cada adesivo foram subdivididos em 3 sub-grupos (N=10), considerando o tipo de polimerização do cimento resinoso (foto, dual, químico) (Quadro 2).

Cada bloco cerâmico foi colocado no seu respectivo molde de silicone. As pastas base e catalisadora dos cimentos resinosos dual e químico foram respectivamente proporcionadas sobre uma placa de vidro em quantidades iguais e depois manipuladas, conforme as recomendações dos seus fabricantes. A mistura foi injetada dentro do molde sobre a superfície cerâmica tratada, utilizando uma seringa tipo Centrix^{65,66,10} (Figura 9a). O cimento resinoso foto (Variolink base) foi aplicado do mesmo modo. Ambos os cimentos foto e dual foram polimerizados, ainda dentro do molde, por 40 segundos, pela superfície superior exposta, utilizando uma unidade foto-ativadora (XL 3000 - 3M/ESPE, St. Paul, USA; 500 mW/cm²) (Figura 9b).

O conjunto bloco cerâmico – cimento resinoso foi removido do molde após 10 min, após a presa química do cimento. Nos blocos onde foram utilizados o cimento resinoso foto e dual foram novamente polimerizados, depois de retirados do molde, nas 5 faces (superior e laterais), por 40 s cada lado³³. Os espécimes foram lavados com água e armazenados em solução salina (água destilada) a 37°C durante 24 h (Figura 9c e d).

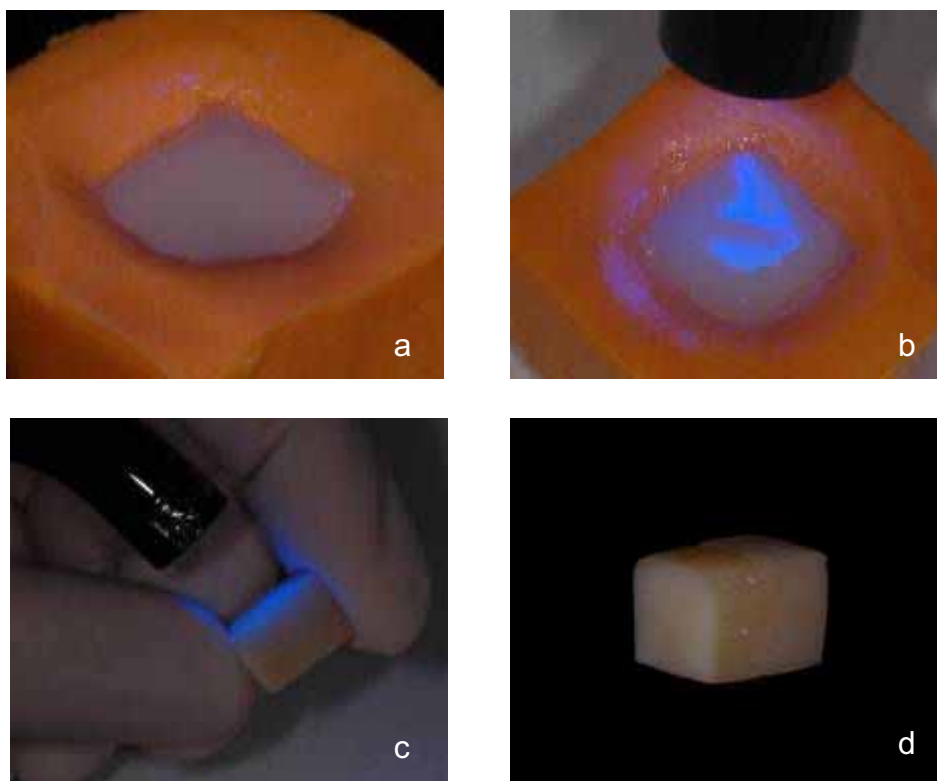


FIGURA 9- Seqüência de confecção do conjunto cerâmica - cimento resinoso: a) cimento resinoso sobre a superfície cerâmica; b) fotopolimerização da superfície exposta do cimento; c) fotopolimerização das faces do conjunto cerâmica - cimento resinoso; d) conjunto cerâmica - cimento resinoso.

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

Os cortes foram executados com disco diamantado 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 modificado⁵, com calibragem dos eixos x e y, com possibilidade de corte em ambas as direções.

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. 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^{46,101}.

Em seguida, foram obtidas quatro secções de $0,8 \pm 0,1$ mm de espessura (Figura 10 a). Cada fatia foi girada em 90° e novamente fixada na base metálica. A primeira secção foi eliminada (0,5mm) pela mesma razão já descrita. Outras quatro secções foram feitas, também com $0,8 \pm 0,1$ mm de espessura (Figura 10 b). Este mesmo processo foi seguido nas outras três fatias. Deste modo, somente os cp centrais foram empregados.

Os cp apresentaram as seguintes características: I) barras em forma retangular com a interface não-usinada (*non-trimmed*); II) interface adesiva mais quadrangular possível (simétrica: $\pm 0,8$ mm X $\pm 0,8$ mm) com área de aproximadamente $0,6$ mm², III) comprimento de aproximadamente 8 mm^{72,86,23,18,97,8,98,3,55,99,74}.

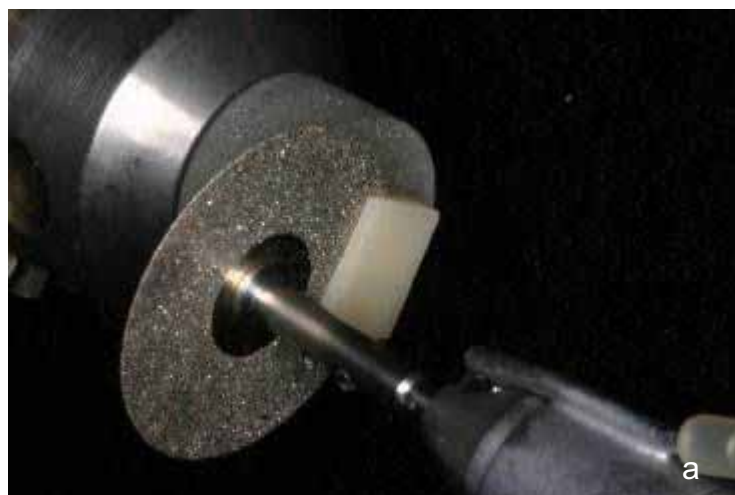




FIGURA 10- Seqüência da preparação dos cp para o ensaio de microtração: a) corte do conjunto bloco cerâmico - cimento resinoso; b) corte da fatia para obtenção das microamostras.

4.2.7 Ciclagem térmica e armazenagem

Os cp obtidos de cada bloco foram divididos aleatoriamente em 2 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 150 dias de armazenagem.

Quadro 2- Grupos experimentais conforme os fatores do estudo (pH [3 níveis], cimento resinoso [3 níveis] e termociclagem [2 níveis]).

pH do adesivo	Cimento resinoso	Condição de armazenagem	Grupos
	químico	Seco	Gr1

1,7 (PBNT)	dual	Seco	Gr2
	foto	Seco	Gr3
3,4 (SB)	químico	Seco	Gr4
	dual	Seco	Gr5
	foto	Seco	Gr6
5,6 (SBMP)	químico	Seco	Gr7
	dual	Seco	Gr8
	foto	Seco	Gr9
1,7 (PBNT)	químico	TC	Gr10
	dual	TC	Gr11
	foto	TC	Gr12
3,4 (SB)	químico	TC	Gr13
	dual	TC	Gr14
	foto	TC	Gr15
5,6 (SBMP)	químico	TC	Gr16
	dual	TC	Gr17
	foto	TC	Gr18

Considerando os fatores “adesivo com diferentes pH” em 3 níveis (pH=1,7; pH=3,4; pH= 5,6), “cimento resinoso com diferentes modos de polimerização” em 3 níveis (foto, dual e químico) e “condição de armazenagem dos cp” em 2 níveis (seco e TC) (esquema fatorial 3x3x2), 18 grupos foram constituídos (Quadro 2).

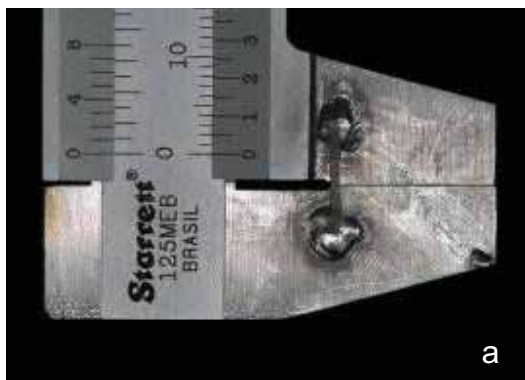
4.2.8 Ensaio de microtração

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. Os cp foram posicionados o mais paralelo possível ao longo eixo do dispositivo, a fim de minimizar as forças de torção na zona adesiva. Somente as extremidades do cp foram fixadas, permanecendo livre a zona adesiva. O dispositivo foi fixado na máquina de ensaio universal (EMIC DL-1000, São José dos Pinhais, Brasil; Processo Fapesp # 2001/13978-1), com melhor paralelismo possível em relação à aplicação da carga de tração. O ensaio foi realizado à velocidade de $1 \text{ mm} \cdot \text{min}^{-1}$ (Figura 12).



a



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

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

4.2.8 Análise estatística

Os dados de resistência adesiva foram submetidos à análise de variância 3-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). 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 (Mitutoyo, Japan) 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 1000x). 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).

Inicialmente, a região da fratura de cada cp foi analisada para se verificar se ocorreu na zona adesiva, que compreende 3 regiões distintas^{8,25,97}: 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 tipos²⁵: 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

A Tabela 1 apresenta os números e porcentagens dos corpos de prova perdidos durante o corte e durante a armazenagem/termociclagem. Nota-se um número alto de perdas no Gr 10 (adesivo Primer bond NT + cimento resinoso químico + termociclagem), que teve perdas durante o corte e também durante a armazenagem/termociclagem. O Gr1, que corresponde à mesma combinação de materiais (Primer bond NT + cimento resinoso químico) na condição seco, teve perdas durante o corte. Os corpos de prova perdidos foram considerados na análise estatística para auxiliar a avaliação comparativa dos materiais utilizados, evidenciando maior ou menor suscetibilidade a metodologia empregada. Foi atribuído para esses corpos de prova um valor de resistência de união de 2MPa, uma vez que cp com resistência de união inferior a 4MPa não são passíveis de serem detectados pelo ensaio de microtração^{68,75,76}.

Pela Análise de Variância 3-fatores (Tabela 2), constata-se que os resultados de resistência adesiva foram significativamente influenciados pelos fatores “adesivo” (P=0.0001) e “cimento resinoso” (P=0.0003). Pode-se observar que a interação Adesivo/Cimento Resinoso na condição Seca é a mesma que sob condição TC, no entanto, o fator adesivo e o fato cimento resinoso, independentes, tiveram diferença estatística significativa ($p < 0,05$).

A estatística descritiva (médias e desvio padrão) dos dados de resistência de união está apresentada na Tabela 3 e graficamente representada na figura 13 e 14.

Tabela 1 - Número (N) e porcentagem (%) de espécimes (sp) que sofreram falhas pré-teste (FPT) durante o corte e/ou armazenagem/termociclagem (TC) e o N total de sp submetidos ao teste de microtração (MTBs).

Grupos	N de sp	N e % de FPT durante corte	N e % de FPT espontânea durante TC	Total N e % de sp testados na MTBs
Gr1	35	3 (8,6)	0 (0)	32 (91,4)
Gr2	35	0 (0)	0 (0)	35 (100)
Gr3	35	0 (0)	0 (0)	35 (100)
Gr4	35	0 (0)	0 (0)	35 (100)
Gr5	35	0 (0)	0 (0)	35 (100)
Gr6	35	0 (0)	0 (0)	35 (100)
Gr7	35	0 (0)	0 (0)	35 (100)
Gr8	35	0 (0)	0 (0)	35 (100)
Gr9	35	0 (0)	0 (0)	35 (100)
Gr10	35	3 (8,6)	12 (34,3)	21 (60)
Gr11	35	0 (0)	0 (0)	35 (100)
Gr12	35	0 (0)	0 (0)	35 (100)
Gr13	35	0 (0)	3 (8,6)	35 (100)
Gr14	35	0 (0)	1 (2,8)	32 (91,4)
Gr15	35	0 (0)	0 (0)	34 (97,1)
Gr16	35	0 (0)	0 (0)	35 (100)
Gr17	35	0 (0)	6 (17,1)	29 (82,8)
Gr18	35	0 (0)	0 (0)	35 (100)

Tabela 2- Análise de Variância para os dados de resistência adesiva (MPa) obtidos.

Fonte de Variação	gl	SQ	QM	F	p
Adesivo	2	4377,7	2188,86	80,60	0,0001*
TC	1	0,1	0,09	0,00	0,9540
Cimento	2	441,3	220,64	8,12	0,0003*
Adesivo*TC	2	188,5	94,25	3,47	0,0317*
Adesivo*Cimento	4	1380,6	345,15	12,71	0,0001*
TC*Cimento	2	258,0	128,99	4,75	0,0090*
Adesivo*TC*Cimento	4	219,5	54,87	2,02	0,0901
Resíduo	612	16621,0	27,16		
Total	629				

*p<0,05

Pelo teste de Tukey ($p < 0,05$), observou-se que: (1) o adesivo SBMP apresentou maiores valores de resistência adesiva que os adesivos SB e PBNT, independente dos fatores cimento resinoso e TC; (2) considerando somente o fator cimento resinoso, independente dos demais fatores, o cimento foto apresentou resistência adesiva semelhante ao Dual e maior que o Químico; (3) na interação dos fatores, em geral, os valores médios de resistência adesiva do adesivo SBMP foram mais altos, enquanto a combinação adesivo Primer Bond NT + cimento resinoso quimicamente ativado, em ambas as condições de armazenagem obteve as menores médias.

Os resultados referentes à avaliação dos padrões de falha observados em microscopia óptica nos corpos de prova submetidos ao ensaio de microtração estão representados na Tabela 4.

Tabela 3 - Médias (\pm desvio padrão) dos dados de resistência adesiva (MPa), considerando os três fatores do estudo (adesivo, cimento, TC)

Condição de armazenagem	Adesivo	Cimento resinoso	Grupos	σ^*
Seca	1,7 (PBNT)	químico	Gr1	8,78 \pm 6,84 ^{gh}
		dual	Gr2	10,94 \pm 1,84 ^{efgh}
		foto	Gr3	11,69 \pm 2,41 ^{defg}
	3,4 (SB)	químico	Gr4	12,29 \pm 2,78 ^{defg}
		dual	Gr5	13,79 \pm 4,49 ^{defg}
		foto	Gr6	12,31 \pm 1,73 ^{defg}
	5,6 (SBMP)	químico	Gr7	18,53 \pm 4,92 ^{ab}
		dual	Gr8	15,44 \pm 3,07 ^{abcd}
		foto	Gr9	17,09 \pm 3,46 ^{abc}
TC	1,7 (PBNT)	químico	Gr10	6,85 \pm 5,89 ^h
		dual	Gr11	14,66 \pm 4,44 ^{abcde}
		foto	Gr12	13,54 \pm 6,46 ^{cdef}
	3,4 (SB)	químico	Gr13	9,27 \pm 2,22 ^{fgh}
		dual	Gr14	12,02 \pm 6,28 ^{defg}
		foto	Gr15	12,77 \pm 6,05 ^{cdefg}
	5,6 (SBMP)	químico	Gr16	18,32 \pm 6,53 ^{ab}
		dual	Gr17	14,32 \pm 1,56 ^{bcde}
		foto	Gr18	18,89 \pm 4,98 ^a

*Teste de Tukey ($\alpha=.05$)

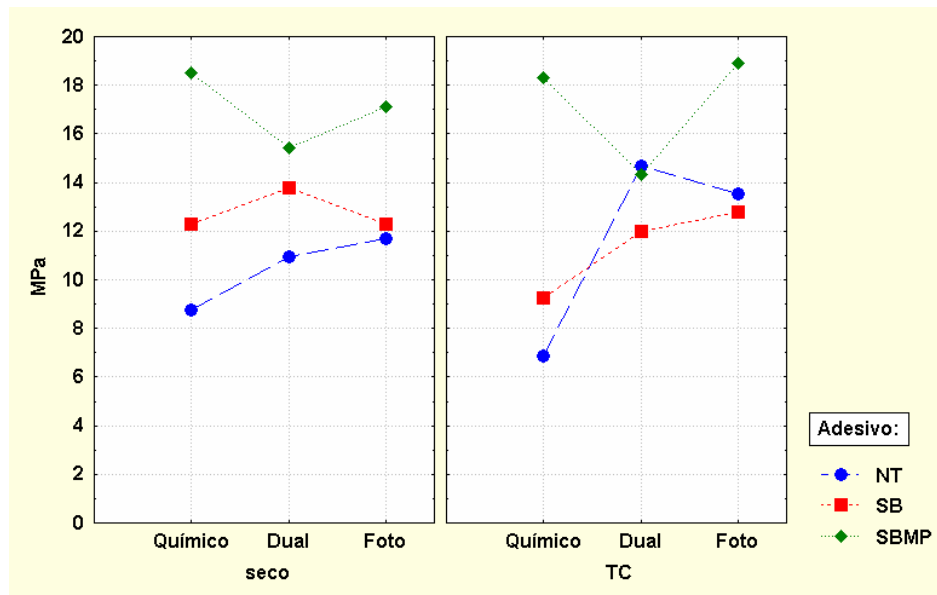


FIGURA 13- Gráfico das médias (MPa), considerando os 3 fatores do estudo (adesivo em 3 níveis, CR em 3 níveis, condição de armazenagem em 2 níveis).

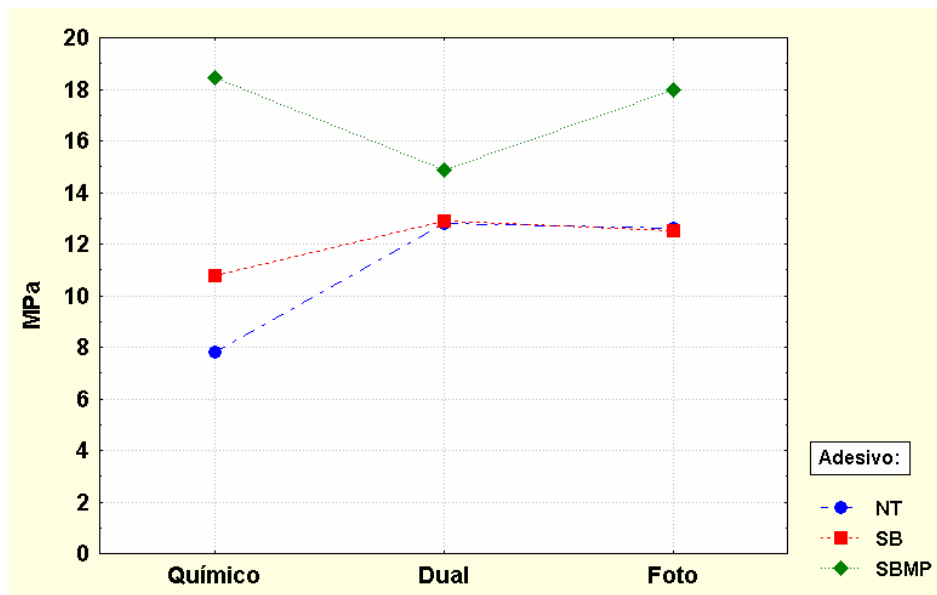


FIGURA 14- Gráfico das médias de resistência adesiva (MPa) para os fatores adesivo X CR, independente do fator TC.

Tabela 4 - Número de espécimes (sp) testados por grupo e incidência do modo de falha em % após teste de microtração.

Grupos	Total de sp testado e %	Tipo de Falha			
		Adesiva	Mista	Coesiva Cimento	Coesiva Cerâmica
Gr1	32 (100)	15(46,8)	17(53,2)	0 (0)	0(0)
Gr2	35 (100)	4(11,4)	30(85,7)	0 (0)	1(2,8)
Gr3	35 (100)	3(8,6)	31(88,6)	0 (0)	1(2,8)
Gr4	35 (100)	7(20)	26(74,3)	2 (5,7)	0 (0)
Gr5	35 (100)	3(8,6)	32(91,4)	0 (0)	0 (0)
Gr6	35 (100)	0(0)	35(100)	1(2,8)	0 (0)
Gr7	35 (100)	4(11,4)	30(85,7)	1 (2,8)	0 (0)
Gr8	35 (100)	0(0)	34(97,1)	0 (0)	1(2,8)
Gr9	35 (100)	0(0)	35(100)	0 (0)	0(0)
Gr10	21 (100)	12(57,1)	9(25,7)	0 (0)	0 (0)
Gr11	35 (100)	8(22,8)	27(77,1)	2 (5,7)	0 (0)
Gr12	35 (100)	7(20)	28(80)	0 (0)	0 (0)
Gr13	35 (100)	0(0)	35(100)	0 (0)	0 (0)
Gr14	32 (100)	5(15,6)	27(84,4)	0 (0)	0 (0)
Gr15	34 (100)	8(23,5)	14(41,1)	2 (5,8)	0 (0)
Gr16	35 (100)	6(17,1)	27(77,1)	0 (0)	2(5,7)
Gr17	29 (100)	0(0)	29(100)	0 (0)	0 (0)
Gr18	35 (100)	6(17,1)	28(80)	0 (0)	1(2,8)

De acordo com a análise das superfícies fraturadas dos cp testados, podemos observar que o modo de falha predominante foi do tipo mista. Os grupos Gr1 e Gr10 foram os que apresentaram uma maior quantidade de falhas adesivas, assim como as menores médias dos valores de resistência de união.

As micrografias que representam as amostras fraturadas (ampliação 75 e 1000x) estão apresentadas na Figura 15.

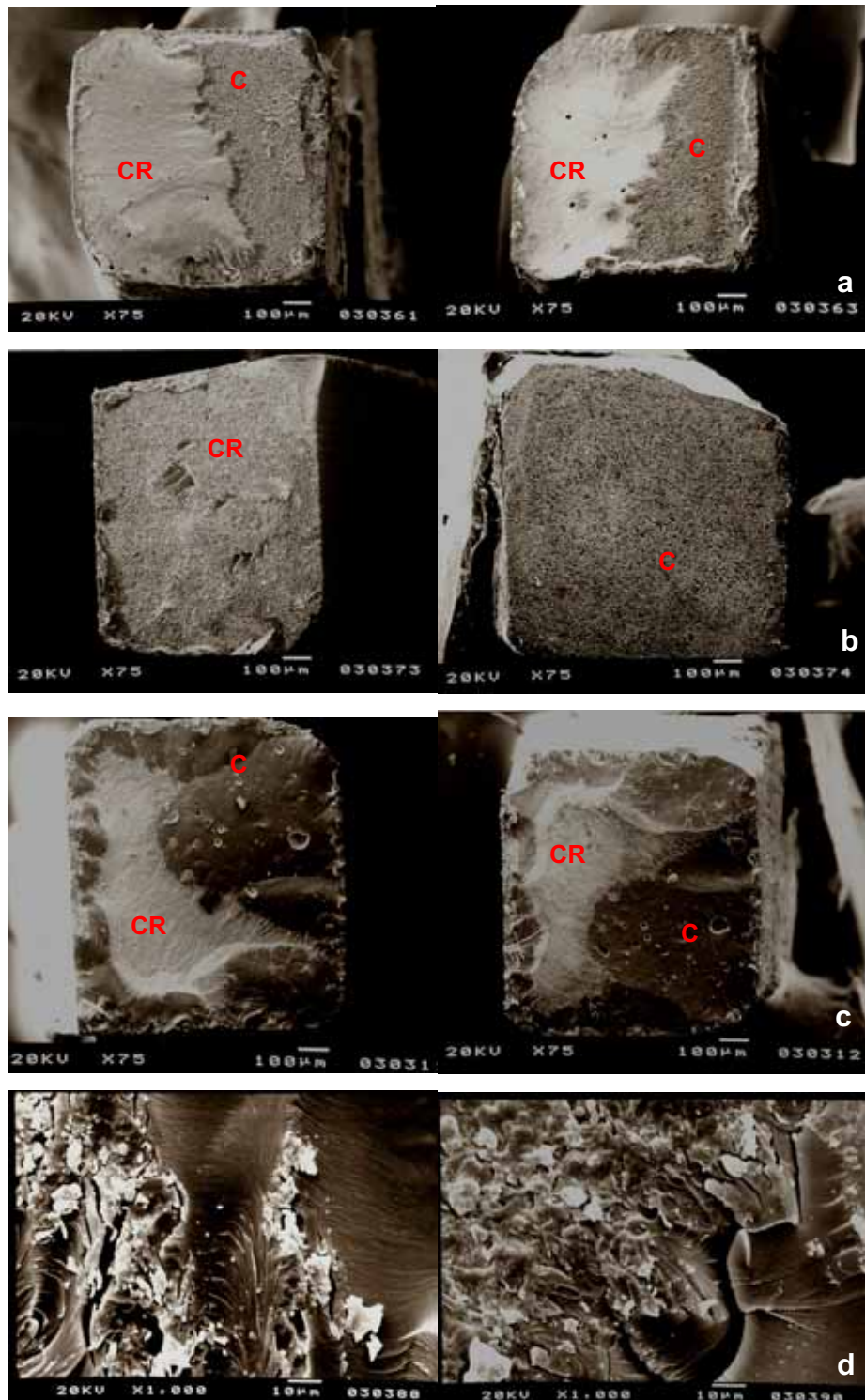


FIGURA 15- Micrografias representativas das fraturas do cp após o ensaio de microtração (MEV – 75x a,b,c) (MEV – 1000x d), onde C= cerâmica e CR = cimento resinoso.

6 DISCUSSÃO

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

O princípio básico dos testes laboratoriais de resistência adesiva, como tração e cisalhamento, consistem na aplicação de uma carga em um corpo-de-prova, visando gerar tensões na interface entre os materiais testados até que haja o rompimento da união, para isso é importante que a interface adesiva seja a região mais solicitada, independente, do ensaio empregado^{100,102}.

Diversos estudos de análise de distribuição de tensões na união têm discutido esse aspecto, de modo que alguns ensaios são considerados incapazes de solicitar fielmente a interface. O ensaio de cisalhamento é um teste mecânico muito comentado na literatura¹⁰¹ indicado para avaliação de resistência adesiva entre materiais de natureza diferentes, uma vez que se aproximaria da condição real de distribuição de forças durante a mastigação³⁴, no entanto, apresenta uma distribuição não uniforme dos estresses na área adesiva, solicitando, desta forma, mais o substrato que a própria zona adesiva^{22,13,73}. Esses fatores induzem uma maior incidência em falhas coesivas no substrato podendo levar a uma má interpretação dos resultados¹⁰¹, o que nos levou a ponderar se através desse ensaio estaríamos estudando a condição adesiva real entre os materiais ou a resistência mecânica dos mesmos ao ensaio de cisalhamento.

Alguns autores têm utilizado o teste de tração para tentar eliminar a ocorrência dessa má distribuição do estresse na interface^{30,82}. Sano et al.⁸² introduziram o ensaio de microtração justificando sua validade por ser

uma metodologia que provê áreas adesivas menores, relacionadas a valores adesivos mais altos^{30,82}. Esse ensaio tem sido bastante utilizado e vem apresentando resultados bastante confiáveis quando se analisa a força de união adesiva às estruturas dentais e cerâmicas^{82,72,23}. Na análise em MEV das áreas fraturadas deste estudo, foi encontrada baixa incidência de falhas coesivas, entendendo-se que a área realmente solicitada foi a interfase de união, esses dados também foram confirmados em outros estudos^{86,91}. No entanto esse tipo de teste exige que a linha adesiva seja posicionada o mais perpendicular possível à força de tração para evitar distribuição desigual das tensões na interface^{6,68,86}.

Phukkanon et al.⁷³ relataram que a geometria do teste de cisalhamento permite distribuição irregular de tensões na união enquanto que amostras com secções menores submetidas ao teste de microtração permitiram uma distribuição mais regular, induzindo falhas adesivas. A relação inversa entre força adesiva e área da interface tem sido mostrada em alguns estudos de microtração^{82,85}. A afirmação é que quanto menor a área adesiva melhor é a distribuição de estresses na interface durante o teste. A outra observação é que quanto maior o espécime maior a probabilidade de ter defeitos no material^{82,85}. A geração de estresse no preparo do espécime também pode alterar a interface a ser testada⁹³.

Através da análise dos espécimes, em microscópio óptico e em MEV, foi possível constatar o tipo de falha predominante nas amostras de cada grupo (Figura 15 e Tabela 4), sendo possível a visualização microscópica das áreas correspondentes ao cimento resinoso e cerâmica. Falhas mistas ocorreram em 80% dos espécimes, falhas adesivas em 15% e as falhas coesivas em apenas 2% do total dos cp (Tabela 4). Os valores de resistência de união 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.

A escolha do ensaio de microtração para verificar a força de resistência entre os materiais estudados foi embasada nos trabalhos citados que demonstram de forma conclusiva a eficiência e confiabilidade desse teste^{73,82,86}.

Rodrigues Filho⁷⁷ relatou que a Análise de Variância do teste de microtração é mais coerente quando se inclui os palitos prematuramente perdidos e que sua omissão pode alterar significativamente os resultados de resistência de união. Muitos trabalhos na literatura não consideram tais dados, desprezando-os e obtendo, assim, resultados de resistência de união que, possivelmente não refletem de maneira mais fiel a realidade. Portanto, os altos valores de resistência de união muitas vezes relatados, não significam que toda a área da restauração se apresente bem aderida. Daí a necessidade de se avaliar a frequência dos corpos de prova que falharam, antes mesmo da realização do ensaio, devido a sua frágil união¹⁵. Certamente a possibilidade de discriminar regiões ou áreas de maior ou menor efetividade de união constitui-se uma grande vantagem do teste de microtração, conseqüentemente, os palitos perdidos prematuramente não deveriam ser simplesmente ignorados, pois estão inseridos na unidade experimental. Além disso, ainda não está determinada, laboratorialmente ou clinicamente, qual situação é mais vantajosa: uma restauração que se mantenha aderida em toda sua área de ocupação com valores mais modestos de resistência adesiva, ou uma restauração que apresente, em média, altíssimos valores de resistência de união, mas que, entretanto, revele muitas áreas de adesão falhas⁵¹. De acordo com a Tabela 1 o percentual de corpos de prova perdidos durante o corte e armazenagem/termociclagem, alcançou 40% para o grupo em que foi aplicado o adesivo Primer Bond NT (pH=1,7) associado ao cimento resinoso quimicamente ativado submetido à armazenagem/termociclagem. Este grupo também apresentou menor

média de resistência de união ($6,85 \pm 5,89$ MPa). Os espécimes “perdidos” foram incluídos na análise estatística, pois tiveram forte influência nos resultados do estudo reduzindo os valores médios de resistência de união. Essas “perdas” indicam a maior suscetibilidade da interface de união à técnica de obtenção dos espécimes, maior variabilidade de ação no substrato ou maior sensibilidade ao armazenamento, informações valiosas que são perdidas quando da simples exclusão desses espécimes desvirtuando os resultados^{87,73}. Esta conduta pode ainda influenciar na comparação de resultados de diferentes estudos.

O uso de cimentos resinosos e sistemas adesivos para a cimentação têm múltiplas indicações, como restaurações cerâmicas, inlay/onlay/overlay, facetas laminadas, próteses adesivas e pinos intraradiculares. Entretanto, a diversidade dos produtos disponíveis, eventualmente sem adequado respaldo científico acerca do seu desempenho, faz com que a decisão de escolha da associação de um sistema adesivo a um cimento resinoso possa ter influência no sucesso dessa restauração devido a incompatibilidades que possam existir entre esses materiais, diminuindo a resistência adesiva entre eles^{81,95,14}.

Na Tabela 3 e Figuras 13 e 14 pode-se observar que os menores valores de resistência de união foram obtidos quando o adesivo Primer Bond NT (pH=1,7) foi associado ao cimento resinoso de polimerização química ($6,85 \pm 5,89$ MPa). Considerando somente os resultados obtidos com o cimento resinoso químico, os menores valores de resistência adesiva estão sempre vinculados ao adesivo com baixo pH, enquanto que maiores valores estão associados a adesivo com mais alto pH. Esse resultado, provavelmente, deve-se ao fato que após aplicação e polimerização do adesivo, a camada superficial não polimerizada, devido à inibição pelo oxigênio, contém os monômeros ácidos que entram em contato direto com a resina química e inativam suas aminas terciárias

básicas. A reação química consome tais amins e impedem que atuem como catalisadoras da reação de polimerização da resina. O resultado é uma polimerização deficiente e uma redução significativa da resistência de união podendo levar ao insucesso do procedimento clínico. A falha dessa adesão acontece na interfase entre o cimento resinoso (ou resina composta) e o adesivo^{81,95,14}. Todos os materiais resinosos de polimerização química, quer sejam empregadas para restaurações diretas, quer sejam para cimentação, podem sofrer os mesmos efeitos da acidez quando associados aos adesivos de baixo pH.

Os resultados obtidos na Tabela 3 mostram que o adesivo com o pH mais elevado, SBMP (pH=5,6), independente do tipo de polimerização do cimento resinoso aplicado (químico, foto ou dual) e condição de armazenagem, obteve resultados maiores, estatisticamente significantes, que o adesivo com o pH mais baixo, Primer Bond NT (pH=1,7), associado ao cimento resinoso quimicamente ativado tanto na condição seco como na TC. Esse fator acontece provavelmente por esse adesivo, com pH mais baixo, conter monômeros ácidos em alta concentração. Os monômeros ácidos presentes nos sistemas adesivos simplificados têm a função de desmineralizar a superfície dentinária. O pH dos adesivos está diretamente relacionado à concentração destes monômeros na solução, assim como o tipo de monômero empregado em cada sistema adesivo⁹³. O adesivo Scotchbond Multi Purpose (pH=5,6) gerou as maiores médias de resistência de união, provavelmente por não apresentar monômeros ácidos em sua composição. Sanares et al.⁸¹ e Dong et al.²⁶ também encontraram correlação positiva entre pH do adesivo e resistência de união.

As reações químicas adversas são apenas parcialmente responsáveis por essa incompatibilidade, entre os monômeros ácidos do adesivo e as amins terciárias básicas das resinas de polimerização química. Quando o substrato dentinário é analisado, um outro fator responsável pela pobre união é o fato de que esses adesivos,

principalmente os autocondicionantes de passo único, se comportam como membranas permeáveis após a polimerização^{94,47}. Quando os adesivos simplificados ácidos são aplicados sobre resina, esmalte ou dentina completamente desidratada (sob condições laboratoriais), os efeitos sobre a união com uma resina ou cimento de polimerização química ou dual ficarão restritos aos prejuízos causados pela reação entre as amins terciárias e os monômeros ácidos. Um fator significativo e que causa reduções drásticas dessa união se manifesta somente quando o adesivo é aplicado sobre a dentina hidratada⁹⁴. Esse fator é a permeabilidade desses adesivos simplificados ácidos. Hoje sabemos que o selamento da dentina, almejado após a aplicação dos adesivos, não ocorre efetivamente¹⁶.

As recentes evidências de que os adesivos simplificados são membranas permeáveis determinam mudanças de conceitos clássicos na Odontologia e implicam em eventos clínicos que merecem ser considerados pelos profissionais em sua prática. A permeabilidade dos adesivos simplificados se deve às modificações de formulação que foram introduzidas buscando se obter adesão à dentina tão eficaz quanto ao esmalte, e torná-los hidrofílicos e tecnicamente simples, reduzindo o número de passos operatórios para a sua aplicação clínica. Durante o período em que a resina fica em contato com o adesivo, existe grande quantidade de íons não reagidos que se encontram localizados na interface do adesivo com a resina e no próprio adesivo, fazendo com que se apresente hipertônica em relação à dentina subjacente e, por diferenças no gradiente osmótico, induza a movimentação de água da dentina em direção à interface resina/adesivo. A água se difunde através do adesivo e acumula-se na interface resina/adesivo formando bolhas que comprometem a união entre ambos⁹². No caso das resinas de polimerização química ou dual, a reação adversa (incompatibilidade química) gerada entre o adesivo simplificado e essas resinas favorece ainda mais o diferencial osmótico e mais água é atraída para a interface

resina/adesivo. Por esse motivo, os aspectos relacionados com a permeabilidade dos adesivos são mais significantes para a estabilidade das interfaces do que as reações adversas entre eles⁹⁴.

De acordo com os achados do presente estudo, a incompatibilidade química entre o cimento resinoso de polimerização dual e os adesivos estudados (pH=1,7/3,4/5,6) parece ser menos evidente. Esse fato pode ser explicado pela rápida polimerização do cimento resinoso dual induzido pela luz, assim, o contato da amina terciária do cimento com a camada de ácidos formada sobre o adesivo ser minimizada e/ou prevenida. A reação de polimerização inicia imediatamente com a fotoativação⁴⁸. Recentes estudos demonstraram que a fotopolimerização do cimento dual promove uma presa inicial muito rápida⁴⁸. Schiltz et al.⁸³ utilizando um cimento de polimerização dual (Duo Link, Bisco) reportaram que a força de união foi inversamente proporcional ao intervalo entre a aplicação do cimento e a fotopolimerização e que a reação entre os monômeros ácidos e as aminas terciárias ocorre lentamente. Franco et al.³⁶ estudou a relação existente entre adesivos com diferente pH (2,1 e 6,2) e um cimento resinoso de polimerização dual e também não relatou incompatibilidade química entre eles.

Manobras clínicas têm sido preconizadas como forma de se evitar essa incompatibilidade química, como o uso de adesivos de dois frascos, onde o pH é mais alto, o uso de uma camada de adesivo hidrófobo (*bond*) sobre a dentina tratada e hibridizada com adesivos de frasco único, o uso de adesivos de dupla cura ou a *resin coating technique*, que preconiza a hibridização e cobertura da dentina com uma resina de baixo módulo de elasticidade logo após a conclusão do preparo cavitário. Esta técnica, além de proteger a dentina e prevenir problemas entre adesivo e cimento dual tem-se mostrado altamente eficiente na prevenção da sensibilidade pós-operatória, sem comprometer a retenção das peças cimentadas^{59,57,14,95}. Uma outra possibilidade para eliminar eventuais

incompatibilidades na interface cerâmica-cimento resinoso, é a não aplicação do adesivo sobre a superfície cerâmica condicionada. Passos⁷⁰, avaliando a importância da aplicação do adesivo na superfície cerâmica tratada, concluiu que a resistência de união entre uma cerâmica feldspática e um cimento resinoso, quando um adesivo foi aplicado, sofreu significativa redução após armazenagem/termociclagem, ao passo que a não aplicação do adesivo gerou resistência de união mais alta e estável. No entanto, quando o adesivo não é aplicado na superfície cerâmica, as micro-retenções, causadas pelo ataque ácido não ficam totalmente preenchidas pelo cimento devido a sua viscosidade.

7 CONCLUSÃO

Considerando os resultados obtidos foi possível concluir que:

- a) Baixos valores resistência adesiva estiveram associados à combinação de adesivo com baixo pH (1,7) e cimento resinoso quimicamente ativado, constituindo-se no pior cenário, o que indica uma provável incompatibilidade química entre esses dois materiais;
- b) Mais altos valores de resistência adesiva foram obtidos com o adesivo de mais alto pH;
- c) A termociclagem / armazenagem não afetou significativamente a resistência de união no grupo em que o PBNT foi associado ao cimento resinoso quimicamente ativado.

8 REFERÊNCIAS*

1. Aida M, Hayakawa T, Mizukawa K. Adhesion of composite to porcelain with various surface conditions. *J Prosthet Dent*. 1995;73:464-70.
2. Al-Salehi SK, Burke FJ. Methods used in dentin bonding tests: an analysis of 50 investigations on bond strength. [Quintessence Int.](#) 1997;28(11):717-23.
3. 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;22:283-90.
4. Andreatta Filho OD, Nishioka RS, Almeida EES. Construção de um torno mecânico para realizar reparos dentais padronizados. *Pesqui Odontol Brás*. 2000: set;14 supl:17. Apresentado na 19ª Reunião Científica da Sociedade Brasileira de Pesquisas Odontológicas. Resumo I047.
5. Andreatta Filho OD, Galhano G, Bottino MA, Camargo FP, Valandro LF, Nishioka RS. Evaluation of the bond strength between an aluminous ceramic and a resin cement: Effect of thermo-cycling. *Braz Dent Sci*. 2003;6:32-9.
6. 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.

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

7. Blatz MB, Sadan A, Kern M. Resin-ceramic bonding: a review of the literature. *J Prosthet Dent*. 2003;89:268-74.

8. Bottino MA, Valandro LF, Scotti R, Buso L. Effect of surface treatments on the resin bond to zirconium-based ceramic. *Int J Prosthodont.* 2005;18:60-5.
9. Bouillaguet S, Gysi P, Wataha JC, Ciucchi B, Cattani M, Godin C, et al. Bond strength of composite to dentin using conventional, one-step, and self-etching adhesive systems. *J Dent.* 2001;29:55-61.
10. [Brentel AS](#), [Ozcan M](#), [Valandro LF](#), [Alarça LG](#), [Amaral R](#), [Bottino MA](#). Microtensile bond strength of a resin cement to feldspathic ceramic after different etching and silanization regimens in dry and aged conditions. [Dent Mater.](#) 2007;23(11):1323-31.
11. Burrow MF, Inokoshi S, Tagami J. Water sorption of several bonding resins. *Am J Dent.* 1999;12(6):295-8.
12. Canay S, Hersek N, Ertan A. Effect of different acid treatments on a porcelain surface. *J Oral Rehabil.* 2001;28(1):95-101.
13. 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;14:394-98.
14. Carracho HG, Heredia AR, Burnett Júnior LH, Spohr AM. Compatibilidade entre cimento resinoso quimicamente ativado e adesivos simplificados associados a um catalisador universal. *Cienc Odontol Brás.* 2005;8(2):45-53.
15. Carrilho MR, Reis A, Loguercio AD, Rodrigues Filho LE. Bond strength of four adhesive systems to dentin. *Pesqui Odontol Bras.* 2002;16(3):215-56.
16. Carvalho RM, Pegoraro TA, Tay FR, Pegoraro LF, Silva NRFA, Pashley DH. Adhesive permeability affects coupling of resin cements that utilize self-etching primers to dentine. *J Dent.* 2004;32:55-65.
17. Castro CG, Santos Filho PCF, Magalhães D, Soares CJ. Efeito de diferentes tratamentos do substrato dental na resistência adesiva e

- fixação de restaurações indiretas associadas a adesivo auto-condicionante. Cienc Odontol Brás. 2006;9(2)67-74.
18. Chen KK, Shono Y, Ogawa T, Kozono Y, Terashita M. Fracture aspects of resin-dentin bonding in non-trimming microtensile test. Dent Mater J. 2001;20:315-24.
 19. Cheng JT, Itoh K, Kusunoki M, Hasegawa T, Wakumoto S, Hisamitsu H. Effect of dentine conditioners on the bonding efficacy of one-bottle adhesives. J Oral Rehabil. 2005;32:28-32.
 20. Cheong C, [King NM](#), [Pashley DH](#), [Ferrari M](#), [Toledano M](#), [Tay FR](#). Incompatibility of self-etch adhesives with chemical/dual-cured composites: two-step vs one-step systems. [Oper Dent](#). 2003;28(6):747-55.
 21. Debnath S, Wunder SL, McCool JI, Baran GR. Silane treatment effects on glass/resin interfacial shear strengths. Dent Mater. 2003;19(5):441-8.
 22. Della Bona A, Van Noort R. Shear vs. tensile bond strength of resin composite bonded to ceramic. J Dent Res. 1995;74:1591-6
 23. Della Bona A, Anusavice KJ, Shen C. Microtensile strength of composite bonded to hot-pressed ceramics. J Adhes Dent. 2000;2:305-13.
 24. Della Bona A, Anusavice KJ, Hood JAA. Effect of ceramic surface treatment on tensile bond strength to a resin cement. Int J Prosthodont. 2002;15:248-53.
 25. Della Bona A, Anusavice KJ, Mecholsky Jr JJ. Failure analysis of resin composite bonded to ceramic. Dent Mater. 2003;19:693-9.
 26. Dong CC, McComb D, Anderson JD, Tam LE. Effect of mode polymerization of bonding agent on shear bond strength of autocured resin composite luting cements. J Can Dent Assoc. 2003;69(4):229-34.
 27. 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;May;23(5):630-6. Epub 2006 Jul 17.

28. El-Badrawy WY, el-Mowafy OM. Chemical versus dual curing of resin inlay cements. *J Prosthet Dent*. 1995;73:515-24.
29. El-Mowafy OM, Rubo MH, el-Badrawy WY. Hardening of new resin cements cured through a ceramic inlay. *Oper Dent*. 1999;24:38-44.
30. 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;19:575-583.
31. Fabre HSK. Avaliação da influência da composição de fontes de fotoativação na sorção de água de diferentes sistemas adesivos [tese]. Bauru: Faculdade de Odontologia de Bauru, Universidade de São Paulo; 2005.
32. Ferracane JL, Condom JR. Rate of elution of leachable components from composite. *Dent Mater*. 1990;6:282-7.
33. 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;4:49-59.
34. Fowler CS, Swartz ML, Moore BK, Rhodes BF. Influence of selected variables on adhesion testing. [Dent Mater](#). 1992;8(4):265-9.
35. 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.
36. Franco EB, [Lopes LG](#), [D'alpino PH](#), [Pereira JC](#), [Mondelli RF](#), [Navarro MF](#). Evaluation of compatibility between different types of adhesives and dual-cured resin cement. *J Adhes Dent*. 2002;4(4):271-5.
37. Franco EB, Lopes LG, D'alpino PHP, Pereira,JC. Influence of pH of different adhesive systems on the polymerization of a chemically cured composite resin. *Braz Dent J*. 2005;16(2):107-11
38. Garcia RN. Avaliação da resistência de união de sistemas adesivos e cimentos resinosos a dentina e aos compósitos restauradores. [Tese] Piracicaba: Faculdade de Odontologia de Piracicaba, Unicamp; 2006.

39. Goracci C, Sadek FT, Monticelli F, Cardoso PE, 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.
40. 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.
41. 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.
42. 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.
43. Jardel V, Degrange M, Picard B, Derrien G. Correlation of topography to bond strength of etched ceramic. *Int J Prosthodont.* 1999;12:59-64.
44. Kato H, Matsumura H, Tanaka T, Atsuta M. Bond strength and durability of porcelain bonding systems. *J Prosthet Dent.* 1996;75:163-8.
45. Kato H, Matsumura H, Ide T, Atsuta M. Improved bonding of adhesive resin to sintered porcelain with the combination of acid etching and a two-liquid silane conditioner. *J Oral Rehabil.* 2001;28(1):102-8.
46. Kitasako Y, Burrow MF, Nikaido T, Harada N, Inokoshi S, Yamada T, et al. Shear and tensile bond testing for resin cement evaluation. *Dent Mater.* 1995;11:298-304.
47. Konno AN, Sinhoreti MA, Consani S, Correr Sobrinho L, Consani RL. Storage effect on the shear bond strength of adhesive systems. [Braz Dent J.](#) 2003;14(1):42-7.
48. [Lee IB](#), [Um CM](#). Thermal analysis on the cure speed of dual cured resin cements under porcelain inlays. [J Oral Rehabil.](#) 2001;28(2):186-97.

49. 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.
50. Leite FPP, Valandro LF, Amaral R, Kimpara ET, Ozcan M, Bottino MA. Effect of etching time and ultrasonic cleaning on the bond strength between feldspar ceramic and resin cement. *Biomaterials*. 2006. (in submission).
51. Lodovici E. Influência do volume de adesivo e das ciclagens térmica e mecânicas na resistência de união resina-dentina [tese]. São Paulo: Faculdade de Odontologia da Universidade de São Paulo, 2005.
52. Lu R, Harcourt JK, Tyas MJ, Alexander B. An investigation of the composite resin/porcelain interface. *Aust Dent J*. 1992;37(1):12-9.
53. Malacarne J, Carvalho RM, Goes MF, Svizero N, Pashley DH, Tay FR, et al. Water sorption/solubility of dental adhesive resins. *Dent Mater*. 2006; 22:973-80.
54. Mantilina JP, Lassila LVJ, Özcan M, Yli-Urpo A, Vallitu PK. An introduction to silanes and their clinical applications in dentistry. [Int J Prosthodont](#). 2004;17:155-64.
55. Melo RM, Valandro LF, Leite F, Bottino MA. Bonding to a leucite reinforced feldspar ceramic. *Braz Dent J*. 2006. (in press).
56. 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.
57. [Munksgaard EC](#), [Irie M](#). Dentin-polymer bond established by Gluma and tested by thermal stress. [Scand J Dent Res](#). 1987;95(2):185-90.
58. Nakabayashi N, Pashley DH. Hybridization of dental hard tissues. São Paulo: Quintessence. 2000. p.127.
59. Nakagawa H, Ohno H. Dental primer composition and polymerization catalyst. United States Patent. 1999;(5)866,631.

60. 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;31:785-9.
61. Nihi FM. Avaliação da evaporação de solventes a partir dos sistemas adesivos dentinários e de misturas experimentais [Tese] São Jose dos Campos: Faculdade Julio de Mesquita Filho, Universidade estadual Paulista; 2006.
62. 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;31:770-4.
63. Oilo G. Bond strength testing – what does it mean? *Int Dent J*. 1993;43:492-8.
64. 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;28:1106-15.
65. Özcan M, Alkumru H, Gemalmaz D. The effect of surface treatment on the shear bond strength of luting cement to a glass-infiltrated alumina ceramic. *Int J Prosthodont*. 2001;14(4):335-9.
66. 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.
67. Pashley DH, Sano H, Ciucchi B, Yoshiyama M, Carvalho RM. Adhesion testing of dentin bonding agents: a review. *Dent Mater*. 1995;11:117-25.
68. Pashley DH, Carvalho RM, Sano H, Nakajima M, Yoshiyama M, Shono Y, et al. The microtensile bond test: a review. *J Adhes Dent*. 1999;1:299-309.
69. [Passos SP](#), [Ozcan M](#), [Vanderlei AD](#), [Leite FP](#), [Kimpura ET](#), [Bottino MA](#). Bond strength durability of direct and indirect composite systems following surface conditioning for repair. [J Adhes Dent](#). 2007;9(5):443-7.

70. Passos SP. Influência da aplicação de um adesivo na durabilidade 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; 2007.
71. [Phoenix RD](#), [Shen C](#). Characterization of treated porcelain surfaces via dynamic contact angle analysis. [Int J Prosthodont](#). 1995;8(2):187-94.
72. Phrukkanon S, Burrow MF, Tyas MJ. Effect of cross-sectional surface area on bond strengths between resin and dentin. *Dent Mater*. 1998;14(2):120-8.
73. Phrukkanon S, Burrow MF, Tyas MJ. The influence of cross-sectional shape and surface area on the microtensile bond test. *Dent Mater*. 1998;14:212-21.
74. [Poitevin A](#), [De Munck J](#), [Van Landuyt K](#), [Coutinho E](#), [Peumans M](#), [Lambrechts P](#), et al. Critical analysis of the influence of different parameters on the microtensile bond strength of adhesives to dentin. [J Adhes Dent](#). 2008;10(1):7-16.
75. Reis A, Loguercio AD, Azevedo CL, de Carvalho RM, da Julio Singer M, Grande RH. Moisture spectrum of demineralized dentin for adhesive systems with different solvent bases. *J Adhes Dent*. 2003;5(3):183-92.
76. 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;6:7-11.
77. Rodrigues Filho LE. Influência do volume de adesivo e das ciclagens térmica e mecânica na resistência de união resina-dentina em restaurações de alto fator de configuração cavitária [Livre docência]. São Paulo: Faculdade de Odontologia de São Paulo; 2007.
78. Rosenstiel SF, Land MF, Crispin BJ. Dental luting agents: a review of the current literature. *J Prosthet Dent*. 1998;80:280-301.
79. Roulet JF, Söderholm KJM, Longmate J. Effects of treatment and storage conditions on ceramic/composite bond strength. *J Dent Res*. 1995;74:381-7.

80. Rueggeberg FA, Caughman WF, Curtis JW Jr, Davis HC. A predictive model for the polymerization of photo-activated resin composites. *Int J Prosthodont* 1994;7:159-66.
81. Sanares AME, Itthagarun A, King NM, Tay FR, Pashey DH. Adverse surface interactions between one-bottle light-cured adhesives and chemical-cured composites. *Dent Mater*. 2001;17:542-56.
82. Sano H, Shono T, Sonoda H, Takatsu T, Ciucchi B, Carvalho R, et al. Relationship between surface area for adhesion and tensile bond strength – evaluation of a micro-tensile bond test. *Dent Mater* 1994;10:236-40.
83. Schiltz MY, Cincione F, Suh BI. Bond Strength of single bottle adhesives to self-cured composites on dentin (abstract 1845). *J Dent Res*. 2000;79:374.
84. Shimada Y, Yamaguchi S, Tagami J. Micro-shear bond strength of dual-cured resin cement to glass ceramics. *Dent Mater*. 2002;18:380-8.
85. Shono Y, Terashita M, Pashley EL, Brewer PD, Pashley DH. Effects of cross-sectional area on resin-enamel tensile bond strength. *Dent Mater*. 1997;13:290-6.
86. Shono Y, Terashita M, Shimada J, Kozono Y, Carvalho RM, Russel CM, et al. Durability of resin-dentin bond. *J Adhes Dent*. 1999;1:211-8.
87. Soares FZM. Estudo comparativo de sistemas adesivos de fabricação nacionais e importados: resistência de união à dentina, resistência à tração e micromorfologia [tese]. São Paulo: Faculdade de Odontologia da Universidade de São Paulo; 2007.
88. Spohr AM, Sobrinho LC, 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;16:277-82.
89. Stangel I, Nathanson D, Hsu CS. Shear strength of the composite bond to etched porcelain. *J Dent Res*. 1987;66(9):1460-5.
90. Stewart GP, Jain P, Hodges J. Shear bond strength of resin cements to both ceramic and dentin. *J Prosthet Dent*. 2002;88(3):277-84.

91. Sudsangiam S, van Noort R. Do dentin bond strength tests serve a useful purpose? [J Adhes Dent](#). 1999;1:57-67.
92. Suh BI, [Feng L](#), [Pashley DH](#), [Tay FR](#). Factors contributing to the incompatibility between simplified-step adhesives and chemically-cured or dual-cured composites. Part III. Effect of acidic resin monomers. [J Adhes Dent](#). 2003;5(4):267-82.
93. [Tanumiharja M](#), [Burrow MF](#), [Tyas MJ](#). Microtensile bond strengths of seven dentin adhesive systems. [Dent Mater](#). 2000;16(3):180-7.
94. Tay FR, Pashley DH, Suh BI, Prati C, Carvalho RM, Itthagarun A. Single-step adhesives are permeable membranes. [J Dent](#). 2002;37:1-82.
95. 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;5:91-105.
96. Tay FR, Frankenberger R, Krejci I, Bouillaguet S, Pashley DH, Carvalho RM, et al. Single-bottle adhesives behave as permeable membranes after polymerization. [J Dent](#). 2004;32:611-21.
97. Valandro LF, Leite FPP, Scotti R, Bottino MA, Neisser MP. Effect of ceramic surface treatment on the microtensile bond strength between a resin cement and an alumina-based ceramic. [J Adhes Dent](#). 2004;6:327-32.
98. 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;93(3):253-9.
99. Valandro LF, Özcan M, Bottino MC, Bottino MA, Scotti R, Della Bona A. Bond strength of a resin cement to high-alumina and zirconia-reinforced ceramics: the effect of surface conditioning. [J Adhes Dent](#). 2006. (in press)
100. van Noort R, Noroozi S, Howard IC, Cardew G. A critique of bond strength measurements. [J Dent](#). 1989;17:61-7.

101. 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;70:889-93.
102. Versluis A, Tantbirojn D, Douglas WH. Why do shear bond tests pull out dentin? *J Dent Res.* 1997;76(6):1298-307.
103. Witzel MF, Braga RR, Singer Jde M, Azevedo CL. Bond strength between polymer resin-based cement and porcelain-dentin surfaces: influence of polymerization mode and early cyclic loading. *Int J Prosthodont.* 2003;16:145-9.
104. 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;22:420-5.

Vanderlei AD. Durability of the bond strength between a feldspathic ceramic and resin cement: effect of the type of adhesive and of the resin cement. [dissertação]. São José dos Campos: Faculdade de Odontologia de São José dos Campos, Universidade Estadual Paulista; 2008. 114f.

ABSTRACT

The aim of this study was to evaluate the effect of different adhesives and of the thermal cycling / storage (TC) on the bond strength of resin cement (RC) (photo/dual/self-cure) to a feldspathic ceramic. The hypothesis is as lower the pH of the adhesive, the lower the bond strength, especially in the cementation with resin cement chemical. Ninety blocks (6 x 6 x 4mm) (N=90) of the feldspathic ceramic (VM7-VITA) were made according to the manufacturer's recommendations. The ceramic surface was conditioned with hydrofluoric acid 10% (Dentsply) for 20 s + silane (Porcelain Primer, Bisco). Three adhesives (Scotchbond Multi-Purpose Plus Adhesive (SBMP, 3M ESPE; pH = 5.6); Single Bond (SB, 3M ESPE; pH = 3.4); Prime & Bond NT (PBNT, Dentsply; pH = 1.7)) were applied. After, three RC with different cure were applied: Photo (Variolink II base, Ivoclar Vivadent); Dual (Variolink II base + catalyst, Ivoclar Vivadent); self-cured (C&B, Bisco). Therefore, nine groups were constituted (N=10 specimens for group): (1) PBNT + RC chemical, (2) PBNT + RC dual, (3) PBNT + RC photo, (4) SB + RC chemical, (5) SB + RC dual, (6) SB + RC photo, (7) SBMP + RC chemical, (8) SBMP + RC dual, (9) SBMP + RC photo. The specimens were stored (37°C/24h) and then sectioned (adhesive area: ± 1 mm²). The specimens of each block were random divided in 2 aging conditions: Dry- microtensile test after cutting; TC- storage 150 days (37°C) + thermo-cycling (x12.000, 5°C-55°C). Considering 3 factors of the study (adhesive [3 levels], resin cement [3 levels] and aging [2 levels]) (factorial 3x3x2), 18 testing groups were composed. The tensile bond strength test was carried in a universal testing machine (cross-head speed: 1 mm/min). The 3-way ANOVA showed that the results of the bond strength were affected by the factors adhesive (P=0,0001) and resin cement (P=0,0003). The Primer Bond NT adhesive associated to the self-cured resin cement (in dry and aging conditions) obtained lower bond strength results statistically, while the SBMP adhesive, apart of the type of resin cement and aging storage, had the highest results (Tukey's test, $\alpha = 0,05$). The application of adhesive with pH lower onto the conditioned surface ceramic associate with self-cured resin cement should not be clinically indicated.

KEY WORDS: Adhesive, resin cement, ceramic, chemical incompatibility.