

**FABÍOLA PESSOA PEREIRA LEITE**

**EFEITO DO TEMPO DE CONDICIONAMENTO E DA  
LIMPEZA EM APARELHO SÔNICO DO PRECIPITADO DO  
ÁCIDO FLUORÍDRICO SOBRE A RESISTÊNCIA DE UNIÃO  
ENTRE UMA CERÂMICA FELDSPÁTICA E UM CIMENTO  
RESINOSO**

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

# **Livros Grátis**

<http://www.livrosgratis.com.br>

Milhares de livros grátis para download.

**FABÍOLA PESSOA PEREIRA LEITE**

**EFEITO DO TEMPO DE CONDICIONAMENTO E DA  
LIMPEZA EM APARELHO SÔNICO DO PRECIPITADO DO  
ÁCIDO FLUORÍDRICO SOBRE A RESISTÊNCIA DE UNIÃO  
ENTRE UMA CERÂMICA FELDSPÁTICA E UM CIMENTO  
RESINOSO**

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

Orientador Prof. Dr. Estevão Tomomitsu Kimpara.

São José dos Campos  
2005

Apresentação gráfica e normalização de Acordo com:  
BELLINI, A.B.; SILVA, E.A. **Manual para elaboração de monografias:**  
estrutura do trabalho científico. São José dos Campos: FOSJC/UNESP,  
2002. 82p.

**LEITE, F. P. P. Efeito do tempo de condicionamento e da limpeza em aparelho sônico do precipitado do ácido fluorídrico sobre a resistência de união entre uma cerâmica feldspática e um cimento resinoso.** 2005. 127f. Tese (Doutorado em Odontologia Restauradora, Especialidade em Prótese Dentária) - Faculdade de Odontologia de São José dos Campos, Universidade Estadual Paulista. São José dos Campos, 2005.

## **DEDICATÓRIA**

*A Deus, pela sua infinita bondade, me amparou,  
me deu forças e iluminou meus passos durante esta caminhada.*

*Aos meus pais, José Pereira Leite e Odete Pessoa  
Pereira que não foram apenas pais mas, amigos e  
companheiros, sabendo me incentivar a prosseguir, com amor e  
dignidade, nas horas em que meus ideais pareciam distantes.*

*À minha irmã Anamaria Pessoa Pereira Leite pelo  
companheirismo, pela crença e pelo incentivo para a realização  
dos meus sonhos.*

## MINHA ETERNA GRATIDÃO...

*Ao meu pai, José Pereira Leite, que pelo exemplo de homem, de pai e de profissional e pela dedicação à família, se tornou meu ídolo e à minha mãe, Odete Pessoa Pereira, por toda dedicação e amor, sempre preocupada com nosso bem-estar, juntos representam as pessoas mais importantes e amadas em minha vida.*

*À minha irmã Anamária Pessoa Pereira Leite Leite pela demonstração de amor, incentivo e apoio constante que sempre manifestou, faz parte de momentos que ficarão eternamente em minha mente.*

*Ao meu orientador e amigo Prof. Dr. Estevão Tomomitsu Kimpára pelas orientações,*

*conselhos e atenção dispensados no transcorrer do curso, pessoa que conquistou meu respeito, admiração e carinho, pelo profissional competente que demonstra ser e, principalmente pelo ser humano de caráter e personalidade, que pretendo seguir como exemplo em minha trajetória.*

*Ao Prof. Dr. Luiz Fernando Pegoraro pelas orientações passadas com muita competência no decorrer do meu curso de especialização, será um exemplo de mestre que sempre guardarei em minha memória.*

*Ao amigo e Prof. Dr. Marco Antônio Bottino pelo seu exemplo de profissional e de dedicação à pesquisa e ao*

*ensino e pelo incansável incentivo e apoio dispensados no decorrer do curso.*

*Ao Prof. Dr. Maximiliano Pierro Neisser pelo convívio, pelos conhecimentos transmitidos e pelo exemplo de pesquisador em quem pretendo me espelhar daqui para frente.*

*À minha amiga Márcia Valéria Martins pelo convívio harmonioso, apoio, incentivo e principalmente pela paciência para comigo em todos os momentos.*

*Ao meu grande amigo de curso Luiz Felipe Valandro pela amizade, pelo incentivo, pelo meu desenvolvimento científico e pelos bons momentos compartilhados.*



*À minha grande amiga Vanessa Vásquez pela disponibilidade e principalmente pela amizade, atenção e respeito a mim dispensados.*

*À minha amiga Tamíye Goia pelo companherismo, pelo apoio, pela atenção, pela paciência em todos os momentos compartilhados.*

*Ao aluno do mestrado e amigo Guilherme Saavedra pelo apoio, pela paciência e pela disponibilidade em sempre me ajudar na execução das fotos desse trabalho.*

*À aluna de iniciação científica Regina Amaral pelo auxílio na realização da parte experimental deste estudo.*

*À minha grande amiga Flávia  
Mária de Moraes Ramos que mesmo estando  
longe sempre foi uma grande incentivadora e  
aos meus amigos de Recife (Sofia, Juliana,  
Cledson) pela amizade e companheirismo.*

## AGRADECIMENTOS

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

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

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

Aos Professores da Disciplina de Materiais Odontológicos, Professor Adjunto **Estevão Tomomitsu Kimpara** e Professor Adjunto **Sigmar de Melo Rode** pelos ensinamentos transmitidos e pela amizade.

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

Aos meus **amigos da Radiologia**: Prof. Luiz César, Prof. Júlio César e Prof. Edmundo Médici, Luiz Roberto, Luiz Roque, Wilton, Mirna, Sandra, Davi e Marcos pelos momentos de descontração que passamos juntos e pelo constante apoio e incentivo.

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

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

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

Ao Prof. **Ivan Balducci**, pela atenção dispensada e pela disponibilidade na realização da parte estatística deste trabalho.

Aos amigos de turma de Doutorado, **Luiz Felipe Valandro, Osvaldo Daniel Andreatta Filho, Diego Klee Vasconcelos e Renato Morales Jóias** pelo convívio em harmonia, pela disponibilidade e pelo companherismo.

Aos amigos do Programa de Pós-Graduação, **Alexandre Abdala, Karine Landin, Alfredo Mikail, Alberto Nori, Gilberto Duarte, Elza Valadares, Leonardo Buso, Denise Oyafuso, Rander Avelar, Edson Hilgert** pelo carinho, apoio e pelos momentos de descontração.

As minhas amigas **Sarina e Karla** pelo apoio, incentivo, companherismo que sempre tiveram comigo.

A minha amiga **Larissa** pelo apoio, incentivo, pelo carinho prestados durante a nossa convivência.

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

À **Sílvia Scarpel** pela dedicação, paciência e rigor durante o processo de formatação do presente trabalho.

À **Maria Lúcia Brisson**, funcionária do Laboratório Associado de Sensores e Materiais, do Centro de Tecnologia Aero Espacial, do Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais - LAS/CTE/INPE pela paciência, pela disponibilidade e pela atenção durante a realização das microscopias desse estudo.

Ao Professor **Durval Rodrigues Júnior**, do Departamento de Engenharia de Materiais da Faenquil-

Lorena pelo disponibilidade e auxílio durante a realização do EDS.

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

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

À **Dentsply**, por meio de sua funcionária Daniela pelos materiais fornecidos para a realização desse estudo.

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

À **CAPES** pelo apoio ao meu curso de Pós-Graduação.

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

**MEUS SINCEROS AGRADECIMENTOS**



## SUMÁRIO

LISTA DE ABREVIATURAS .....	18
LISTA DE FIGURAS.....	19
LISTA DE QUADROS .....	22
LISTA DE TABELAS .....	23
RESUMO .....	24
1 INTRODUÇÃO .....	25
2 REVISÃO DA LITERATURA .....	29
3 PROPOSIÇÃO .....	68
4 MATERIAIS E MÉTODO .....	69
4.1 Materiais .....	69
4.2 Método .....	70
4.2.1 Confeção, controle de qualidade e refinamentos dos blocos cerâmicos .....	71
4.2.2 Obtenção dos blocos de resina composta .....	74
4.2.3 Cimentação dos blocos .....	78
4.2.4 Preparação dos corpos-de-prova para o ensaio da microtração .....	79
4.2.5 Ensaio da microtração .....	83
4.2.6 Delineamento experimental.....	84
4.2.7 Análise microscópica .....	84
4.2.7.1 Análise por microscopia óptica .....	85
4.2.7.2 Análise topográfica por microscopia eletrônica de varredura (MEV).....	81
4.2.8 Análise química e mapeamento de superfície via MEV e EDS .....	87
5 RESULTADOS .....	89
5.1 Ensaio de resistência à tração .....	89
5.2 Análise com microscopia óptica .....	92

5.3 Análise topográfica com MEV .....	92
5.4 Análise química e mapeamento de superfície via MEV e EDS..	98
6 DISCUSSÃO .....	106
6.1 Da metodologia .....	106
6.2 Dos resultados do ensaio de resistência à tração .....	111
6.3 Da análise topográfica com o MEV .....	114
6.4 Da análise química e mapeamento de superfície via MEV e EDS .....	116
7 CONCLUSÕES .....	118
8 REFERÊNCIAS .....	119
<i>ABSTRACT</i> .....	127

## LISTA DE ABREVIATURAS

Al= Alumínio  
AF= Ácido fluorídrico  
APF= Flúor fosfato acidulado  
Ca= Cálcio  
Cp= Corpo-de-prova  
Cps= Corpos-de-prova  
EDS= Espectroscopia por Energia Dispersiva  
F= flúor  
H= hidrogênio  
K= Potássio  
Kgf= quilograma força  
MDP= monômero ácido fosfatado  
MEV= Microscopia eletrônica de varredura  
MPa= Megapascal  
mm= milímetro  
mm<sup>2</sup>= milímetro quadrado  
min= minuto  
O= oxigênio  
Si= silício  
Na= Sódio  
Ra= Rugosidade superficial  
°C= grau Celsius  
± = mais ou menos

## LISTA DE FIGURAS

FIGURA 1-	Padrão de resina acrílica .....	71
FIGURA 2-	Seqüência de confecção dos blocos cerâmicos: a- molde do bloco cerâmico; b- molde isolado com óleo mineral; c- início da inserção da massa; d- visão mais próxima da massa; e- molde preenchido; f- bloco cerâmico antes da cocção.....	72
FIGURA 3-	a- Blocos cerâmicos antes da sinterização ; b- blocos cerâmicos após a sinterização.....	73
FIGURA 4-	Blocos cerâmicos no aparelho sônico.....	73
FIGURA 5-	Blocos cerâmicos.....	74
FIGURA 6-	Seqüência de confecção do bloco de resina composta: a- moldagem do bloco cerâmico; b- remoção do bloco cerâmico; c- condensação da resina composta; d- fotopolimerização da resina composta; e- molde preenchido; f- amostra de polímero obtida.....	75
FIGURA 7	Seqüência de condicionamento com ácido fluorídrico a 10% das superfícies cerâmicas: a- início da aplicação do ácido fluorídrico sobre a superfície cerâmica; b e c- ácido fluorídrico aplicado sobre a superfície cerâmica; d- superfície cerâmica condicionada pelo ácido fluorídrico.....	77
FIGURA 8-	Seqüência de cimentação: a- bloco cerâmico e o	

	seu correspondente de resina composta; b- bloco cerâmico após silanização; c- conjunto bloco cerâmico-cimento-bloco de resina composta posicionado no delineador adaptado; d- fotopolimerização do conjunto bloco cerâmico-cimento-bloco de resina composta.....	79
FIGURA 9-	Torno mecânico modificado .....	80
FIGURA 10-	Sequência da preparação dos corpos-de-prova para o ensaio de microtração: a- conjunto bloco cerâmico-cimento-bloco de resina composta e base metálica; b- conjunto bloco cerâmico-cimento-bloco de resina composta fixado na base metálica; c- corte do conjunto bloco cerâmico-cimento-bloco de resina composta; d- fatia obtida; e-corte da fatia para obtenção das microamostras; f- microamostras obtidas.....	82
FIGURA 11-	Conjunto paquímetro microamostra.....	83
FIGURA 12-	Microscópio eletrônico de varredura .....	86
FIGURA 13-	Máquina metlizador Denton Vacuum Inc.....	86
FIGURA 14-	MEV e EDS .....	88
FIGURA 15-	Gráfico das médias para as seis condições experimentais.....	91
FIGURA 16-	Micrografias representativas das superfícies cerâmicas antes de receber qualquer tipo de tratamento, a seta mostra as ranhuras marcadas pelas lixas d'água (seta): a) padrão (x500); b) padrão (x200) .....	92
FIGURA 17-	Micrografias representativas das superfícies cerâmicas nos diferentes tempos de condicionamento sem a limpeza em ultra som: a)20s (x500); b) 20s (x2000); c) 1min (x500); d) 1min (x2000); e) 2min (x500); f) 2min (x2000) .....	94

FIGURA 18-	Micrografias representativas das superfícies cerâmicas nos diferentes tempos de condicionamento com a limpeza em ultra-som: a- 20s (x500), b - 20s (x2000), c- 1min (x500), d- 1min(x2000), e - 2min (x500), f - 2min (x2000).....	95
FIGURA 19-	Micrografias representativas do padrão de falha das amostras dos diferentes grupos.....	97
FIGURA 20-	Espectro de raio X de uma amostra da cerâmica antes de receber qualquer tipo de tratamento .....	99
FIGURA 21-	Espectro de raio X de uma amostra do grupo 1.....	99
FIGURA 22-	Espectro de raio X de uma amostra do grupo 2.....	100
FIGURA 23-	Espectro de raio X de uma amostra do grupo 3.....	100
FIGURA 24-	Espectro de raio X de uma amostra do grupo 4.....	101
FIGURA 25-	Espectro de raio X de uma amostra do grupo 5.....	101
FIGURA 26-	Espectro de raio X de uma amostra do grupo 6.....	102
FIGURA 27-	Mapeamento de raio X de raio X de uma amostra da cerâmica antes de receber qualquer tipo de tratamento.....	103
FIGURA 28-	Mapeamento de raio X de raio X de uma amostra da cerâmica após condicionamento com ácido fluorídrico por 20 s.....	104
FIGURA 29-	Mapeamento de raio X de uma amostra da cerâmica após condicionamento com ácido fluorídrico por 20 s limpeza com água destilada em ultra-som.....	105

## LISTA DE QUADROS

Quadro 1-	Material, nome comercial e fabricante usados para a confecção dos corpos de prova .....	69
Quadro 2-	Descrição da composição dos materiais usados para a confecção dos corpos de prova .....	70
Quadro 3-	Descrição da divisão dos grupos deste estudo conforme o tempo de condicionamento com ácido fluorídrico a 10% e quanto à limpeza ou não em ultra-som com água destilada por 4 minutos do precipitado ácido.....	76

## LISTA DE TABELAS

Tabela 1-	Média ( $\pm$ desvio padrão) dos dados de resistência à tração (MPa) obtidos para os diferentes tempos de condicionamento com ácido sob duas condições de limpeza do precipitado ácido em ultra-som com água destilada.....	89
Tabela 2-	ANOVA para os dados de resistência adesiva (MPa).....	90



LEITE, F.P.P. **Efeito do tempo do condicionamento e da limpeza em ultra-som do precipitado do ácido fluorídrico sobre a resistência de união entre uma cerâmica feldspática e um cimento resinoso.** São José dos Campos, 2005. 127.f. Tese (Doutorado em Odontologia Restauradora, Especialidade em Prótese Dentária) - Faculdade de Odontologia de São José dos Campos, Universidade Estadual Paulista. São José dos Campos, 2005.

## RESUMO

O objetivo neste trabalho foi avaliar duas hipóteses: a) diferentes tempos de condicionamento com ácido fluorídrico não influenciam os valores de resistência de união entre uma cerâmica feldspática e um cimento resinoso ; b) a limpeza em ultra-som com água destilada dos precipitados do ácido fluorídrico formados sobre a superfície cerâmica após o condicionamento ácido, independentemente do tempo de condicionamento, aumenta os valores de união entre uma cerâmica e um cimento resinoso. Foram confeccionados 48 blocos cerâmicos (VM7 VITA Zahnfabrik), os quais foram duplicados em resina composta (W3D Master). Os blocos foram divididos em 6 grupos (n=8) de acordo com os seguintes tratamentos de superfície: G1-Ácido fluorídrico 10% por 20 segundos, G2- Ácido fluorídrico 10% por 1 minuto, G3- Ácido fluorídrico 10% por 2 minutos, G-4 Ácido fluorídrico 10% por 20 segundos + ultra-som com água destilada por 4 minutos, G5-Ácido fluorídrico 10% por 1minuto + ultrassom com água destilada por 4 minutos, G6- Ácido fluorídrico 10% por 2 minutos + ultrassom com água destilada por 4 minutos. Em seguida, cada bloco cerâmico já condicionado foi unido ao seu correspondente de resina composta com o cimento resinoso Rely X ARC (3M) sob carga constante de 750g. Após armazenagem (água destilada sete dias a 37°C), cada conjunto cerâmica/cimento/resina composta foi seccionado no sentido X e Y, obtendo-se microamostras que foram fixadas num paquímetro adaptado que foi acoplado em uma máquina de ensaios universal (EMIC) com velocidade de 1,0mm/min. Os valores de resistência adesiva e os desvios-padrão (MPa) para os grupos foram : G1:  $16,2 \pm 3,48^a$ ; G2:  $14,7 \pm 1,2^a$  G3:  $17,8 \pm 3,9^a$ ; G4: $19,4 \pm 4,2^b$ ; G5:  $19,2 \pm 0,8^b$ ; G6:  $20,0 \pm 1,1^b$ . Os diferentes tempos de condicionamento não proporcionaram diferença estatisticamente significativa ( $P=0,156$ ) entre os grupos. A limpeza em ultra-som com água destilada dos precipitados do ácido fluorídrico proporcionou valores de resistência adesiva estatisticamente diferentes entre os grupos ( $P=0.001$ ) (ANOVA Two-way e Teste de Tukey,  $p<0.05$ ). Os resultados desse estudo confirmaram as duas hipóteses experimentais de que: a) resistência de união entre uma cerâmica feldspática e um cimento resinoso não é influenciada por diferentes tempos de condicionamento com ácido fluorídrico ; b) a limpeza com água destilada em ultra-som aumenta a resistência adesiva, independentemente do tempo de condicionamento da superfície cerâmica com ácido fluorídrico.

Palavras-chaves: ataque ácido, ácido fluorídrico, ultra-som, resistência à tração, cerâmica.

## 1 INTRODUÇÃO

As cerâmicas odontológicas têm sido empregadas como material restaurador desde 1770, sendo até hoje utilizadas por serem um material restaurador de boas propriedades estéticas e que melhor simula a aparência de uma dentição natural (BORGES et al.<sup>7</sup>, 2003). As principais vantagens responsáveis pela sua grande aceitação são alta resistência à compressão e abrasão, biocompatibilidade, estabilidade química, propriedades estéticas favoráveis, além da condutibilidade térmica e do coeficiente de expansão térmica similares ao da estrutura dentária (ANUSAVICE<sup>4</sup>, 2005).

Um dos tipos de cerâmica odontológica é a cerâmica feldspática que 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. Mais recentemente, surgiu na Europa uma cerâmica feldspática classificada como cerâmica vítrea bifásica da empresa Vita Zahnfabrik denominada de VM7. Esse material cerâmico consiste basicamente de Si:19,6%; Al:4,9%; K: 4,0%; Na: 2,4%; Ca: 0,7%; C: 25,7% e O: 42,2% (BOSCATO et al.<sup>8</sup>, 2004). A indicação desse material é para restaurações parciais tipo *inlay* ou *onlay*, facetas laminadas e como cerâmica de cobertura para o sistema In-Ceram Alumina (VITA Zahnfabrik).

O procedimento de união das restaurações cerâmicas ao dente não promove somente a retenção, mas é um fator importante, pois contribui para aumentar a resistência e longevidade das restaurações pela absorção de forças pela camada de união. Assim, a cimentação das restaurações cerâmicas é um importante passo no procedimento clínico e

um fator considerável para a longevidade da restauração (CORRER SOBRINHO et al.<sup>14</sup>,2004).

A superfície interna da restauração cerâmica deve ser susceptível a tratamentos de superfície, cujo objetivo é promover retenções micromecânicas para que a ação de agentes resinosos na cerâmica tenha comportamento similares à estrutura dentária. O tipo de tratamento de superfície será definido de acordo com o tipo de cerâmica envolvida, conforme indica Valandro et al.<sup>50</sup>, em 2005, que classificaram as cerâmicas odontológicas considerando a sensibilidade ao condicionamento pelo ácido fluorídrico em:

- a) ácidos-sensíveis -cerâmicas que sofrem degradação da superfície pelo ácido fluorídrico (cerâmica feldspáticas, leucíticas e à base de dissilicato de lítio), criando um padrão topográfico que favorece a retenção micromecânica;
- b) ácidos-resistentes - cerâmicas resistentes ao ataque pelo pelo ácido fluorídrico (cerâmicas à base de alumínio ou alumínio/zircônio infiltradas por vidro, à base de zircônio/ítrio e alumínio densamente sinterizados. Normalmente, esses materiais são submetidos a jateamentos de superfície para otimizar a adesão (ÖZCAN & VALLITTU<sup>29</sup>, 2003; VALANDRO et al.<sup>50</sup>, 2005).

Fatores como o tipo, concentração e tempo de condicionamento do ácido podem influenciar na resistência adesiva (TYLCA & STEWART<sup>49</sup>, 1994). Sendo assim, a concentração e o tempo de condicionamento do ácido devem ser estabelecidos de acordo com o tipo de cerâmica feldspática, aprimorando, assim, a união entre a mesma e o agente de união pois os mesmos são considerados fatores críticos para a obtenção de uma resistência adesiva ideal (SIMONSEN & CALAMIA<sup>42</sup>, 1983).

O condicionamento com ácido fluorídrico em cerâmica feldspática altera de forma significativa a morfologia superficial da cerâmica, promovendo irregularidades na superfície da cerâmica pela dissolução seletiva da fase vítrea que é representada por microporos retentivos. O número e o tamanho desses microporos têm sido associado a um aumento da resistência adesiva (STANGEL et al.<sup>45</sup>, 1987) e a presença dos mesmos facilitará a penetração do agente de união.

Condicionadores como o ácido fluorídrico reagem com a sílica presente na porcelana e formam precipitados ácidos (produtos da reação do fluorsilicato sódio (Na), potássio (K), cálcio (Ca) e alumínio (Al) que ficarão localizados na entrada dos microporos (CANAY et al.<sup>10</sup>,2001). A presença dos mesmos pode causar uma diminuição da resistência adesiva entre a cerâmica e o agente de união e levar a falhas clínicas da restauração (PHOENIX & SHEN<sup>32</sup>, 1995). Procedimentos adicionais podem melhorar ou auxiliar essa união, como a eliminação do excesso de ácido e de precipitados ácidos da superfície cerâmica (MAGNE & BELSER<sup>28</sup>, 2003). Um desses procedimentos é a limpeza em ultra-som com água destilada da restauração cerâmica que parece ser bastante efetivo na remoção desse precipitado ácido (CANAY et al.<sup>10</sup>,2001).

Antes da cimentação adesiva, recomenda-se o uso de substâncias químicas como o silano, um monômero composto de radicais orgânicos reativos e grupos monovalentes hidrolisáveis, que propicia uma união química entre a fase inorgânica da cerâmica e a fase orgânica do agente de união aplicado sobre a superfície cerâmica. Dessa forma, o seu uso aumentará a resistência de união na interface sem comprometer a resistência da porcelana (DeGOES<sup>15</sup>, 1998).

Pela análise da literatura, observa-se que o sucesso e a longevidade das restaurações cerâmicas estão intimamente relacionados com o tratamento superficial pré-cimentação e com a cimentação propriamente dita (SPOHR et al.<sup>44</sup>, 2003). Assim, cuidados no condicionamento com ácido fluorídrico, como tempo de condicionamento,

devem ser respeitados e seguidos, bem como a forma de limpeza dos precipitados ácidos, sendo esse o motivo pelo qual houve o interesse de realizar essa investigação.

Pretendemos com os resultados obtidos, auxiliar os profissionais da área quanto à escolha do tempo de condicionamento ácido ideal para a cerâmica deste estudo e quanto à necessidade de limpeza em ultra-som com água destilada do precipitado ácido da superfície cerâmica.

## **2 REVISÃO DA LITERATURA**

Simonsen & Calamia<sup>42</sup> (1983) avaliaram a viabilidade do condicionamento da cerâmica e a resistência de união da cerâmica condicionada à resina composta. Para tal condicionou a superfície de vinte discos de cerâmica unidos à liga metálica não preciosa por 0, 2.5, 5, 10 e 20 minutos com ácido fluorídrico a 7,5%. Após lavagem e secagem, as superfícies foram cobertas com uma camada de resina composta à superfície da cerâmica. Os corpos-de-prova (cps) foram submetidos ao ensaio de tração numa máquina de ensaio universal Instron. A resistência de união aumentou com o tempo de condicionamento, variando de 0,6 MPa na cerâmica não condicionada a 7,5 MPa com os 20 minutos de condicionamento. A análise em microscópio eletrônico de varredura (MEV) evidenciou uma superfície porosa quando realizado o condicionamento, ocorrendo falhas adesivas nos cps que não foram condicionados e falhas coesivas tanto na cerâmica quanto na resina composta quando a cerâmica foi condicionada. Os autores concluíram que os valores de resistência de união obtidos nesse estudo foram

significantes clinicamente para a fixação de restaurações cerâmicas, mas enfatizam que mais estudos são necessários para determinar o tempo de condicionamento ideal.

Calamia & Simonsen<sup>9</sup> (1984) verificaram o efeito de dois agentes de silanização comercialmente disponíveis na resistência de união à tração da superfície da cerâmica condicionada. Foram obtidas quarenta amostras de cerâmica unidas à uma liga metálica não preciosa as quais foram divididas em quatro grupos. Nos grupos 1, 2 e 3 foram realizados o condicionamento com solução contendo ácido fluorídrico e sulfúrico, seguido da lavagem e secagem. No grupo 1, as amostras foram cobertas com uma camada de resina sem carga e unidas a um cilindro de resina composta. Nos grupos 2 e 3, as amostras foram tratadas com dois diferentes agentes de silanização, antes da união à resina composta. No grupo 4, as amostras não foram condicionadas, sendo a cerâmica tratada como no grupo 3. As amostras foram levadas à máquina de ensaio universal Instron e submetidas ao ensaio de tração. As médias de resistência de união à tração obtidas foram de 11,4 MPa para o grupo 1, 11,1 MPa para o grupo 2, 14,1 MPa para o grupo 3 e de 8,1 MPa para o grupo 4. O condicionamento ácido da superfície da cerâmica foi o fator de maior resistência de união. Contudo, melhores resultados foram obtidos combinando o condicionamento ácido com o agente de silanização.

Van Noort et al.<sup>51</sup>(1989) estudaram a distribuição de tensões na interface dentina-adesivo-resina composta, em ensaios de tração e de cisalhamento, empregando a análise por elementos finitos. Para tanto, partiram de uma configuração básica onde um corpo-de-prova de resina medindo 6mm de altura por 6mm de largura foi aderido à um superfície plana de dentina e assim, analisado por um programa de computador. A análise dos resultados apontaram para uma distribuição não uniforme de tensões na interface, a qual modificou-se conforme a alteração na geometria do teste. Os autores registraram alguns aspectos

importantes para a variabilidade das medidas de resistência, especialmente no ensaio de cisalhamento:

- a) modo de aplicação de força;
- b) módulo de elasticidade da resina composta;
- c) presença de excesso adesivo.

Concluíram que as discordâncias nos valores de resistência entre os estudos são justificadas pela ausência de padronização e insuficiente esclarecimento dos detalhes dos ensaios, invalidando qualquer comparação entre os referidos ensaios. Sugeriram que os testes sejam acompanhados de análise de distribuição de tensões para interpretação confiável dos valores de resistência adesiva.

Questionando que a geometria da interface adesiva pode ter um efeito significativo sobre a mensuração da resistência adesiva e que esta, pode também ser um fator que contribui para as discrepâncias dos dados da literatura, Van Noort et al.<sup>52</sup> (1991), avaliaram o efeito da geometria interfacial local sobre a medida de resistência da união dentina-resina composta sob tração, utilizando o método de elemento finito. Foram utilizados 24 molares humanos hígidos, os quais tiveram suas coroas seccionadas a fim de expor a superfície dentinária. Os materiais restauradores empregados foram o sistema adesivo *Scotchbond 2* e a resina composta P-50. Dois grupos foram constituídos:

- a) Grupo 1- a dentina recebeu o *primer* e o adesivo e em seguida foi aplicado o compósito com um molde, deixando um excedente de adesivo na interface (*flash*);
- b) Grupo 2- seguiu-se o mesmo processo do grupo 1, apenas não deixando excesso de adesivo na união (sem *flash*).

A análise dos resultados mostrou que a resistência adesiva à tração foi significativamente afetada pelo método de aplicação do adesivo (Grupo 1: 6,9 MPa; Grupo 2: 3,10 MPa). O padrão de tensão local no grupo 1 foi

localizado ao redor da interface resina composta-adesivo (33,74 MPa). Na análise micrográfica (SEM) observou-se que o início da falha coincidiu com o local onde havia excesso de adesivo na interface resina composta-adesivo, conseqüentemente, a resistência registrada poderia ser mais da união adesivo-resina composta que a da dentina com o adesivo. Concluíram que a negligência na aplicação do adesivo pode produzir excessos na interface e desenvolver resultados inconsistentes de resistência da união à tração.

Fowler et al.<sup>21</sup>, (1992) propuseram-se a testar três variáveis envolvidas em testes de adesão:

- a) o tipo de teste: tensão ou tração;
- b) o desenho do dispositivo usado para fazer o teste;
- c) o tipo de substrato usado: dente bovino ou humano.

Os autores ponderaram que por falta de testes padronizados na literatura ficaria difícil avaliar os resultados de testes adesivos. Foram usados três diferentes dispositivos para testes mecânicos, dois para testes de tração e um para teste de cisalhamento. Foram usados incisivos centrais superiores bovinos e molares humanos. Os autores usaram três sistemas adesivos: *Scotchbond 2*, *Keta-fil* e *Vitrebond*. Concluíram que o desenho dos dispositivos usados para os testes influíram nos resultados obtidos. A análise dos resultados não mostrou diferenças significativas entre os testes de tração e cisalhamento. No entanto, o teste de cisalhamento produziu mais falhas adesivas, sendo então considerado pelos autores como o ensaio mecânico mais indicado para estudar adesão.

Sano et al.<sup>36</sup> (1994) estudaram a relação entre a área de superfície de união e a resistência adesiva à tração (dentina-resina composta). Foram utilizados vinte terceiros molares humanos extraídos cujo esmalte da superfície oclusal foi removido, expondo uma superfície plana de dentina posteriormente recoberta com resina composta ou com cimento de ionômero de vidro, reconstruindo-se a porção coronária dos dentes que fôra removida. Dividiu-se os dentes em três grupos,



dependendo do material empregado para realizar a reconstrução: *Clearfil Liner Bond 2*, *Scotbond Multi-Purpose* e *Vitremer*. Após 24 horas, cada dente reconstruído recebeu vários cortes longitudinais com espessuras variáveis de 0,5 a 3,0 mm. Cada fatia assim obtida foi desgastada na zona adesiva para obtenção de um corpo-de-prova (cp) em forma de ampulheta, sendo a porção mais estreita coincidente com a área adesiva. As amostras finais tinham secção transversal da interface retangular com dimensões entre 0,5mm x 0,5mm ( $\pm 0,25\text{mm}^2$ ) e 4mm x 3mm ( $\pm 12\text{mm}^2$ ), obtidas com paquímetro digital. As amostras eram fixadas com cianocrilato a um dispositivo de ensaio, considerando que a zona adesiva permaneceria livre para execução do ensaio. Os resultados mostraram uma relação inversa entre a área de colagem e a resistência adesiva, associando altas resistências em áreas menores. A maior parte dos CP com áreas menores que  $2,31\text{mm}^2$  mostraram, sob microscopia eletrônica de varredura (MEV) rompimento adesivo. Segundo os autores, esses fenômenos podem ser justificados pela maior quantidade de defeitos e maiores tensões em áreas maiores, gerando valores menores de resistência. Diante dos resultados, os autores sugeriram o emprego de cp com áreas adesivas entre  $1,6\text{mm}^2$  e  $1,8\text{mm}^2$  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, além de permitir a mensuração de resistências de união elevadas sem fratura coesiva da dentina, o mesmo possibilitou a realização de mensurações múltiplas em um único dente, citaram os autores.

Aida et al.<sup>1</sup> (1995) avaliaram a união da resina composta à cerâmica empregando diferentes tratamentos de superfície e três agentes de silanização. Foram confeccionados discos da cerâmica *Laminabond Porcelain Masking* (Shofu) com 10mm de diâmetro e 2mm de espessura. As amostras foram embutidas em resina acrílica e a superfície da mesma foi polida com lixa de carvão de silício de granulação 1000, sendo

divididas em cinco grupos de acordo com o tipo de tratamento de superfície:

- a) grupo 1- controle, sem tratamento;
- b) grupo 2- ácido fosfórico por 60 segundos seguido de lavagem por 10 segundos;
- c) grupo 3- mesmo procedimento do grupo 2, seguido de limpeza em ultra-som por 20 minutos;
- d) grupo 4- ácido fluorídrico por 60 segundos e lavagem por 10 segundos;
- e) grupo 5- mesmo procedimento do grupo 4, seguido de limpeza em ultra-som por 20 minutos.

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

poderia ser eliminado, reduzindo o tempo clínico e eliminando os possíveis efeitos danosos do ácido fluorídrico na prática clínica.

Questionando a validade dos testes de resistência adesiva que empregam uma força de cisalhamento, Della-Bona & Van Noort<sup>17</sup> (1995), realizaram um trabalho para testar a hipótese de que esse teste é impróprio e inadequado para testar a adesão *in vitro* da resina composta à materiais cerâmicos, visto que, o local de fratura normalmente encontrado, ocorre na base da cerâmica dos espécimes e não na área da interface adesiva. Para tanto, os autores conduziram o experimento em duas etapas:

- a) avaliar a resistência ao cisalhamento e a distribuição das forças pela análise do elemento finito;
- b) para avaliar a resistência à tração como forma alternativa mais favorável.

Para a avaliação do efeito do cisalhamento foram empregadas três configurações de espécimes diferentes, todas elas, porém, com interfaces adesivas iguais:

- a) grupo A: base cilíndrica de cerâmica medindo 10mm de diâmetro por 3mm de altura, onde foi aderida uma sobrebase de resina composta de 3mm de diâmetro por 4mm de altura;
- b) grupo B: base de resina com sobrebase de cerâmica;
- c) grupo C: cilindro único de resina.

Para o teste de tração, foram confeccionadas quarenta hastes cilíndricas cerâmicas em um dispositivo metálico próprio, adaptável a um mecanismo de encaixes de peças que permitiam a realização do teste na máquina de ensaios. Os espécimes foram divididos em dois grupos, sendo que em um deles, a superfície exposta da cerâmica foi tratada com ácido fluorídrico a 9,6% durante dois minutos e no outro ácido fluorídrico a 4%, com flúor, seguindo-se a aplicação de um silano, uma fina camada de adesivo e em

seguida, uma camada de resina composta, unindo duas hastes. Assim, para cada grupo, foram confeccionados dez cps. Com relação à resistência ao cisalhamento, o valor encontrado para o grupo A foi significativamente menor (10,37 MPa) do que os dos grupos B (18,02 MPa) e C (21,82 MPa). Destacou-se, porém, que no grupo B 80% das falhas foram coesivas na base da resina e, no grupo C, todas as fraturas foram coesivas na base. Com relação ao teste de resistência à tração, não houve diferença em realizar o tratamento cerâmico com ácido fluorídrico a 9,6% ou com o ácido fluorídrico a 4% com flúor (13,46 e 13,43 MPa, respectivamente) e todos os cps fraturaram na área da interface adesiva. Pela análise do elemento finito, verificou-se que o padrão de distribuição dos estresses nos espécimes submetidos à força de cisalhamento é altamente não uniforme, fora da área adesiva. Como conclusão os autores relataram que o teste de resistência à tração é mais apropriado para avaliar a capacidade de união das resinas às cerâmicas.

Pashley et al.<sup>30</sup> (1995) apresentaram uma revisão de literatura sobre os tipos de testes de resistência adesiva e a validade dos valores obtidos com os mesmos. Considerando que muitos dos sistemas adesivos atuais apresentam capacidade de desenvolver resistências adesivas de altas (20 a 30 MPa) e que, como consequência destes altos valores muitas das falhas de união ocorrem coesivamente na dentina, os autores enfatizaram a importância em se desenvolver novos tipos de testes para avaliar a resistência da união. Dentre esses, destacaram o método de microtração como uma possível solução. As vantagens do teste de microtração são:

- a) existência de maior porcentagem de falhas adesivas do que coesivas;
- b) possibilidade de mensuração de resistências de união regionais;
- c) possibilidade de testar a resistência de união em superfícies irregulares;

- d) possibilidade de testar áreas muito pequenas; facilidade de exame em MEV da área de fratura, visto que a superfície a ser avaliada é de aproximadamente  $1\text{mm}^2$ .

Como desvantagens foram citadas a dificuldade em se mensurar valores de resistência de união inferiores à cinco MPa e a necessidade de equipamento especial.

Söderholm & Reetz<sup>43</sup> (1996) realizaram uma revisão sobre os fatores que afetam a confiabilidade das uniões por intermédio de cimentos resinosos. Segundo os autores, vários fatores determinaram a qualidade da união:

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

Enfatizaram que a superfície lisa do substrato não contribui para a retenção mecânica, sendo que o condicionamento ácido forma retenções na superfície onde o agente de união pode penetrar e forma uma união mecânica. Os autores relataram que o sucesso da adesão depende de como o agente de união infiltra pela superfície dentinária e pelo substrato. Os tratamentos que tornam a superfície organofílica potencializaram a união pelo aumento da infiltração do agente de união nas irregularidades, o que foi conseguido pela aplicação do silano na superfície cerâmica. O silano pôde formar ligações químicas entre a cerâmica e o cimento resinoso, sendo chamado de *primer* cerâmico.

Em uma revisão da literatura sobre ensaios de resistência adesiva em dentina, Al-Salehi & Burke<sup>2</sup> (1997) compararam cinquenta trabalhos, escolhidos aleatoriamente na literatura, enfocando a padronização dos mesmos. O critério para a inclusão das publicações no estudo exigia que os trabalhos especificassem pelo menos cinco das variáveis descritas a seguir:

- a) se eram ensaios de tração ou compressão;
- b) se usaram ou não a termociclagem;
- c) se especificavam ou não o tipo de dente usado;
- d) se especificavam ou não o tempo médio de estocagem;
- e) se preparavam ou não a superfície dentinária;
- f) se especificavam a velocidade da aplicação de força;
- g) se descreviam o tipo de dentina usada;
- h) se a espessura do adesivo era considerada ou não;
- i) se as dimensões da área adesiva eram ou não determinadas;
- j) se o tempo entre a aplicação do adesivo e o ensaio era especificado ou não;
- k) se especificavam a profundidade da dentina;
- l) se a superfície de adesão era seca ou úmida, que tipo de máquina de ensaio foi usada.

Os autores concluíram que houve pouca padronização dos ensaios nos trabalhos estudados e que freqüentemente muitas variáveis não eram consideradas nos mesmos.

Versluis et al.<sup>53</sup> (1997) discutiram as razões do porquê da incidência de falhas do tipo coesiva em dentina nos ensaios de cisalhamento. Para tanto, desenvolveram um modelo experimental teórico (elemento finito) que permitiu classificar quantitativamente e qualitativamente as tensões na interface adesiva entre dentina-adesivo-resina composta. Este modelo virtual foi comparado com um experimento paralelo de resistência da união ao cisalhamento, analisando também o

modo de fratura. No cruzamento dos resultados obtidos nos experimentos, foi confirmado que as fraturas coesivas em dentina aconteceram em decorrência da biomecânica do teste, que desenvolve tensões não uniformes na interface. A simulação indicou que os valores de resistência ao cisalhamento podem não representar a real união, pois, parecem estar governados mais em função da resistência coesiva da dentina que da união adesiva.

Chen et al.<sup>12</sup> (1998) avaliaram o efeito de diferentes tempos de condicionamento nas mudanças microestruturais da cerâmica *Cerec 2* (VITA) e na resistência de união entre esta e a resina composta. Foram confeccionadas 54 amostras retangulares (10mm de comprimento x 8mm de largura x 2,5mm de espessura) e 48 amostras cilíndricas (8mm de diâmetro x 2,5mm de espessura) da cerâmica, sendo divididas em seis grupos de nove unidades retangulares e oito cilíndricas. Após o desgaste com lixa de granulação 600, as superfícies a serem unidas foram condicionadas com ácido fluorídrico a 5% por 0, 5, 30, 60, 120 e 180 segundos para os grupos 1, 2, 3, 4, 5 e 6, respectivamente, seguido de lavagem com água por 1 minuto, limpeza em ultra-som com água destilada por 5 minutos e secagem com jato de ar por 30 segundos. Uma amostra retangular de cada grupo foi preparada para observação em microscópio eletrônico de varredura (MEV). Uma fita adesiva com orifício de 5mm de diâmetro foi fixada no centro de cada amostra retangular para padronizar a área de união e a espessura de 50 $\mu$ m do cimento resinoso. Uma fina camada de cimento resinoso foi aplicada na área de união da amostra retangular e sobre a amostra cilíndrica, sendo as duas superfícies unidas com uma carga de 5N. O excesso de cimento foi removido e realizada a fotopolimerização em duas direções opostas por 40 segundos cada. Os cps foram armazenados em água a 37°C por 24 horas e submetidos ao ensaio de cisalhamento numa máquina de ensaio universal com velocidade de 0,5mm/min. As falhas foram analisadas em microscópio ótico. A microscopia eletrônica de varredura evidenciou que a

cerâmica condicionada por 120 e 180 segundos apresentou-se mais rugosa e com micro-retenções mais profundas. Os resultados mostraram que dentro da variação de 0 a 120 segundos, quanto maior o tempo de condicionamento, maior a resistência de união, sendo a maior média obtida quando a cerâmica foi condicionada por 120 segundos (43 MPa). O condicionamento por 180 segundos, entretanto, resultou em diminuição da resistência de união (40 MPa), não sendo estatisticamente diferente do grupo condicionado por 120 segundos. Nos grupos 4, 5 e 6, as falhas foram predominantemente coesivas na cerâmica. Os autores concluíram que os valores de resistência de união correspondem diretamente às mudanças micro-estruturais na superfície da cerâmica condicionada pelo ácido. Os valores de resistência de união maiores que 30 MPa foram geralmente encontrados quando a porcelana foi atacada com ácido fluorídrico a 5% por um tempo maior que 30 segundos.

Em um estudo comparativo entre ensaios de tração, compressão e microtração, Cardoso et al.<sup>11</sup> (1998) avaliaram a resistência adesiva entre a 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 foram maiores que aquelas referentes aos outros grupos (compressão e tração), além disso o teste de *Tukey* demonstrou que os grupos tração e compressão 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 grupos, 52,48% para compressão e 57,81% para tração respectivamente. Segundo os autores, duas razões poderiam explicar o porquê do teste de cisalhamento ser mais utilizado na maioria dos estudos. Primeiro, os valores obtidos nos testes de resistência ao cisalhamento são mais altos do que os valores dos testes de tração. Segundo, a tensão de cisalhamento pode ser considerada mais representativa de uma situação clínica. Entretanto, ambos os testes, têm demonstrado valores



estatisticamente similares, porém, como os testes de resistência à tração são considerados mais críticos, se não forem cuidadosamente conduzidos, os espécimes serão submetidos a tensões de torque, os quais poderão reduzir os valores de resistência de união. Os autores sugeriram os testes de microtração como uma alternativa bastante interessante, pois, como os resultados apresentaram o menor coeficiente de variação quando comparados aos testes de tração e de cisalhamento, talvez, a utilização de uma pequena interface adesiva, resulte em menores defeitos, o que poderia aumentar a resistência de união e, também, reduzir a variação. Finalizaram, afirmando que as dimensões das amostras e os procedimentos dos testes mecânicos deveriam ser melhor definidos, a fim de evitar as discrepâncias.

Chen et al.<sup>13</sup> (1998) avaliaram o efeito de diferentes agentes condicionadores, tempos de condicionamento e a combinação do uso do condicionamento e silano na resistência de união entre cerâmica e resina composta. Foram confeccionados 108 discos da cerâmica VMK 68 (*Vita*) com 10mm de diâmetro e 2,5mm de espessura que foram polidos com lixa de granulação 600, e divididos em três grupos:

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

Em seguida, uma matriz com 6mm de diâmetro e 2mm de altura foi posicionada sobre a área tratada e preenchida com resina composta *Clearfil APX* (J. Morita) e fotopolimerizada. Os cps foram armazenados em água a 37°C por 24 horas e submetidos ao teste de cisalhamento numa máquina de ensaio universal com velocidade de 0,5 mm/min. Os resultados mostraram que a resistência de união foi influenciada pelo silano, pela concentração do ácido e pelo tempo de condicionamento ácido. E também pela interação:

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

Já para a interação entre os três não houve diferença ( $p=0.3$ ). Para o ácido com concentração de 2,5%, os resultados indicaram que o condicionamento ácido aumentou significativamente a resistência de união para o grupo não silanizado e o maior valor de resistência foi de 35,4 MPa para o tempo de 150 segundos.

Os resultados para o grupo que não recebeu condicionamento ácido indicaram que o uso do silano foi efetivo para promover um aumento na resistência adesiva. O condicionamento ácido seguido da silanização aumentou a resistência de união, exceto para o tempo de 90 e 150 segundos. Os valores de resistência de união variaram entre 33,4 MPa a 37,4 MPa para o grupo que recebeu o condicionamento ácido e silanização. O tempo de condicionamento ácido não foi estatisticamente significativo. Para o ácido com concentração de 5%, os valores de resistência de união foram influenciados pelo agente de união ( $p=0.0001$ ), pelo tempo de condicionamento ( $p= 0.0001$ ) e pela interação entre eles ( $p=0.0001$ ). A diferença nos valores de resistência de união entre o grupo que só recebeu o condicionamento ácido e o grupo que recebeu o silano e o condicionamento ácido foi maior para essa concentração ácida. Os maiores valores de resistência de união foram também para o grupo que recebeu o condicionamento ácido e

silanização. Para as duas concentrações ácidas, os resultados mostraram que a superfície atacada por mais de 60 segundos se mostrou mais rugosa que aquela atacada por 30 segundos.

Phrukkanon et al.<sup>33</sup> (1998) realizaram um trabalho com o objetivo inicial de desenvolver uma técnica de adesão com uma área superficial bem pequena, com um formato circular de secção transversal e determinar, posteriormente, o efeito da área superficial de adesão sobre a resistência adesiva de quatro sistemas adesivos. Para tanto utilizou-se de sessenta molares humanos extraídos, os quais foram cortados verticalmente. Em seguida removeu-se o esmalte oclusal de forma que metade do dente foi usada para avaliar a resistência adesiva frente a uma força de tração e outra metade, à força de cisalhamento. A dentina exposta na superfície oclusal foi tratada com um dos diferentes sistemas adesivos seguindo-se as recomendações do fabricante e restaurada com resina composta. Desta forma, cada metade de dente reconstruída foi seccionada em pelo menos três espécimes em forma de barras quadrangulares, as quais, foram trabalhadas com uma ponta diamantada em alta rotação que possibilitava a produção de espécimes que foram armazenados durante 48 horas em água a 37°C para, em seguida, serem avaliados quanto à resistência adesiva, tanto à tração quanto ao cisalhamento. Para todos os materiais, o grupo com 2,0 mm de diâmetro na área de secção transversal apresentou uma resistência adesiva significativamente menor do que o grupo de 1,2mm de diâmetro; tanto para o teste de tração quanto para o de cisalhamento. Além disso, a maioria dos espécimes de 1,2 ou 1,4mm de diâmetro apresentou falha adesiva na interface entre dentina e adesivo. Os resultados indicaram que áreas superficiais de adesão pequenas estão associadas a uma resistência adesiva maior e que o efeito da força, seja ela de tração ou de cisalhamento é semelhante.

O efeito do formato e da área da superfície adesiva sobre a resistência à microtração foi estudado por Phrukkanon et al.<sup>34</sup> (1998).

Para isso, o terço oclusal de dentes molares foi seccionado e após, os mesmos foram divididos longitudinalmente:

- a) uma metade para os cps cilíndricos;
- b) outra para cps de formato retangular.

A dentina exposta na superfície oclusal foi tratada com diferentes sistemas adesivos e restauradas com resina composta. Este conjunto foi fatiado em diversos cps, observando que os cps cilíndricos eram usinados na zona adesiva, formando uma secção circular (formato de ampulheta); nos cps retangulares, a zona adesiva foi reduzida formando uma secção retangular (formato de altere), ambos com áreas de  $1,1\text{mm}^2$ ,  $1,5\text{mm}^2$  e  $3,1\text{mm}^2$ . As amostras foram acopladas em garras e ensaiadas a velocidade de  $1\text{mm}/\text{min}$ . Os resultados mostraram que não houve nenhuma diferença estatística entre os cps com secção circular e retangular e que os valores de resistência dos cps com  $1,1\text{mm}^2$  foram significativamente maiores que aqueles com  $3,1\text{mm}^2$  em todos os grupos e semelhantes aos cps com  $1,5\text{mm}^2$ . Na análise de elementos finitos, as amostras com áreas menores distribuíram mais uniformemente as tensões na união que as amostras de maiores áreas, comprovadas pela incidência de falhas adesivas. Concluíram que os cps com áreas de  $1,1\text{mm}^2$  e de  $1,5\text{mm}^2$  apresentaram-se de forma semelhante no que se refere às resistências, modo de falha e distribuição das tensões e que o formato dos cps teve influência insignificante.

As resistências à microtração e ao cisalhamento foram comparadas por Schreiner et al.<sup>38</sup> (1998). A superfície oclusal de terceiros molares foi seccionada dois milímetros abaixo das cúspides e, após aplicação do adesivo e da resina composta, eram fixados com cianocrilato em uma base e cortados no sentido longitudinal em fatias com  $1\text{mm}$  de espessura. Na região da interface dentina-resina foi feito um desgaste nos dois lados da fatia, até que fosse obtida uma área de  $1,7\pm 0,1\text{mm}^2$ . Na análise de variância, os valores de resistência obtidos no teste de microtração foram significativamente maiores que os valores de

cisalhamento. No exame do modo de falha, no cisalhamento foram produzidas mais falhas coesivas em dentina e na resina composta que na microtração onde foi observado 91% de fraturas adesivas. Comparando os resultados entre grupos e métodos diferentes, nenhuma diferença entre os sistemas adesivos foi constatada no cisalhamento, enquanto que na microtração foi possível detectar a real capacidade adesiva de um sistema, assim como, melhor discriminar os grupos.

Bianchi<sup>6</sup> (1999) se propôs em seu trabalho a estudar o comportamento dos cps em forma de ampulheta no ensaio de microtração considerando as seguintes variáveis: espessura do cp, forma do entalhe ou pescoço do cp, largura do pescoço, modo de preensão do cp na garra tracionadora. O autor usou matrizes de resina para confeccionar os cp com cinco diferentes espessuras, dois tipos de entalhe (agudo ou arredondado), duas espessuras de pescoço e dois modos de preensão na garra tracionadora (fixação por um ou dois lados do cp). Neste trabalho, o autor desenvolve uma garra específica para a preensão do cp, utilizando como base um paquímetro onde a vareta de profundidade 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. Esse autor, como o precursor do ensaio de microtração usando um paquímetro para a fixação e tracionamento dos cps concluiu:

- a) preensão bilateral é mais estável, não diferindo estatisticamente para áreas menores que 1 mm<sup>2</sup>;
- b) o aumento da espessura do cp diminuiu os valores de resistência;
- c) a preensão do cp por um só lado tende a produzir resistências menores que poderão acentuar-se com o aumento da espessura do cp e

tornarem-se não significativas em espessuras menores que 1mm;

- d) o entalhe agudo forneceu resistências menores, especialmente em espessuras menores que 4 mm;
- e) larguras maiores de pescoço resultaram em resistências menores exceto nas áreas menores que 1mm<sup>2</sup>;
- f) geometria assimétrica do cp, mantendo-se a mesma área, diminui os valores de resistência adesiva;
- g) o ideal seria que todos os cp possuíssem áreas adesivas com desenhos semelhantes e menores que 1mm<sup>2</sup>.

Jardel et al.<sup>24</sup> (1999) avaliaram o efeito do condicionamento com ácido fluorídrico e aplicação do silano sobre a resistência de união das cerâmicas *feldspáticas* GC (GC Dental) e PVS (SS White), assim como a topografia formada na superfície das cerâmicas pela ação do ácido fluorídrico. Foram confeccionados oitenta discos de cada cerâmica com 4mm de altura sobre bases de níquel-cromo com 20mm de comprimento e 5mm de diâmetro. A superfície das cerâmicas foi desgastada com discos abrasivos de granulação 220, formando uma superfície plana e divididos aleatoriamente em quatro grupos que receberam os seguintes tratamentos:

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

As amostras foram unidas aos pares com o adesivo *Super-Bond* (Sun Medical) e armazenadas em estufa a 37°C em 100% de umidade. Após

uma hora, foram submetidas ao teste de resistência à tração. Em dez amostras de cada cerâmica foi verificada a característica da topografia da superfície por meio da medição da rugosidade tridimensional empregando o MEV conectado ao computador IBM. A cerâmica GC, sem tratamento de superfície, apresentou os menores valores médios de resistência à tração (8,3 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 nos maiores valores (21,7 Mpa). Para a cerâmica PVS, todos os valores de resistência foram menores do que os obtidos com a cerâmica GC. O não tratamento também resultou no menor valor médio de resistência de união (6,1 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 testadas.

Em 1999, Pashley et al.<sup>31</sup> fizeram um trabalho de revisão de literatura sobre o ensaio de microtração. Eles consideraram que os testes convencionais de tração e compressão limitavam a localização da área adesiva estudada ao centro da face oclusal ou ao centro da face vestibular dos dentes estudados (áreas de 3 a 4mm de diâmetro). Afirmaram que esse tipo de ensaio é conveniente quando a força adesiva entre resina e dentina é relativamente baixa (em torno de 10 MPa), porém, quando essa força alcança 25 MPa ou valores mais altos, a frequência de fraturas coesivas em dentina pode ser muito alta, alcançando valores de até 80%. Então, os autores consideram que nessas condições não estaríamos estudando a interface adesiva e sim a resistência da dentina à aplicação de forças. Os autores citaram neste

estudo o ensaio de microtração como sendo 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 comumente encontrados em ensaios convencionais de resistência adesiva (30% a 50%). Neste trabalho os autores descreveram todas as modificações que o ensaio de microtração tem sofrido com o passar dos anos e discutiram as vantagens e desvantagens dessas modificações. Importante notar que nessa revisão, os autores mostraram o corte dos cps em fatias que depois são rotacionadas em 90° e cortados em palitos. Eles observaram que o uso de palitos para os ensaios de microtração foi muito adequado, uma vez que a indução de estresse na interface adesiva durante a preparação dos corpos-de-prova neste formato foi muito reduzida. Dessa forma, a utilização do ensaio de microtração permitiu a mensuração de forças adesivas de materiais que possuíam capacidade adesiva relativamente baixa. Os autores comentaram que foi possível se medir por essa técnica forças adesivas menores que 5 MPa. Eles concluíram afirmando que o ensaio de microtração oferecia uma versatilidade que não podia ser alcançada em ensaios convencionais de resistência adesiva, que essa metodologia foi mais trabalhosa do que a dos testes convencionais, mas de grande potencial em prover discernimento sobre a força adesiva real de materiais restauradores.

Shono et al.<sup>40</sup> (1999) desenvolveram uma versão alternativa para a metodologia de microtração proposta por Sano et al.<sup>36</sup> em 1994 (amostras em formato de ampulheta). Nesta nova técnica, o esmalte oclusal dos dentes foi removido e o sistema adesivo / resina composta foram aplicados sobre a dentina exposta. Com disco especial, cada dente era seccionado verticalmente obtendo-se uma fatia da porção mediana com espessura de 1mm, a qual foi novamente recortada em cortes de 1mm, resultando em amostras retangulares com dimensões de 1mmx1mmx8mm (área adesiva de  $\pm 1\text{mm}^2$ ). Para o ensaio, cada uma das



extremidades da amostra foi fixada com adesivo cianocrilato em dispositivo apropriado para o ensaio, considerando que permaneceu livre apenas a porção média da amostra correspondente a zona adesiva. Finalmente este dispositivo foi acoplado na máquina de ensaio universal para submeter à força de tração. Imediatamente depois de realizado o ensaio, a área adesiva foi medida com paquímetro digital. Conforme a análise estatística e discussão dos resultados, os autores advogaram que essa nova proposta de microtração resultou em valores de resistência semelhante aos trabalhos de Sano et al.<sup>36</sup> (1994).

Shono et al.<sup>41</sup> (1999) fizeram um estudo em que levantaram a hipótese de que se o tempo de armazenagem da adesão resina-dentina poderia ser reduzido à um período de noventa dias apenas, desde que o ensaio de resistência adesiva usado fosse o de microtração, por meio do uso de corpos-de-prova em formato de “palitos” com dimensões de 1x1x8mm, e que os mesmos fossem armazenados pelo período de tempo acima citado. Os autores observaram em seu trabalho que o tempo de armazenagem de cps com dimensões tão pequenas, onde várias porções de uma mesma área adesiva ficaram expostas à umidade ao mesmo tempo, pôde ser reduzido e ao mesmo tempo foi efetivo, pois a deterioração dos materiais envolvidos na região adesiva aconteceu mais rapidamente. Concluíram que a versão proposta para o teste de microtração usando vários palitos de uma mesma fatia de dente foi um modelo de teste adequado para se verificar a durabilidade da adesão dentina- resina.

Sundangiam & Van Noort<sup>47</sup> (1999) realizaram um estudo comparativo entre testes mecânicos de resistência adesiva enfocando união adesiva entre dentina e adesivos dentinários. Analisaram os testes de compressão, microtração e resistência à força transversa. Os autores afirmaram que uma ampla quantidade de variáveis poderia influenciar nos resultados obtidos nos ensaios de compressão como: seleção do material a ser estudado, armazenamento, preparação dos substratos para

colagem aos dentes, entre outros. Consideraram que se deveria ter cautela ao analisar-se os resultados dos valores obtidos nestes ensaios considerando-se que pequenas modificações na metodologia poderiam apresentar resultados diferentes em relação aos mesmos materiais. O modo de fratura também foi estudado considerando-se diferentes tipos de ensaios e os autores observaram que nos trabalhos estudados por eles esse aspecto não é considerado como deveria ser, em se tratando de estudo de fraturas de resistência adesiva, onde a verificação do modo de fratura é um fator muito importante. O teste de microtração adesiva foi descrito neste trabalho como um método alternativo no qual tem-se possibilidade de mensurar o estresse interfacial real porque a área adesiva estudada é tão pequena, a ponto de possibilitar uma distribuição mais uniforme de estresse e conseqüentemente um estudo mais fiel da adesão. Neste tipo de ensaio, eles afirmaram que os maiores valores adesivos estariam relacionados às menores áreas devido à redução do tamanho e número de fendas na região adesiva como conseqüência da redução do tamanho do corpo-de-prova.

Andreatta Filho et al.<sup>3</sup> (2000) enfocaram em seu trabalho a necessidade de padronizar o preparo dos cps para vários tipos de ensaios mecânicos como:

- a) tração;
- b) análise de justeza de adaptação;
- c) testes de resistência de união.

Para isso, os autores propuseram a elaboração e a construção de um torno mecânico que permitiu a padronização desses preparos com precisão milimétrica. Os autores consideraram que a idealização desse torno foi muito útil no sentido de permitir que se façam preparos padronizados de estruturas dentais para serem utilizadas como cps.

Della-Bona et al.<sup>19</sup> (2000) investigaram a hipótese que a resistência adesiva à tração da união entre resina composta e duas cerâmicas termo-injetadas era controlada pela microestrutura da cerâmica

e pelo condicionamento de superfície empregando o ensaio de microtração. Para tanto, blocos de cerâmica IPS *Empress* (E1) e IPS *Empress 2* (E2) foram confeccionados, polidos e limpos em ultra-som por 10 minutos. Três blocos de cada cerâmica foram usados para estudar a microestrutura e a alteração superficial após condicionamento ácido (ácido fluorídrico 9,6% e flúor-fosfato-acidulado 4%). Os blocos da cerâmica E1 foram repartidos em cinco grupos de três blocos, conforme o modo de tratamento superficial:

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

Os blocos de cerâmica E2 foram divididos da mesma forma:

- a) grupo 6 - igual ao 1;
- b) grupo 7 - igual ao grupo 2;
- c) grupo 8 - igual ao grupo 3;
- d) grupo 9 - igual ao grupo 4;
- e) grupo 10 - igual ao grupo 5.

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

microscopia e mapeamento por raio-X, foi revelado que todas as amostras falharam adesivamente. As seguintes ponderações foram descritas pelos autores:

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

Tay et al.<sup>48</sup> (2000) investigaram o efeito do *smear layer* dentinário na adesão do *Single-bond* à dentina usaram o ensaio de microtração *non-trimming* ou seja, os corpos-de-prova possuíam o formato de palitos. Eles afirmaram em seu trabalho que nessa versão modificada do teste de microtração o estresse da tensão foi aplicado a uma pequena área adesiva, porém uniforme por toda sua extensão, diminuindo assim, o número de falhas na área adesiva e criando uma força adesiva maior. Os autores afirmaram ainda que a confecção de corpos-de-prova em forma de palitos retirados de uma mesma fatia possibilitaria uma menor indução de estresses durante sua confecção permitindo o estudo da adesão entre materiais com pouca adesividade entre si como no caso de porcelanas unidas à resinas.

Canay et al.<sup>10</sup> (2001) realizaram um estudo cujo objetivo foi caracterizar por meio do MEV a superfície da porcelana atacada com ácido fluorídrico e flúor fosfato acidulado e verificar os efeitos do tempo de condicionamento ácido, uso do silano e da limpeza com ultrassom por EDS. Foram confeccionados 24 discos de 7mm de diâmetro por 3mm de altura da cerâmica *Ceramco II*. Após a preparação das amostras, as mesmas foram armazenadas em água a 37°C por 24h, e em seguida foram divididas em três grupos (n=8):

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

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

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

- i) grupo 9: condicionamento com ácido fluorídrico por 4 minutos + lavagem com jato de ar/água;
- j) grupo 10: condicionamento com ácido fluorídrico por 4 minutos + lavagem com jato de ar/água + silano;
- k) grupo 11: condicionamento com ácido fluorídrico por 4 minutos + limpeza em ultrassom;
- l) grupo 12: condicionamento com ácido fluorídrico por 4 minutos + limpeza em ultrassom + silano.

Na primeira parte da pesquisa 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. Na segunda parte foi realizado um estudo de difração óptica de raioX para se avaliar se houve alguma mudança na distribuição dos elementos químicos das amostras. O efeito do banho em ultrassom e da aplicação do silano foi avaliado também. Houve uma diferença notável na topografia cerâmica com relação ao tipo de ácido e ao tempo de ataque ácido. A superfície atacada com flúor fosfato acidulado mostrou-se relativamente homogênea em comparação com a do ácido fluorídrico, nesta última pôde-se notar a presença de microporos e lacunas. O padrão topográfico do ataque do ácido fluorídrico se mostrou mais agressivo e característico. As lacunas e os canais mostraram-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 zona atacada. Esse decréscimo foi mais evidente nas amostras atacadas com ácido fluorídrico por 4 minutos. O pico do flúor nas amostras atacadas com ácido fluorídrico por 4 minutos

foi maior que por 1 minuto. Os autores concluíram com relação à qualidade do ataque com ácido fluorídrico que o tempo de 1 minuto mostrou-se bem adequado pois apesar do maior tempo produzir mais rugosidades na superfície da porcelana, isso pode causar uma concentração de estresse o que pode levar ao aparecimento de falhas na porcelana. E ainda comentaram sobre o tempo de permanência do ácido em boca. A remoção do precipitado com ultra-som foi efetiva.

Shimada et al.<sup>39</sup> (2002) realizaram um estudo cujo objetivo foi investigar o efeito do ataque ácido e da silanização na união entre um cimento resinoso e uma cerâmica vítrea. Para tal foram estabelecidos seis grupos:

- a) grupo 1- sem tratamento;
- b) grupo 2- acabamento e polimento da superfície com borrachas abrasivas e pasta diamantada, com posterior limpeza da mesma com ultrassom;
- c) grupo 3- aplicação de ácido fluorídrico a 16,8% durante cinco segundos;
- d) grupo 4- aplicação de ácido fluorídrico a 16,8% durante trinta segundos;
- e) grupo 5- aplicação de ácido fosfórico 40% por cinco segundos;
- f) grupo 6- aplicação de ácido fosfórico 40% por trinta segundos.

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

tempo gasto para tal, o uso do teste de microcisalhamento foi o escolhido para essa pesquisa.

Steward et al.<sup>46</sup> (2002) avaliaram a resistência ao cisalhamento entre uma cerâmica *feldspática* e quatro diferentes cimentos resinosos variando o tipo de tratamento de superfície da cerâmica imediatamente e após de seis meses da cimentação. Foram utilizados quatrocentos e oitenta discos da cerâmica de baixa fusão *Ceramco II* com 10mm de diâmetro e 4mm de espessura. Os discos foram polidos com lixas de água de 400 e 600. Em seguida, foi aplicado ácido fosfórico a 37% por 1min em todos os discos para promover uma limpeza de superfície. Os espécimes já polidos foram divididos em seis grupos (n=80):

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

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

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

A recomendação do fabricante de cada cimento foi seguida para a manipulação. Todos os espécimes foram imediatamente submersos em solução salina isotônica (pH 7,5). Após 24 horas, dez espécimes de cada



subgrupo foi testado e as outras dez, 6 minutos depois. O ensaio de cisalhamento foi realizado sob velocidade de 5mm/min em uma máquina de ensaio universal Instron. Realizou-se a análise topográfica do condicionamento da superfície com MEV (1000X) de três espécimes de cada grupo. O condicionamento com ácido fluorídrico seguido da aplicação do silano produziu os maiores valores de resistência ao cisalhamento ( $15,0 \pm 7,4$  a  $21,8 \pm 5,8$  Mpa) para os quatro cimentos usados nos dois tempos de armazenagem: 24 horas e seis meses ( $p < 0,01$ ). O jateamento com óxido de alumínio produziu os menores valores de resistência ao cisalhamento ( $0$  a  $4,0 \pm 3,5$  Mpa). A microscopia eletrônica de varredura mostrou que o condicionamento com ácido fluorídrico produziu um padrão topográfico com vários microporos e irregularidades. Os autores concluíram que o uso do condicionamento com ácido fluorídrico + silano foi o mais efetivo tratamento de superfície para cerâmica *Ceramco II* para os quatro cimentos testados.

Della Bona et al.<sup>18</sup> (2002) avaliaram duas hipóteses:

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

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

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

Quarenta amostras de cada cerâmica foram confeccionadas e divididas em quatro grupos de dez de acordo com o tipo de tratamento de superfície empregado. O cimento resinoso utilizado foi o *Rely X* (3M) e a carga para cimentação foi de 0,73N. Todas as amostras foram estocadas por 24 horas a 37°C antes do ensaio de tração ( $v= 0,5$  mm/min). Foi realizada a análise de modo de falha por meio de microscopia óptica e eletrônica. Os valores de resistência adesiva variaram de 2,6 Mpa para o grupo da cerâmica *Duceram LFC* tratada com flúor fosfato acidulado até 11,4 Mpa para o grupo da cerâmica *Fortress* tratada com silano. A cerâmica *Duceram LFC* tratada com qualquer um dos três tipos de ácidos produziram os menores valores de resistência adesiva. O uso do silano produziu valores de resistência adesiva superiores quando comparado a qualquer um dos três tipos de ácidos independentemente da cerâmica utilizada. Não houve diferença estatística para a cerâmica tratada com flúor fosfato acidulado e com ácido com gel de amônia. O condicionamento com ácido fluorídrico produziu os maiores valores de resistência à tração para todas as cerâmicas utilizadas. A análise por MEV mostrou que todas as falhas ocorreram na zona adesiva. Os autores concluíram que o condicionamento com ácido fluorídrico foi mais efetivo que os outros dois ácidos. O uso do silano teve uma contribuição relevante para união da cerâmica com o cimento resinoso. O teste de tração mostrou-se adequado para testar a interface adesiva entre cimento e cerâmica pois todas as falhas ocorreram na zona adesiva.

Della Bona & Anusavice<sup>16</sup> (2002) testaram a seguinte hipótese: se o padrão da topografia superficial mudaria de acordo com o tipo de ácido, com a microestrutura e a composição da cerâmica. Foi realizada uma análise qualitativa e quantitativa da microestrutura de 15 cerâmicas: *Vita VMK opaco* (Vita), *Vita Omega opaque* (Vita), *Vita VMK95 dentina* (Vita), *Vita Omega dentina* (Vita), *Vitadur Alpha* (Vita), *Vitadur N core* (Vita), *Vitadur N dentina* (Vita), *Vita Hi-Ceram* (Vita), *Mirage II Fiber* (Mirage), *Mirage* (Mirage), *Fortress* (Mirage), *Colorlogic* (Ceramco), *IPS*

*Classic* (Ivoclar) e *Duceram LFC* (Ducera) por meio de MEV, difração óptica por raio X, perfilômetro óptico, análise espectroscópica dispersiva de comprimento de onda baseado na correção PRZ que é um tipo de esquema para correção de matriz que usa um jogo de equações para corrigir a absorção de raioX, o efeito do número atômico e a fluorescência de diferentes elementos das amostras. Quatro discos de 10mm de diâmetro e 3mm de espessura foram fabricados para cada tipo de cerâmica. Todas as amostras cerâmicas foram polidas com lixas d'água de 240 a 1200 e limpas em ultrassom com água destilada por 10 minutos. Os ácidos utilizados foram:

- a) ácido fluorídrico a 9.6%;
- b) flúor fosfato acidulado a 4%;
- c) ácido com gel de amônia a 10%

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

Garcia et al.<sup>22</sup> (2002) realizaram um estudo cujo objetivo foi fazer uma apresentação e discussão dos testes mecânicos mais rotineiramente empregados para avaliação da resistência de união de

materiais adesivos à estrutura dentária. Com relação ao teste de tração comentaram que um dos principais problemas com esse modo de teste foi a manutenção do alinhamento do corpo-de-prova durante o ensaio, evitando a orientação inadequada da força devido a uma geometria interfacial incorreta. Embora exista um dispositivo preconizado e sugerido pela *ISOTR 11405* como padrão para ser usado nos testes de tração, não há uma padronização de dispositivos para os estudos de tração. Já o teste de microtração que baseia-se na relação inversamente proporcional da área adesiva com a resistência de união, demonstrou que com a redução da área de teste havia um aumento proporcional dos valores de resistência adesiva e o modo de fratura dos espécimes ocorreria quase que na sua totalidade de forma adesiva, não se observando fraturas coesivas no substrato. A interpretação dos resultados dos testes de tração baseou-se na teoria de Griffith (1920) que demonstrou que a resistência coesiva de corpos sólidos diminuiu com o aumento de volume e da área de secção transversa. Isso foi devido ao fato de que espécimes de dimensões maiores continham mais defeitos estruturais que de dimensões menores. Como a interface adesiva não é uniforme, irregularidades de superfície, presença de bolhas e variações decorrentes do próprio procedimento de aplicação do agente de união estão presentes.

Leite et al.<sup>26</sup> (2003) avaliaram a resistência da união entre a superfície de uma cerâmica vítrea de di-silicato de lítio (*IPS Empress II, Ivoclar/Vivadent*) e dois cimentos resinosos (*Panavia F, Kuraray e RelyX 3M*). Foram confeccionados dois blocos da cerâmica para infra-estrutura IPS Empress II com dimensões de 6mmx6mmx5mm (recomendações do fabricante), os quais foram duplicados em resina composta (*Clearfil APX, Kuraray*). Uma das faces de cada bloco cerâmico (6mm x 5mm) foi tratada com ácido fluorídrico à 10%, silanizada e cimentada com os dois cimentos resinosos, sob carga constante de 750g, à face do bloco de resina composta correspondente. Passado o período de armazenagem (água

destilada por sete dias à 37°C), cada conjunto formado por cerâmica, cimento e resina foi seccionado no sentido X e Y, obtendo-se amostras com dimensões aproximadas de 10x1x1mm e área adesiva de 1 mm<sup>2</sup> ± 0,1. Dois grupos (n=10) foram constituídos:

- a) G1 - *Panavia F*;
- b) G2 - *Rely X*.

Cada amostra foi fixada com cianoacrilato num paquímetro adaptado e acoplado em máquina de ensaios universal (EMIC) com célula de carga de 10Kgf e velocidade de 0,5 mm/min. Os dados (Mpa) foram submetidos ao teste estatístico paramétrico *t* de amostras independentes cujos resultados indicaram que o grupo G1 (média = 45,809 ; DP = 5,21) não diferiu estatisticamente ( *t*= 1,21; gl=18; p-valor = 0,2412) do G2 (média = 49,442 ; DP = 7,918) ao nível de significância de 5%. Pela metodologia aplicada e os resultados obtidos é lícito concluir que os dois cimentos resinosos apresentaram a mesma resistência de união.

Spohr et al.<sup>44</sup> (2003) realizaram um estudo cujo objetivo foi avaliar a resistência à tração da união entre uma cerâmica para infraestrutura *IPS Empress (Ivoclar)* e materiais de fixação sob diferentes tratamentos de superfície cerâmicos, associados ou não à aplicação do silano. Foram confeccionados cento e vinte discos (5,5 x 2,5mm) que foram divididos em seis grupos. Cada grupo foi submetido aos seguintes tratamentos:

- a) G1 - jateamento com óxido de alumínio  
100 µm sem silanização;
- b) G2 - jateamento com óxido de alumínio  
100 µm + silano;
- c) G3 - jateamento com óxido de alumínio  
50 µm sem silanização;
- d) G4 - jateamento com óxido de alumínio  
50 µm + silano;

- e) G5 - condicionamento com ácido fluorídrico 10% por 20 segundos;
- f) G6 - condicionamento com ácido fluorídrico 10% por 20 segundos + silano.

Após, os discos em cerâmica dos grupos foram unidos em pares com o adesivo *Single Bond* e o cimento resinoso *Rely X ARC*. Em seguida, os cps foram armazenados em água destilada a 37°C durante 24 horas, seguido de quinhentos ciclos térmicos. Após, os cps foram submetidos ao ensaio de tração em máquina de tração Instron (Modelo 4411) com velocidade de 1mm/min. O tipo de falha foi verificado numa lupa estereoscópica com aumento de vinte vezes. As médias dos resultados foram:

- a) G1: 3,80 Mpa;
- b) G2: 8,35 Mpa;
- c) G3: 5,35 Mpa;
- d) G4: 11,84 Mpa;
- e) G5: 16,94 Mpa;
- f) G6: 25,36 Mpa;

Os resultados foram submetidos à análise de variância e ao teste de *Tukey* ( $p < 0.05$ ) e mostraram que o tratamento da superfície cerâmica com ácido fluorídrico 10% forneceu os maiores valores de resistência à tração ( $p < 0.05$ ) em relação ao jateamento com óxido de alumínio 50µm e 100µm, independente da silanização; a aplicação do silano aumentou a resistência de união em relação às superfícies sem sua aplicação, independente do tratamento de superfície usados. Houve uma predominância de falhas mistas nos cps.

O estudo da composição e microestrutura de um material cerâmico é importante para o entendimento das propriedades mecânicas, térmicas e ópticas. Boscato et al.<sup>8</sup> (2004) realizaram um estudo cujo objetivo foi caracterizar a microestrutura, composição e algumas propriedades físicas da nova cerâmica *Vita VM7* ((Vita

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

- a) E:58,1 Gpa;
- b)  $\nu$ : 0,25; d: 2,59 g/cm<sup>3</sup>.

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

Della Bona et al.<sup>20</sup> (2004) afirmaram que a retenção micromecânica na superfície cerâmica é um dos mecanismos de adesão às resinas. Realizaram um estudo cujo objetivo foi analisar o efeito de três ácidos sobre diferentes tipos de cerâmica, testando a hipótese de que o tratamento com ácido fluorídrico (AF) produz a maior média de rugosidade superficial (Ra) nos tipos de cerâmicas testadas. Espécimes de um vidro monofásico (*Duceram LFC, Ducera LC*), duas cerâmicas *feldspáticas* (*Ceramco II, Ceramco-C2; VMK95, Vita-VD*) e duas injetáveis sob calor, uma à base de leucita (*IPS Empress, Ivoclar, E1*) e outra à base de dissilicato de lítio (*IPS Empress 2, Ivoclar, E2*) foram fabricados e polidos até a lixa de 1200 e divididos em quatro grupos (n=10) para os seguintes tratamentos de superfície:

- a) AP- sem tratamento (controle);
- b) APF- fluorfosfatoacidulado a 4% (Mirage) por 2 minutos;

c) ABF- bifluoreto de amônia a 10% (Dentsply) por 1 minuto;

d) AF- AF a 9,5% (Ultradent) por 1 minuto.

Os valores de Ra obtidos foram medidos por um perfilômetro óptico (Wyko NT1000) e analisados estatisticamente por ANOVA. A MEV foi usada para análise qualitativa das mudanças topográficas. Os valores médios de Ra (nm) foram os seguintes:

a) LC: AP-91, APF-101, ABF-456, HF-982;

b) C2: AP-85, APF-175, ABF-317, HF-704;

c) VD: AP-95, APF-120, ABF-197, HF-1390;

d) E1: AP-117, APF-159, ABF-646, HF-799;

e) E2: AP-184, APF-194, ABF-545, HF-604.

Como conclusão os autores afirmaram que as médias de Ra foram estatisticamente maiores após o uso do HF, confirmando a hipótese inicial. MEV confirmou essa tendência revelando superfícies mais retentivas após a aplicação de HF.

Goracci et al.<sup>23</sup> (2004) realizaram um estudo cujo objetivo foi verificar se o substrato, a forma e a espessura dos espécimes utilizados para microtração têm uma influência significativa na mensuração da resistência de união. 64 molares humanos foram recém-extraídos e utilizados para obtenção dos espécimes. Os dentes foram aleatoriamente divididos em 16 grupos (n=4) de acordo com a região do substrato (esmalte e dentina), com a espessura da área de união (0.5mm, 1.0mm e 1.5mm) e com a forma do espécime (palito ou ampulheta). Os resultados mostraram que o substrato, a forma e a espessura dos espécimes tiveram efeito significativo na resistência adesiva ( $p < 0.05$ ). 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  $1\text{mm}^2$ .



Leite et al.<sup>27</sup> (2004) realizaram um estudo com o objetivo de avaliar a resistência adesiva entre uma cerâmica *feldspática* reforçada por leucita e dois cimentos resinosos: um com e outro convencional, sem MDP. Foram confeccionados quatorze blocos cerâmicos com *VITA Omega 900*<sup>®</sup> (VITA), conforme as recomendações do fabricante, com dimensões de 5 x 5 x 5mm, os quais foram duplicados em resina composta W3D MASTER (Wilcos). Uma das faces de todos os blocos cerâmicos foi tratada com ácido fluorídrico a 10% por 3 minutos (*Dentsply*) e um agente silano (*Dentsply*) foi aplicado. Os blocos tratados foram aleatoriamente divididos em dois grupos, conforme o cimento resinoso:

- a) G1: *Panavia F* (com MDP);
- b) G2: *RelyX* (sem MDP).

As recomendações dos fabricantes de cada cimento foram seguidas, e a cimentação foi realizada aos blocos correspondentes de resina composta, sob carga constante de 750g. Após a armazenagem (água destilada / sete dias / 37°C), cada bloco cimentado foi seccionado nos eixos X e Y, obtendo-se aproximadamente dez corpos-de-prova (cps) (área adesiva de  $1 \pm 0,2$  mm<sup>2</sup>) por bloco cimentado. Cada cp foi fixado em um paquímetro adaptado e o teste de microtração foi realizado em um máquina de ensaio universal (EMIC) com célula de carga de 10kgf e velocidade de 1mm/min. As médias dos cps de cada bloco foram obtidas (n=7) e submetidas ao teste *t-Student* cujos resultados indicaram que o G1 (média=16,07Mpa; dp=3,61) não diferiu estatisticamente (p=0,95) do G2 (média=13,71Mpa; dp=3,33) ao nível de significância de 5%. Os autores concluíram que o cimento resinoso convencional e o MDP modificado apresentaram resistência adesiva semelhante à cerâmica avaliada.

Rosa et al.<sup>35</sup> (2004) determinaram a tenacidade de fratura (Kc) e a dureza (H) da cerâmica *Vita VM7* (Vita Zanhfabrik). Kc é a propriedade que descreve a resistência de materiais à propagação da fratura. H é a resistência de um material à deformação permanente. Dez cps da *Vita VM7* (9 x 2,5mm) foram fabricados de acordo com as

instruções do fabricante e norma ISSO 6872. Os cps foram polidos com papel metalográfico de granulação de 1200 e pasta de diamante de 4 e 1µm. O estresse residual foi removido com uma queima adicional de 50°C acima da Tg da cerâmica. Cada cp sofreu três penetrações de *Vickers* (carga de 1,5Kg e tempo=30s) em um micrudurômetro (Shimadzu, Japão), totalizando trinta aferições. As diagonais das penetrações e as trincas radiais foram medidas e os valores de H e Kc foram calculados de acordo com a fórmula:  $H=0,5 (P/a^2)$  e  $Kc= 0,028 (E/H)^{1/2}Ha^{1/2}(c/a)^{-3/2}$  onde P é a carga aplicada, a é a metade da diagonal da penetração, E é o módulo de elasticidade (58Gpa) e c é o tamanho da trinca radial. A fórmula de Kc foi selecionada de acordo com a relação c/a. Os valores médios e desvio padrão de H (Gpa) e Kc (Mpam<sup>-1/2</sup>) foram calculados e são respectivamente: 10,6±0,5 e 0,874±0,09. Os autores concluíram que os valores médios de Kc e H da cerâmica vítrea bifásica VM7 estão em concordância com os valores de outras cerâmicas da mesma classe.

Saraçoğlu et al.<sup>37</sup> (2004) realizaram um estudo cujo objetivo foi avaliar o efeito de vários tratamentos de superfície sobre a resistência de união entre uma cerâmica injetável sob calor à base de leucita e um cimento resinoso. Foram confeccionadas 198 amostras de *IPS Empress* (Ivoclar Vivadent) que foram divididas aleatoriamente em nove grupos (n=22). Vinte amostras de cada grupo foram ensaiadas e as outras duas foram preparadas para serem analisadas no MEV. Os nove grupos do estudo foram os seguintes:

- a) G1- condicionamento com ácido fluorídrico 4,9% por 10 segundos;
- b) G2- condicionamento com ácido fluorídrico 4,9% por 20 segundos;
- c) G3- condicionamento com ácido fluorídrico 4,9% por 40 segundos;
- d) G4- condicionamento com ácido fluorídrico 9,5% por 10 segundos;

- e) G5- condicionamento com ácido fluorídrico 9,5% por 20 segundos;
- f) G6- condicionamento com ácido fluorídrico 9,5%% por 40 segundos;
- g) G7- condicionamento com ácido ortofosfórico 40% por 40 segundos;
- h) G8- jateamento com óxido de alumínio 50um;
- i) G9- asperização com ponta diamantada.

Em seguida todas as amostras foram limpas com jato de ar/água e colocadas em ultra-som com água destilada por 10 minutos. Todas as amostras foram silanizadas e em seguida procedeu-se a cimentação adesiva. As amostras foram armazenadas em água destilada por um mês até a realização do ensaio de cisalhamento. Os resultados mostraram que houve uma diferença estatística significativa entre as médias de resistência de união dos grupos. O valor mais baixo foi obtido pelo grupo condicionamento com ácido ortofosfórico 40% por 40 segundos ( $12,6 \pm 2,0$  Mpa). Houve diferença estatisticamente significativa entre os grupos tratados com ácido fluorídrico, sendo o grupo 6 condicionamento com ácido fluorídrico 9,5%% por 40 segundos o que apresentou os maiores valores de resistência de união. O jateamento com óxido de alumínio 50um e asperização com broca foram mais eficientes que o condicionamento com ácido ortofosfórico a 40% por 40 segundos. O condicionamento com ácido fluorídrico foi mais efetivo independentemente da concentração e do tempo de condicionamento. A análise pelo MEV revelou diferenças nos padrões topográficos entre os grupos do condicionamento ácido. Os autores concluíram que o condicionamento com ácido fluorídrico produziu os maiores valores de resistência de união que os outros métodos. Os valores de resistência de união foram diretamente proporcionais a um aumento de tamanho e

profundidade dos poros. O condicionamento com ácido fluorídrico 9,5%% por 40 segundos obteve os maiores valores de resistência de união em comparação aos outros métodos e as outras concentrações e tempos de condicionamento ácido.

### 3 PROPOSIÇÃO

O objetivo no presente trabalho foi avaliar duas hipóteses:

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

b- a limpeza em ultra-som com água destilada dos precipitados do ácido fluorídrico formados sobre a superfície cerâmica após o condicionamento ácido, independentemente do tempo de condicionamento, aumenta os valores de resistência de união entre uma cerâmica feldspática e um cimento resinoso.

## 4 MATERIAL E MÉTODO

### 4.1 Materiais

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

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

<b>Material</b>	<b>Nome comercial</b>	<b>Fabricante</b>
Cerâmica	VITA VM®7	VITA Zahnfabrik, Bad Säckingen, Alemanha
Resina composta microhíbrida fotopolimerizável	W3D MASTER	Wilcos do Brasil Ind. e Com. Ltda., RJ, Brasil
Ácido fluorídrico a 10%	Condicionador de Porcelanas	Dentsply, Petrópolis, RJ, Brasil
Silano	Porcelain Primer	Bisco, Schaumburg, IL, EUA
Cimento resinoso convencional	RelyX™ ARC	3M Dental Products Division, St Paul, MN, EUA

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

<b>Nome comercial</b>	<b>Composição</b>
VITA VM®7	Si :19,6%; Al:4,9%; K: 4,0%; Na: 2,4%; Ca: 0,7%; C: 25,7% e O: 42,2%
W3D MASTER	Monômeros metacrílicos, sílica pirogênica, silicato de bário e alumínio
Ácido fluorídrico a 10%	Ácido fluorídrico, água, espessante e corante
Porcelain Primer	$\gamma$ -metacriloxipropiltrimetoxi-silano hidrolisado
RelyX™ ARC	Pasta A: Bis-GMA, TEGDMA, partículas de zircônio/sílica, fotoiniciador, pigmentos. Pasta B: Bis-GMA, TEGDMA, partículas de zircônio/sílica, peróxido de benzoila

#### 4.2 Método

Inicialmente, foi confeccionado um padrão de resina acrílica com dimensões de 6mm de espessura, 8mm de altura e 8mm de comprimento, com o objetivo de se obter blocos de cerâmica com tamanhos semelhantes para todos os grupos (Figura 1).

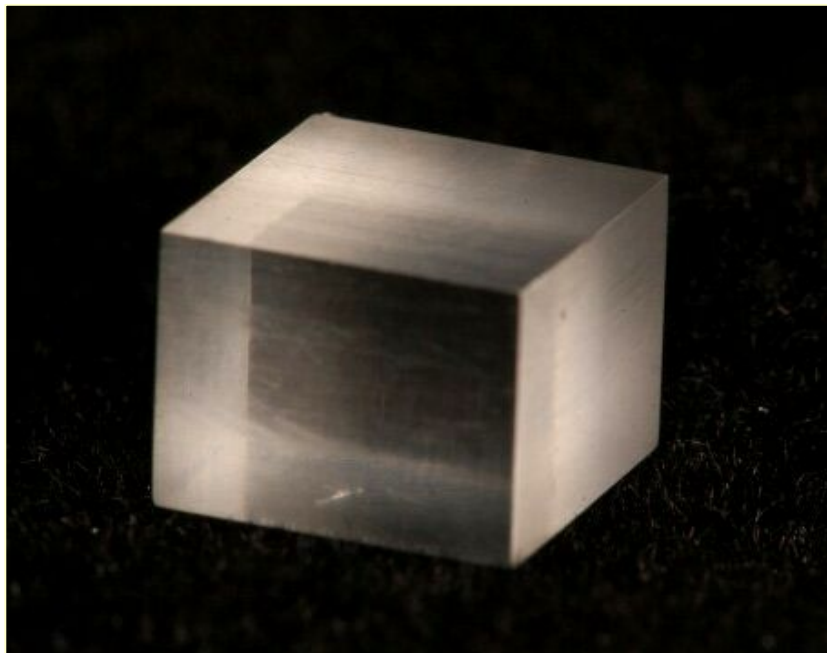


FIGURA 1- Padrão de resina acrílica.

A partir desse padrão, foram confeccionados 48 blocos cerâmicos que foram cimentados a blocos de resina composta e o conjunto foi fatiado em várias microamostras que foram submetidas ao ensaio de microtração (etapas descritas a seguir).

#### 4.2.1 Confeção, controle de qualidade e refinamento dos blocos cerâmicos

O padrão resina acrílica foi moldado com a massa densa de uma silicona por reação de adição (Splash Super Hydrophilic Impression Material, Discus Dental). Obtendo-se então um molde do bloco cerâmico e da superfície de colagem (Figura 2a). O molde foi isolado com óleo mineral (Figura 2b), antes da preparação da cerâmica que seguiu a recomendação do fabricante. O pó Vita VM7 Dentin 5M2 (Vita Zanhfabrik) e o líquido modelador (Modeling Liquid for Vita VM7) foram misturados até a obtenção de uma massa. Com auxílio de uma



espátula, pequenas porções dessa massa foram colocadas no interior do molde de silicona por reação de adição (Figura 2c e 2d) e vibradas para melhor assentamento da mesma, até completar todo o espaço. O excesso de líquido modelador foi removido com papel absorvente macio (Figura 2e e 2f). No final, foram obtidos 48 blocos da cerâmica de cobertura VITA VM®7 Dentin M2 (VITA Zahnfabrik) os quais foram sinterizados sobre base refratária no forno Vacumat (VITA Zahnfabrik) seguindo os ciclos de queima recomendados pelo fabricante (Figura 3a). Considerando que a contração de sinterização da cerâmica é em torno de 20%, os blocos pós-sinterização tinham as dimensões aproximadas de 6,4mm x 6,4mm x 4,8mm (Figura 3b). A estrutura interna de cada bloco cerâmico sofreu uma verificação radiográfica a fim de se observar possíveis falhas no interior do corpo (como bolhas por exemplo). A presença de defeitos internos determinou sua exclusão do estudo

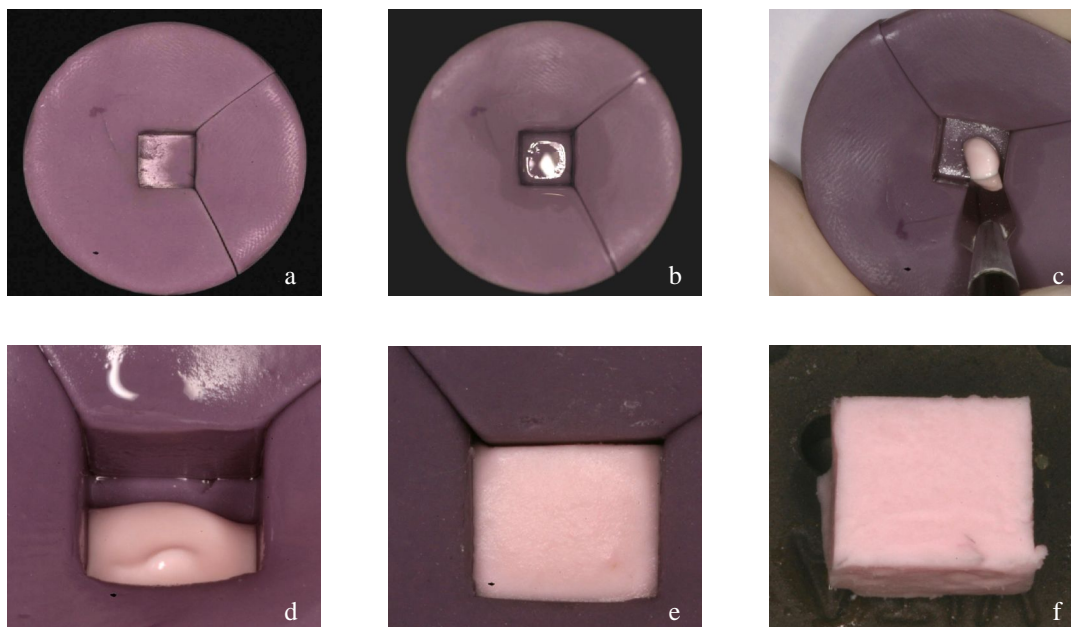


FIGURA 2- Seqüência de confecção dos blocos cerâmicos: a- molde do bloco cerâmico; b- molde isolado com óleo mineral; c- início da inserção da massa; d- visão mais próxima da massa; e- molde preenchido; f- bloco cerâmico antes da cocção.

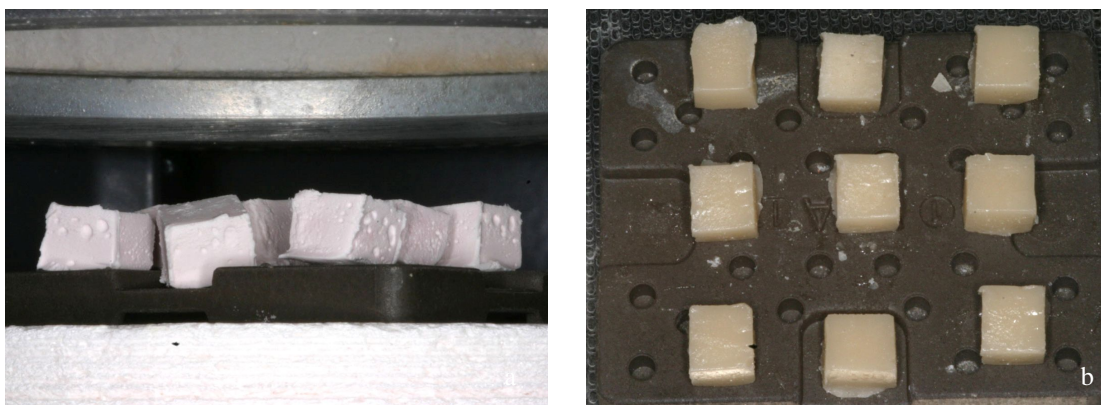


FIGURA 3- a- Blocos cerâmicos antes da sinterização ;b- blocos cerâmicos após a sinterização.

Após a remoção dos excessos de cerâmica das amostras com discos de diamante em baixa rotação (KG-Sorensen), a superfície escolhida para colagem (6,4mmx6,4mm) foi planificada manualmente, com umedecimento constante com água, empregando lixas d'água de granulações nº 600, 800, 1000 e 1200 (DELLA BONA et al.<sup>19</sup> 2000) e submetidas à limpeza em ultra-som com água destilada por 5 minutos (Vitasonic)(Figura4). Esses passos viabilizaram um contato mais uniforme entre a superfície da cerâmica e do bloco de resina composta, pelo agente cimentante .



FIGURA 4- Blocos cerâmicos no aparelho sônico.



FIGURA 5- Blocos cerâmicos.

#### 4.2.2 Obtenção dos blocos de resina composta

Primeiramente, cada bloco cerâmico (não-tratado) (figura 5) foi moldado com silicona por reação de adição de massa densa (Aquasil-Dentsply), com a superfície de colagem voltada para baixo, de modo que a mesma ficasse impressa na massa de moldagem, assim como todo o segmento cerâmico (Figura 6a). Após a polimerização do material de moldagem, cada segmento cerâmico foi removido do interior do molde de silicona por reação de adição (Figura 6b) e dentro do mesmo foi condensada a resina composta (W3D Master-Wilcos) em incrementos de 2mm (Figura 6c) e cada incremento foi fotopolimerizado por 40 segundos (UltraLED-Ultradent) (Figura 6d) até preenchimento completo do molde (Figura 6e), obtendo-se uma amostra de compósito para cada segmento cerâmico (KERN & THOMPSON<sup>25</sup>, 1995). A superfície de

colagem da resina composta tinha, então, o mesmo desenho da superfície de colagem do segmento cerâmico (Figura 6f).

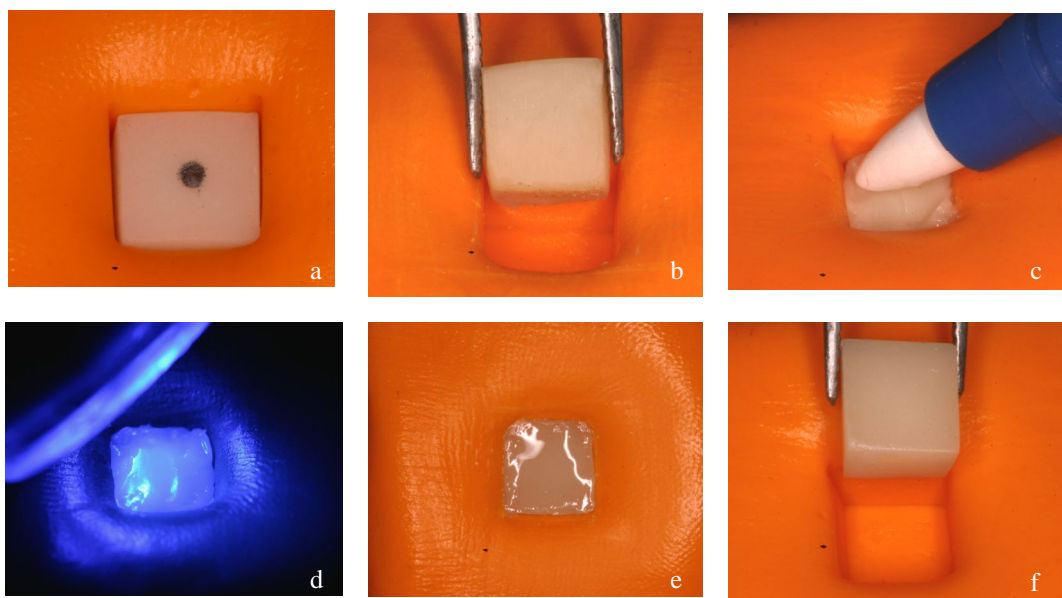


FIGURA 6- Seqüência de confecção do bloco de resina composta: a- moldagem do bloco cerâmico; b- remoção do bloco cerâmico; c- condensação da resina composta; d-fotopolimerização da resina composta; e- molde preenchido; f- amostra de polímero obtida.

Em seguida, os 48 blocos cerâmicos foram divididos aleatoriamente em seis grupos (n=8) (Quadro 3), conforme o tempo de condicionamento com ácido fluorídrico a 10% (AF) (Dentsply- Brasil) e quanto à limpeza ou não do precipitado ácido em ultra-som com água destilada por 4 minutos.

Quadro 3- Descrição da divisão dos grupos deste estudo conforme o tempo de condicionamento com ácido fluorídrico a 10% e quanto à limpeza ou não em ultra-som com água destilada por 4 minutos do precipitado ácido

<b>Grupo</b>	<b>(n)</b>	<b>Tempo de condicionamento</b>	<b>Limpeza em ultra-som</b>
1	8	20 segundos	–
2	8	1 minuto	–
3	8	2 minutos	–
4	8	20 segundos	4 minutos
5	8	1 minuto	4 minutos
6	8	2 minutos	4 minutos

Todos os blocos cerâmicos dos grupos 1, 2 e 3 foram condicionados com ácido fluorídrico a 10% em diferentes tempos (Figura 7a; 7b e 7c) e após o condicionamento com ácido fluorídrico a 10% foram lavados com jatos ar-água por 60 segundos e secos com jato de ar por 30 segundos (Figura 7d). Os blocos cerâmicos dos grupos 4, 5 e 6 após o condicionamento com AF foram lavados com jatos ar-água por 60 segundos e limpos em ultra-som com água destilada por 4 minutos, após esse procedimento, foram secos com jato de ar por 30 segundos

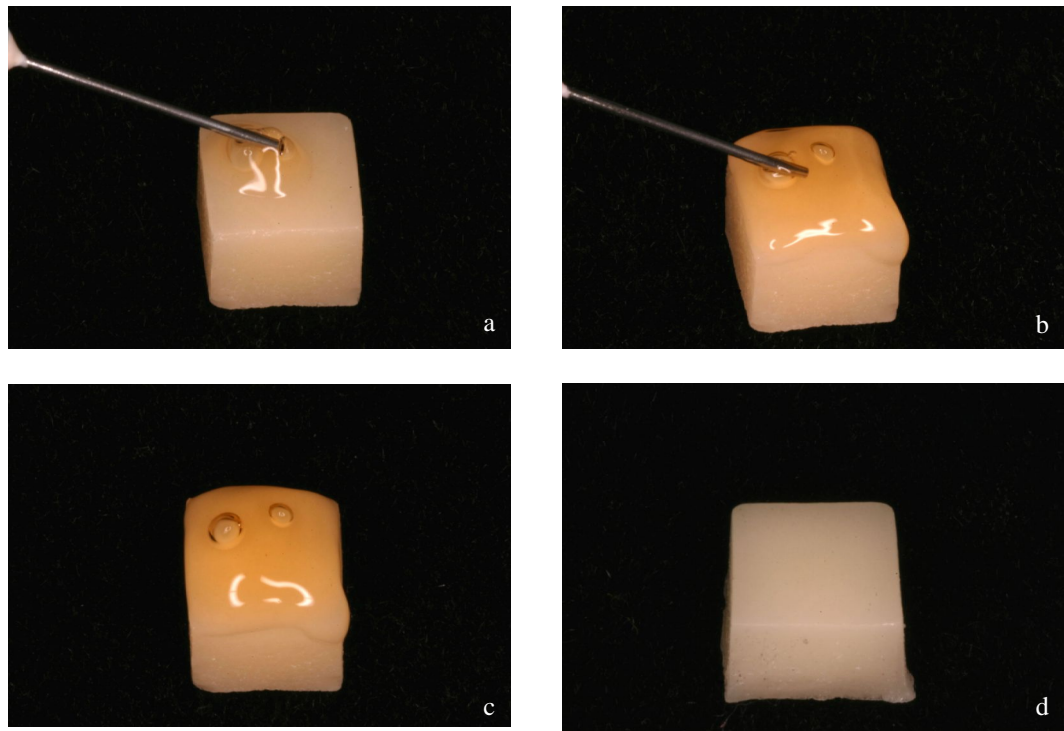


FIGURA 7- Seqüência de condicionamento com ácido fluorídrico a 10% das superfícies cerâmicas: a- início da aplicação do ácido fluorídrico sobre a superfície cerâmica; b e c- ácido fluorídrico aplicado sobre a superfície cerâmica; d- superfície cerâmica condicionada pelo ácido fluorídrico.

#### 4.2.3 Cimentação dos blocos

Separou-se os pares correspondentes: bloco cerâmico e bloco de resina composta antes de iniciar o procedimentos de cimentação (Figura 8a). Inicialmente, a superfície de colagem de cada bloco cerâmico recebeu uma aplicação do agente de silanização Porcelain Primer (Bisco) durante 4 minutos e foi seca com jato de ar por 5 segundos (Figura 8b). Cada bloco cerâmico foi unido ao bloco correspondente de resina composta, empregando o agente cimentante resinoso RelyX™ ARC (3M - ESPE) que foi manipulado segundo as recomendações do seu fabricante e aplicado com o auxílio de uma espátula plástica sobre a superfície já tratada de cada segmento cerâmico. Este conjunto foi posicionado em um delineador adaptado (Figura 8c) para cimentação com a superfície de cimentação perpendicular à aplicação de uma carga vertical estática de 750g (KERN & THOMPSON<sup>25</sup>, 1995; WEGNER & KERN<sup>54</sup>, 2000) utilizada durante todo o procedimento (10 minutos).

Após o posicionamento do conjunto cerâmica-cimento-resina os excessos de cimento foram removidos, foi realizada a fotopolimerização por 40 segundos em cada margem da linha adesiva utilizando uma unidade foto-ativadora (Ultra LED- Ultradent) (Figura 8d). Os conjuntos cerâmica-cimento-resina composta foram lavados com jato de ar-água e armazenados em água destilada a 37°C durante sete dias, até a preparação das amostras (modificado de KERN & THOMPSON<sup>25</sup>, 1995; AWLIYA et al.<sup>5</sup>, 1998)

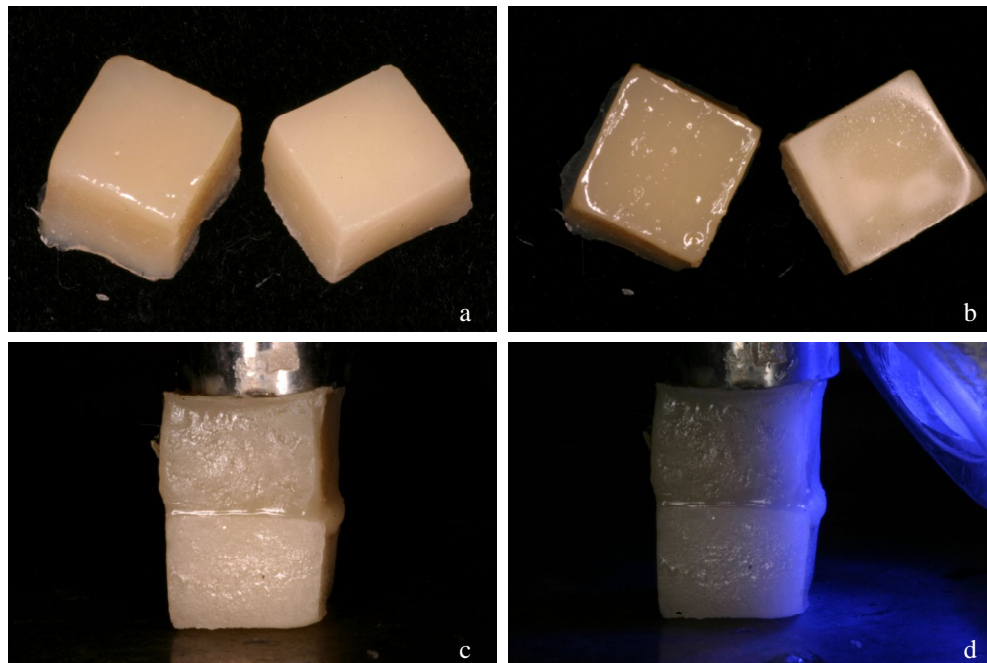


FIGURA 8- Sequência de cimentação: a- bloco cerâmico e o seu correspondente de resina composta; b- bloco cerâmico após silanização; c- conjunto bloco cerâmico-cimento-bloco de resina composta posicionado no delineador adaptado; d- fotopolimerização do conjunto conjunto bloco cerâmico-cimento-bloco de resina composta.

Ao final desta etapa foram obtidos 8 conjuntos cerâmica/cimento/resina composta (n=8) para cada grupo do estudo.

#### 4.2.4 Preparação dos corpos-de-prova para o ensaio de microtração.

Para a execução dos cortes foram utilizados discos diamantados de aço ref 34570 (Microdont) em baixa rotação, adequadamente refrigerados com água, montados em peça-de-mão (Kavo Ind.e Com.Ltda) acoplada a uma torno mecânico modificado, com



calibragem nos eixos x e y, com possibilidade de corte em ambas as direções (Figura 9) (ANDREATA FILHO et al.<sup>3</sup>, 2002) do Departamento de Materiais Dentários e Prótese da Faculdade de Odontologia de São José dos Campos.

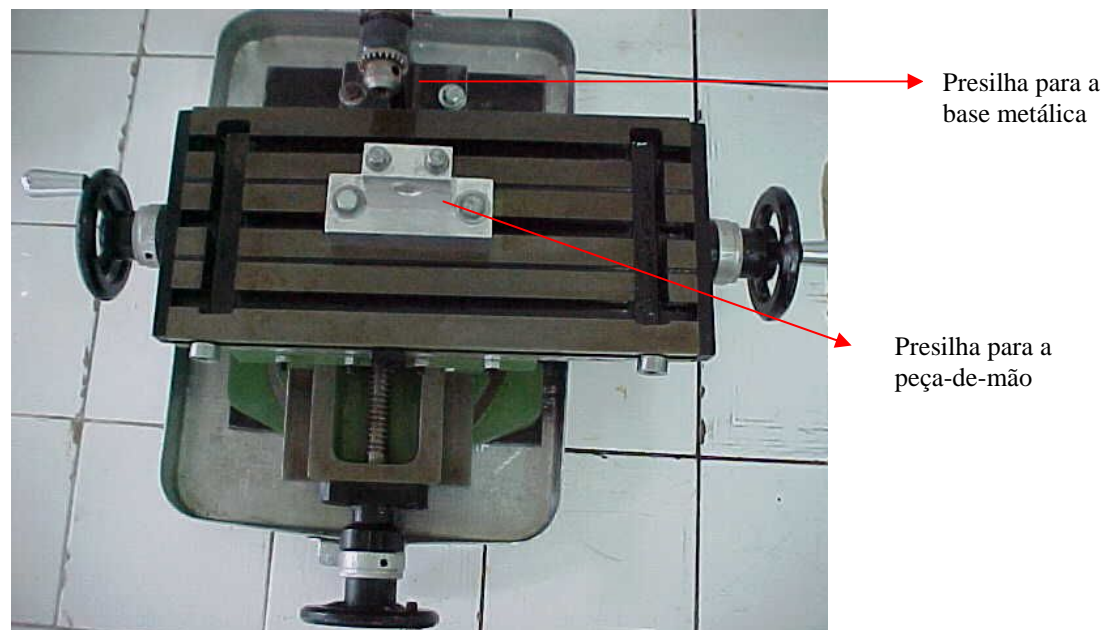


FIGURA 9- Torno mecânico modificado.

Inicialmente cada conjunto bloco cerâmico-cimento-bloco de resina composta foi fixado com adesivo cianoacrilato (Super Bonder, Loctite, Brasil) em uma base metálica cilíndrica, que por sua vez foi acoplada à garra da máquina de corte (Figura 10a e b). Foi requisito fundamental que cada conjunto bloco cerâmico-cimento-bloco de resina composta estivesse posicionado perpendicularmente ao disco diamantado, de forma a obter cortes o mais regulares possíveis fazendo com que a espessura das “fatias” obtidas fosse homogênea. Após a calibragem da máquina de corte, operação repetida a cada novo procedimento de corte, foi realizado o primeiro corte que eliminou uma

porção da extremidade do cps ( $\pm 0,5$  mm), pois poderia existir o risco de haver excessos (*flash*) de cimento ao redor da interface adesiva, o que poderia influenciar diretamente nos valores de resistência à microtração (Figura 10c). Posteriormente foram feitos três cortes no conjunto bloco cerâmico-cimento-bloco de resina composta produzindo fatias com  $1 \pm 0,05 \text{ mm}^2$  de espessura.

Uma dessas três primeiras fatias foi girada em  $90^\circ$  e novamente fixada na base metálica (Figura 10d). A primeira secção eliminou a extremidade do cps ( $\pm 0,5$  mm), pela mesma razão já abordada (Figura 10e). Outras três secções foram fatiadas, também com  $1 \pm 0,05 \text{ mm}^2$  de espessura. Este mesmo processo foi seguido nas outras duas fatias, perfazendo um total de nove microamostras para cada conjunto de cerâmica-resina composta colados que apresentou as seguintes características: (a) formato retangular; (b) secção transversal quadrangular - simétricas, (c) área adesiva de  $1 \pm 0,05 \text{ mm}^2$ , (d) comprimento de  $\pm 8$  mm (Figura 10f) (SHONO et al.<sup>41</sup>, 1999; DELLA BONA et al.<sup>19</sup>, 2000).

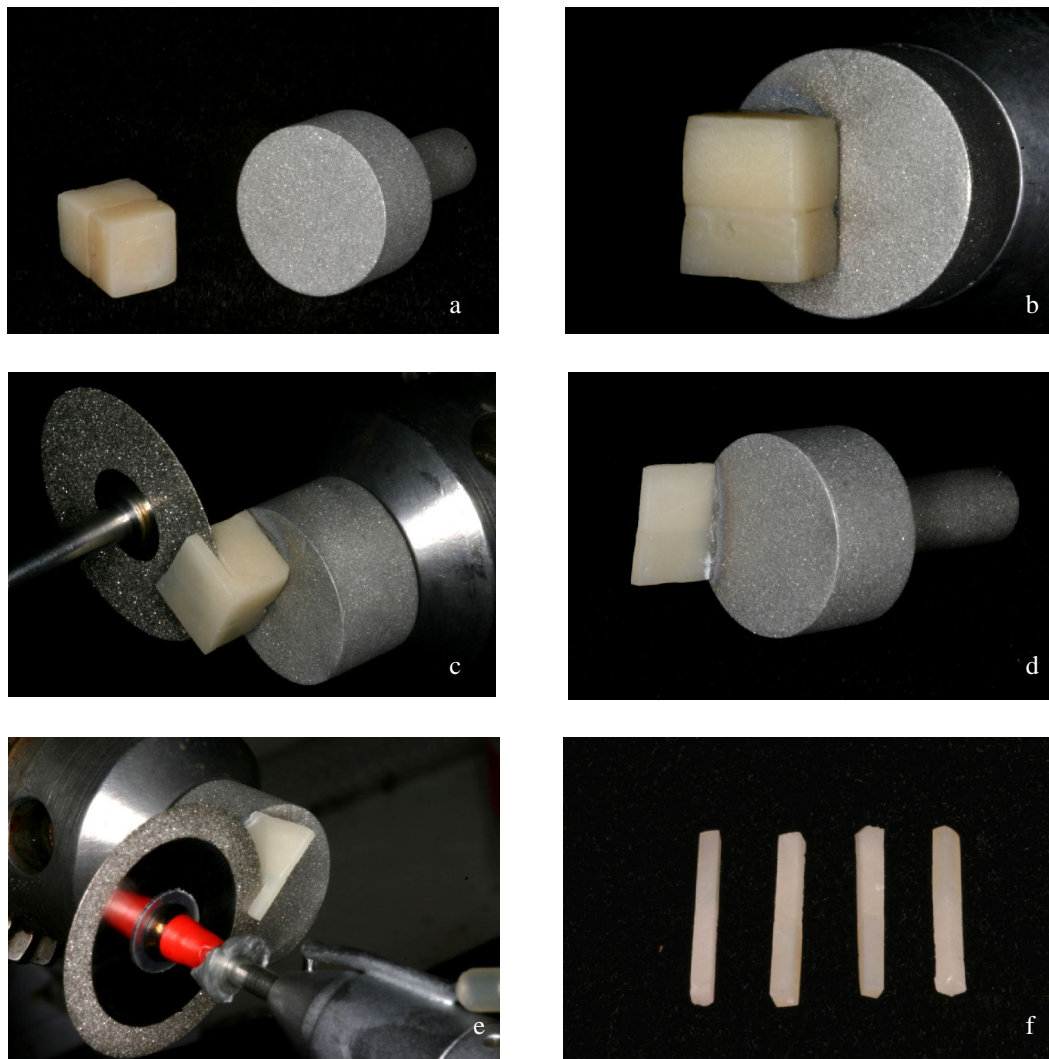


FIGURA 10 - Sequência da preparação dos corpos-de-prova para o ensaio de microtração: a- conjunto bloco cerâmico-cimento-bloco de resina composta e base metálica; b- conjunto bloco cerâmico-cimento-bloco de resina composta fixado na base metálica; c-corte do conjunto bloco cerâmico-cimento-bloco de resina composta; d- fatia obtida; e-corte da fatia para obtenção das microamostras; f- microamostras obtidas.

#### 4.2.5 Ensaio de microtração

Para o ensaio de microtração cada microamostra foi fixada com adesivo cianocrilato (Super Bonder, Loctite) nas garras de um paquímetro adaptado o mais perpendicular possível à força aplicada a fim de evitar forças de torção na zona adesiva (BIANCHI<sup>6</sup>, 1999). Somente as extremidades da microamostra foram utilizadas para a fixação, de tal forma que a zona adesiva permanecesse localizada no espaço entre as garras do paquímetro. O conjunto paquímetro-microamostra (Figura 11) foi acoplado à uma máquina de ensaios universal (EMIC DL 1000) e submetido à tração ( $v=1\text{mm/min}$ , célula de carga de 10kgf) até o rompimento da união (BIANCHI<sup>6</sup>, 1999; SHONO et al.<sup>41</sup>, 1999; DELLA BONA et al.<sup>19</sup>, 2000).

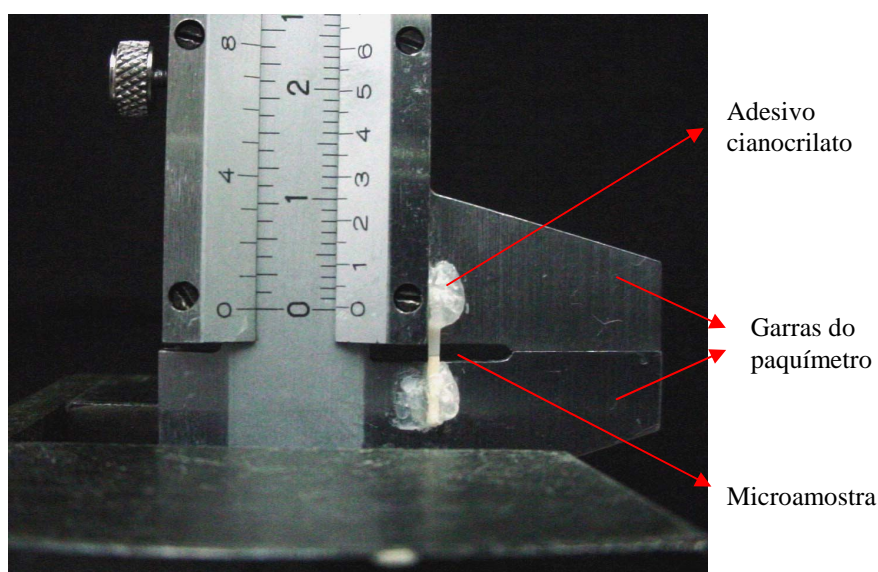


FIGURA 11 – Conjunto paquímetro-microamostra.

A área de todas as microamostras foi medida antes da execução do ensaio, empregando um paquímetro digital (Starret Indústria e Comércio Ltda) com precisão de centésimo de milímetro. O valor da área juntamente com o valor de carga para rompimento da união, serviu para calcular a resistência da união à tração (MPa) que foi calculada pela seguinte fórmula:  $R_t = F/A$ , onde:  $R_t$  é a resistência à tração; F, a força aplicada; e A, área de união cerâmica/cimento/resina composta.

#### 4.2.6 Delineamento experimental

Em nosso experimento, cuja unidade experimental foi o bloco cerâmico, seguiu-se um esquema fatorial tipo 2 x 3, com oito repetições. As variáveis independentes foram: limpeza em ultra-som com água destilada (2 níveis: presença e ausência) e tempo de condicionamento (três níveis: 20s; 1 minuto e 2 minutos). A variável resposta (ou dependente) foi a resistência adesiva obtida no ensaio de tração entre a cerâmica e o agente cimentante de cada uma das seis condições experimentais. Para a análise dos 48 dados obtidos foi utilizado o programa computacional STATISTICA (versão 5.5, StatSoft Inc., 2000). Efetuou-se a estatística descritiva (média e desvio padrão) e a inferencial, mediante o teste paramétrico ANOVA, dois fatores. O nível de significância adotado foi o valor convencional de 5%.

#### 4.2.7 Análise microscópica

##### 4.2.7.1 Análise por microscopia óptica

Após a realização dos ensaios de resistência à tração, as superfícies das microamostras foram examinadas em uma lupa

estereoscópica (Microscopia óptica ZEISS MC 80 DX) com 50 vezes de aumento para determinação do padrão de falha na interface cerâmica/cimento. Assim a falha foi classificada em: adesiva, coesiva ou mista.

#### 4.2.7.2 Análise topográfica por microscopia eletrônica de varredura (MEV)

Para a análise da microestrutura da cerâmica do estudo e para a análise do padrão de tratamento de superfície com os diferentes tempos de condicionamento ácido, da presença de precipitados ácidos e da verificação da limpeza em ultra-som com água destilada dos precipitados ácidos, em microscópio eletrônico de varredura (MEV) (Jeol-JSM-T330A- Scanning Microscope-Japan<sup>1</sup>) (Figura 12) em aumentos de 500 a 2000 vezes foram confeccionados dois blocos cerâmicos adicionais de cada grupo do estudo. Um par de microamostra representativo de cada grupo foi utilizado para ilustração do modo de falha em MEV (Jeol-JSM-T330A- Scanning Microscope-Japan<sup>\*</sup>) com aumentos de 150 vezes.

A obtenção das imagens foi conseguida pelo princípio da reflexão do feixe de elétrons secundários que foi projetado sobre a superfície da amostra por meio de um MEV. As amostras foram posicionadas numa plataforma de alumínio *stub*, e realizou-se um recobrimento com uma fina camada condutora de ouro (50 a 100 Ångstron), depositado via vaporização ou *sputtering* iônico na máquina metalizadora Denton Vacuum Inc (Modelo Desk II) (Figura 13).

---

<sup>\*</sup> Laboratório Associado de Sensores e Materiais, no Centro de Tecnologia Aero Espacial, no Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais - LAS/CTE/INPE

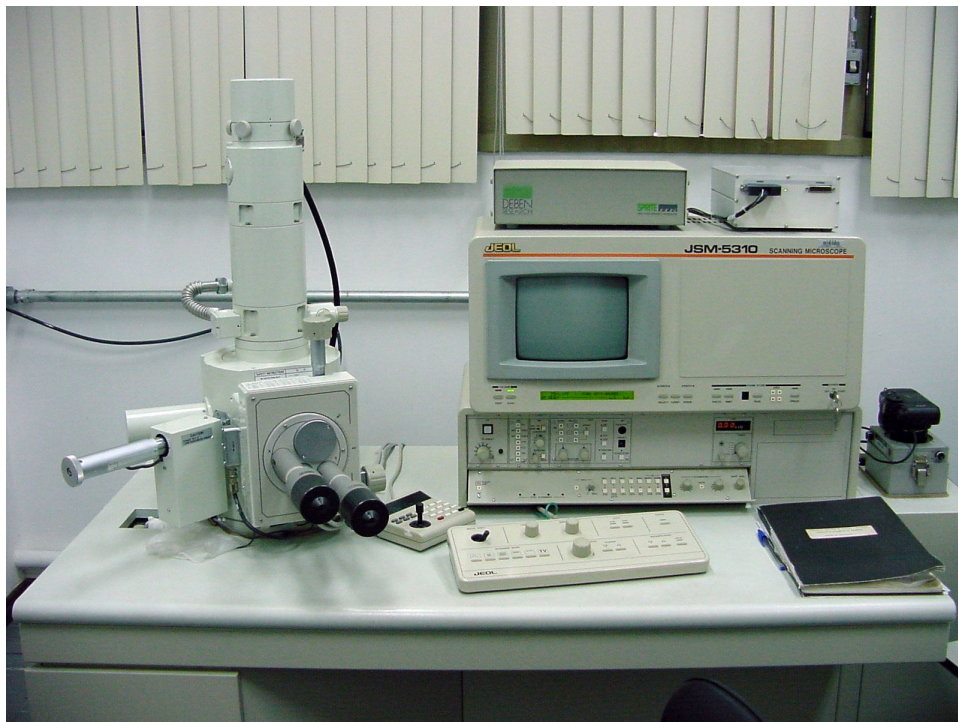


FIGURA 12- Microscópio eletrônico de varredura



FIGURA 13- Máquina metalizadora Denton Vacuum Inc

#### 4.2.8 Análise química e mapeamento de superfície via MEV+EDS

A análise dos elementos químicos presentes nos substratos cerâmicos foi feita pela técnica de EDS (Espectrometria por Energia Dispersiva de Raios X ou *Energy Dispersive Spectrometry* – EDS). A técnica EDS é baseada na análise das energias características de raios X emitidos por cada elemento componente de uma amostra, como resultado da incidência de um feixe de elétrons na superfície da amostra analisada. O espectrômetro EDS está acoplado ao microscópio eletrônico de varredura (MEV) utilizado para as análises.

Foi confeccionado um bloco cerâmico adicional de cada grupo do estudo para a realização das leituras da superfície cerâmica para análise dos elementos químicos presentes na superfície do mesmo utilizando a técnica de EDS (Espectrometria por energia dispersiva ou *Energy Dispersive Spectrometry* - EDS), por mapeamento por área para se verificar a presença ou não dos elementos do precipitado do AF na superfície cerâmica. O mesmo procedimento foi realizado em um bloco cerâmico que não teve sua superfície condicionada com o intuito de se identificar os elementos químicos presentes na microestrutura da cerâmica utilizada para este estudo.

As imagens do MEV (200 x) para o mapeamento de superfície foram obtidas no modo de baixo vácuo com pressão de 40 Pa e foram realizadas no modo de elétrons secundários com 20 kV de voltagem de aceleração e com uma distância de trabalho de 15mm. A região mapeada tinha a dimensão de 1,3mm x 1,3mm.

A microanálise de raios X foi realizada na superfície de cada bloco cerâmico utilizando-se: um MEV modelo LEO1450VP, da LEO-Zeiss, Inglaterra e um sistema EDS da Oxford com programa INCA *Energy* e detector EDS de 133 eV de resolução\* (Figura 14). As leituras de cada amostra foram realizadas a uma distância de trabalho de 15 mm

---

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



e 20 kV de voltagem de aceleração (20 keV de energia de aceleração). As imagens das amostras foram obtidas utilizando o modo de elétrons retroespalhados. Os espectros de raio X foram obtidos com a aquisição de 50 s.

Não foi necessária aplicação de cobertura condutora nas amostras.

Desta forma, as análises composicionais foram realizadas pela obtenção de espectros de concentração de cada elemento químico presente em cada uma seis amostras de análise.



FIGURA 14- MEV e EDS.

## 5 RESULTADOS

### 5.1 Ensaio de resistência à tração

A influência dos três valores de tempo de condicionamento ácido e da limpeza ou não do precipitado ácido em ultra-som com água destilada, sobre a resistência adesiva entre a cerâmica e o cimento resinoso, constituíram as seis condições experimentais estudadas. A estatística descritiva dos dados obtidos nessas condições estão apresentados na Tabela 1, mostrada a seguir.

Tabela 1- Média ( $\pm$ desvio padrão) dos dados de resistência adesiva (MPa) obtidos para os diferentes tempos de condicionamento com ácido sob duas condições de limpeza em ultra-som com água destilada do precipitado ácido

Tempo de condicionamento	Limpeza em ultra-som com água destilada do precipitado ácido		Linha (média $\pm$ desvio-padrão)
	Sem limpeza	Com limpeza	
20 s	16,21 $\pm$ 3,38	19,38 $\pm$ 4,21	17,80 $\pm$ 4,03
1 min	14,70 $\pm$ 1,19	19,18 $\pm$ 0,82	16,94 $\pm$ 2,51
2 min	17,75 $\pm$ 3,89	20,04 $\pm$ 1,09	18,90 $\pm$ 3,00
coluna (média $\pm$ desvio-padrão)	16,22 $\pm$ 3,18	19,54 $\pm$ 2,47	

Verificou-se, com a informação acima que os valores médios de resistência adesiva com a limpeza em ultra-som com água destilada do precipitado ácido são superiores aos valores obtidos sem a limpeza do precipitado ácido em ultra-som com água destilada, independentemente do tempo de condicionamento ácido.

Quando se aplicou o teste ANOVA para estudo da influência das variáveis: tempo de condicionamento ácido e condição da limpeza do precipitado ácido em ultra-som com água destilada verificou-se que o efeito conjunto dessas duas variáveis é estatisticamente não significativa, Tabela 2.

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

Fonte de variação	gl	SQ	QM	F	p
Condição da limpeza com água destilada em ultra-som	1	132,00	132,00	16,66	0,001*
Tempo de Condicionamento ácido	2	30,74	15,37	1,94	0,156
Interação	2	9,71	4,86	0,61	0,547
Resíduo	42	332,80	7,92		
Total	47	505,25			

\*p<0,05

Tendo em vista que o efeito interação das duas variáveis foi estatisticamente não significativa considerou-se, então, o efeito da limpeza do precipitado ácido em ultra-som com água destilada que foi estatisticamente significativa.

O efeito interação não significativa indicou que o ganho de resistência adesiva (MPa) com a limpeza do precipitado ácido em ultra-som com água destilada foi a mesma para os diferentes tempos de condicionamento ácido (Figura 15).

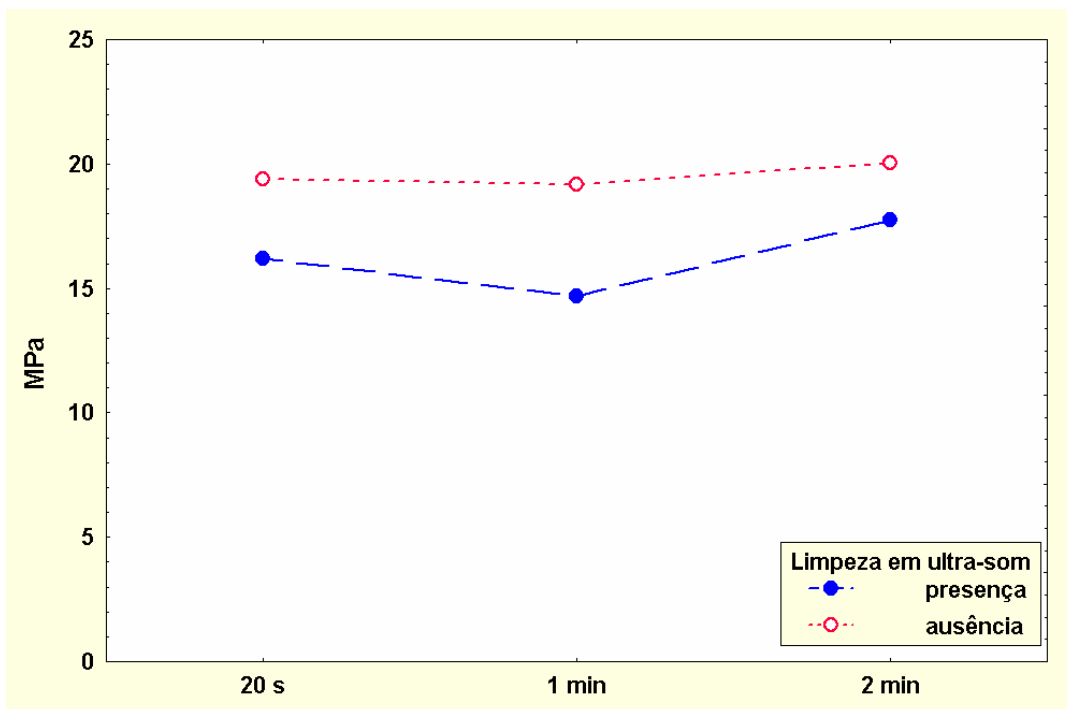


FIGURA 15- Gráfico das médias para as seis condições experimentais. Efeito da limpeza do precipitado ácido em ultra-som.

Verificou-se com o teste ANOVA (Tabela 2) que o efeito limpeza em ultra-som com água destilada do precipitado ácido foi significativo. A condição limpeza em ultra-som com água destilada do precipitado ácido foi mais resistente ( $19,54 \pm 2,47 \text{ MPa}$ ) que a condição de não limpeza ( $16,22 \pm 3,18 \text{ MPa}$ ).

Quanto ao efeito do tempo de condicionamento pôde-se verificar (Tabela 2) que os valores médio de resistência adesiva (MPa) não diferiram entre si: 20s ( $17,80 \pm 4,03$ ); 1 min ( $16,94 \pm 2,51$ ) e 2 min ( $18,90 \pm 3,00$ ).

## 5.2 Análise com microscopia óptica

Os resultados referentes à avaliação dos padrões de falha observados em microscopia óptica nos corpos-de-prova submetidos ao ensaio de tração mostraram que houve 100% de falhas adesivas .

## 5.3 Análise topográfica com MEV

Nas Figuras 16 A e B podem ser observadas as imagens obtidas em MEV (500 X e 2000X, respectivamente) da superfície cerâmica antes de receber o condicionamento pelo ácido fluorídrico. Pode-se notar a presença de uma alteração morfológica da superfície cerâmica representada pelas ranhuras ocasionadas pelas lixas d'água (setas amarelas).

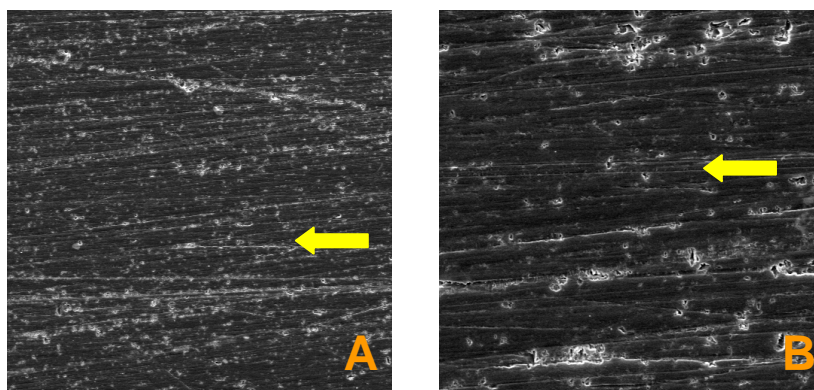


FIGURA 16- Micrografias representativas das superfícies cerâmicas antes de receber qualquer tipo de tratamento, a seta mostra as ranhuras marcadas pelas lixas d'água (seta): a) padrão (x500); b) padrão (x2000).

Nas Figuras 17A a 17F, podem ser observadas uma seqüência de imagens obtidas com o MEV (500 X e 2000X, respectivamente) das superfícies cerâmicas após o tratamento com ácido

fluorídrico a 10% nos diferentes tempos de condicionamento e que não foram limpas em ultra-som. A avaliação dessas imagens mostra a formação de três tipos de alterações morfológicas: microporos (círculos azuis), sulcos (setas amarelas) e deposição de precipitados (círculos vermelhos) resultantes do condicionamento das superfícies cerâmicas pelo ácido fluorídrico em todas as amostras. Os microporos e os sulcos foram aumentando quantitativamente à medida que se aumentou o tempo de condicionamento ácido. Nota-se também um aumento do tamanho dos microporos que se tornaram mais largos com o aumento do tempo de condicionamento ácido.

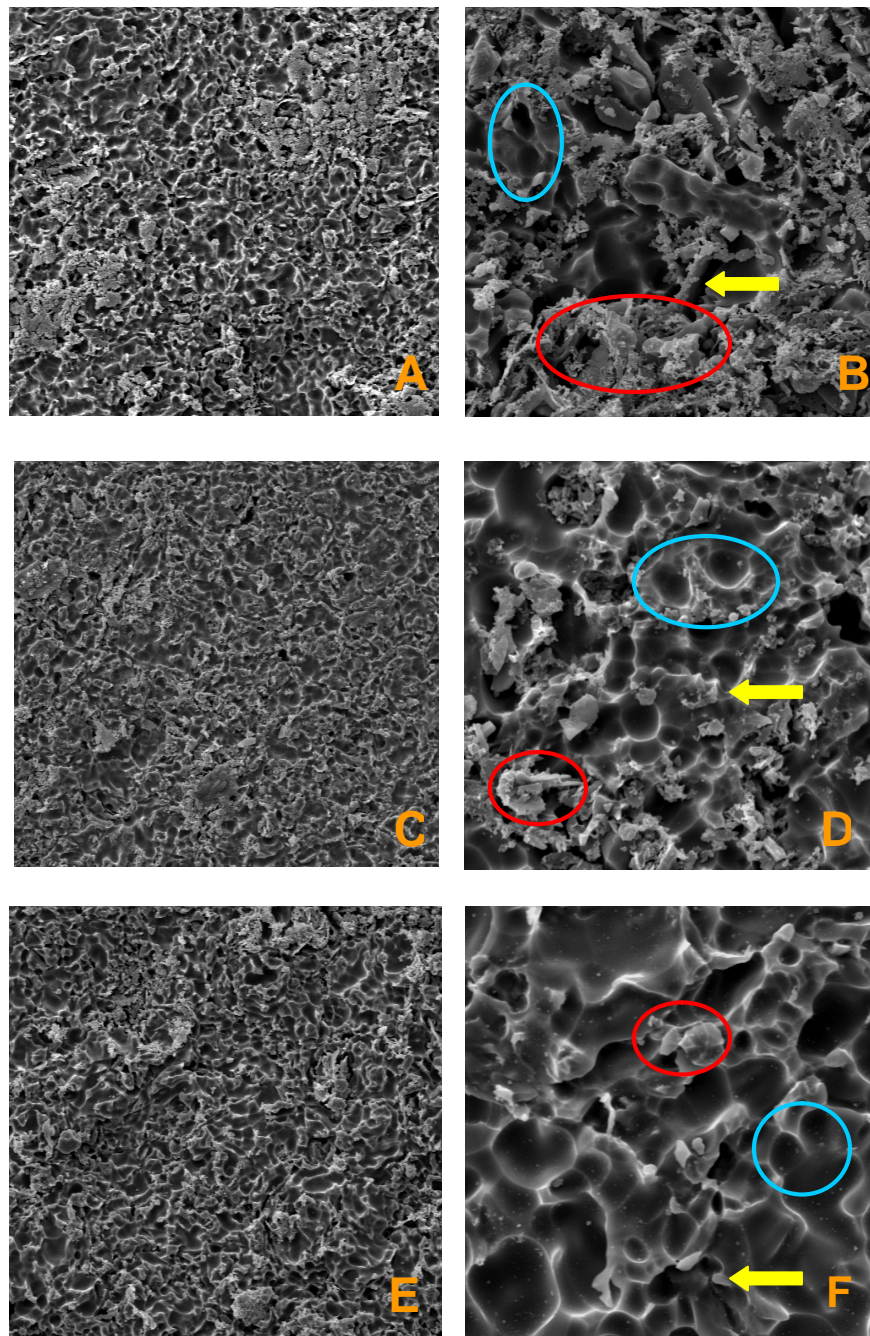


FIGURA 17- Micrografias representativas das superfícies cerâmicas nos diferentes tempos de condicionamento sem a limpeza em ultra-som: a) 20s (x500); b) 20s (x2000); c) 1min (x500); d) 1min(x2000); e) 2min (x500); f) 2min (x2000)

Nas Figuras 18Aa 18F, a análise da seqüência de imagens obtidas em MEV mostrou que houve uma limpeza da superfície cerâmica pelo uso do ultra-som com água destilada, uma vez que a grande maioria

dos precipitados ácidos foram removidos. Esse fato fez com que os microporos e os sulcos se tornassem mais perceptíveis.

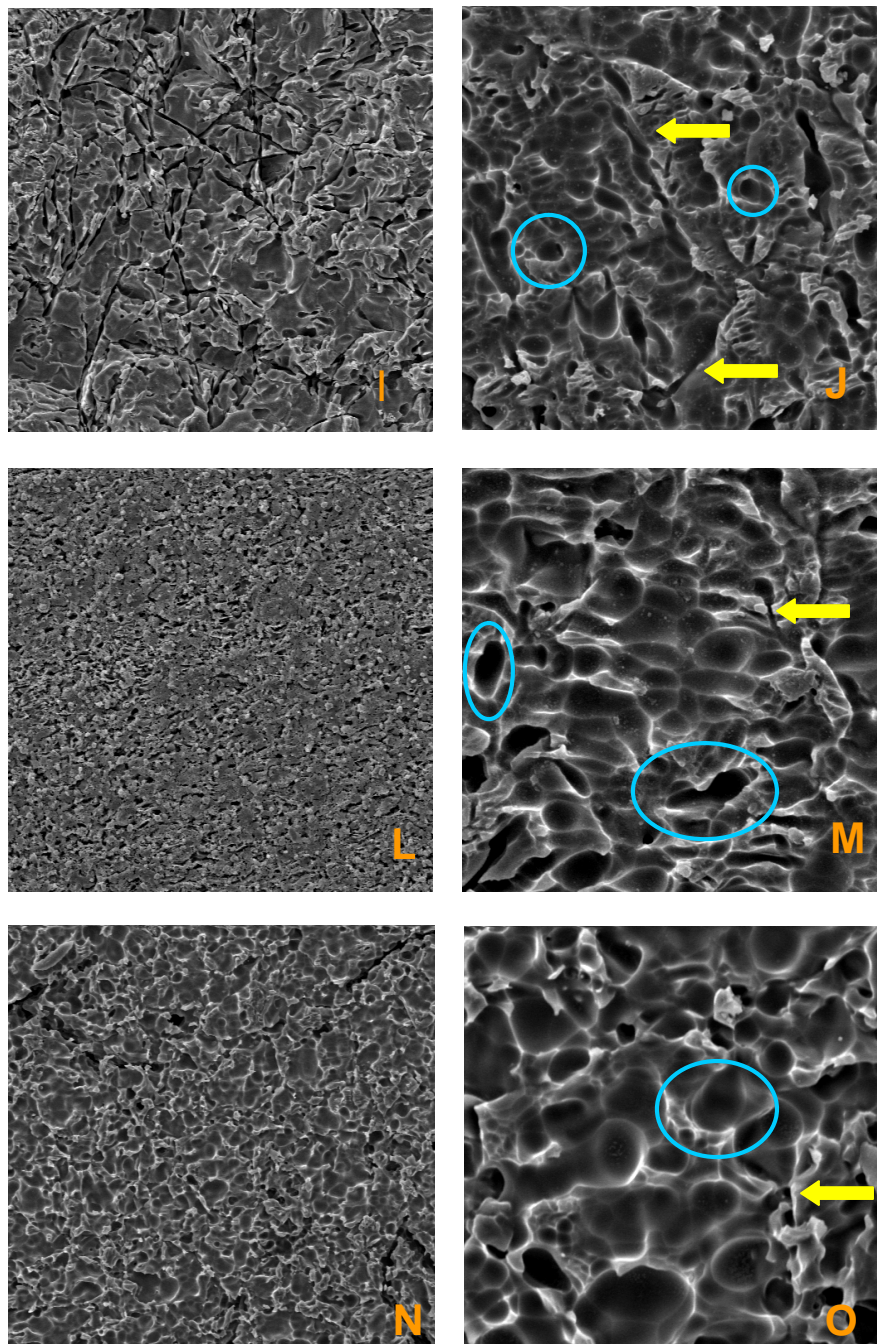


FIGURA 18- Micrografias representativas das superfícies cerâmicas nos diferentes tempos de condicionamento após a limpeza em ultrassom com água destilada: i- 20s (x500), j - 20s (x2000), l – 1min (x500), m- 1min(x2000), n - 2min (x500), o - 2min (x2000).



A análise em MEV das amostras fraturadas revelou que todas as fraturas ocorreram dentro da zona de adesão (Figura 19). A zona adesiva é definida como a região na qual o adesivo interage com os dois substratos promovendo adesão. A zona adesiva neste estudo consistiu do seguinte:

- a) região interfacial entre o adesivo e o cimento resinoso dentro da qual ocorre a interação molecular e união química entre os dois materiais;
- b) o cimento resinoso;
- c) região interfacial entre o cimento resinoso e a cerâmica incluindo a região do tratamento de superfície com o ácido fluorídrico a 10% (AF), na qual ocorre união micromecânica e química.

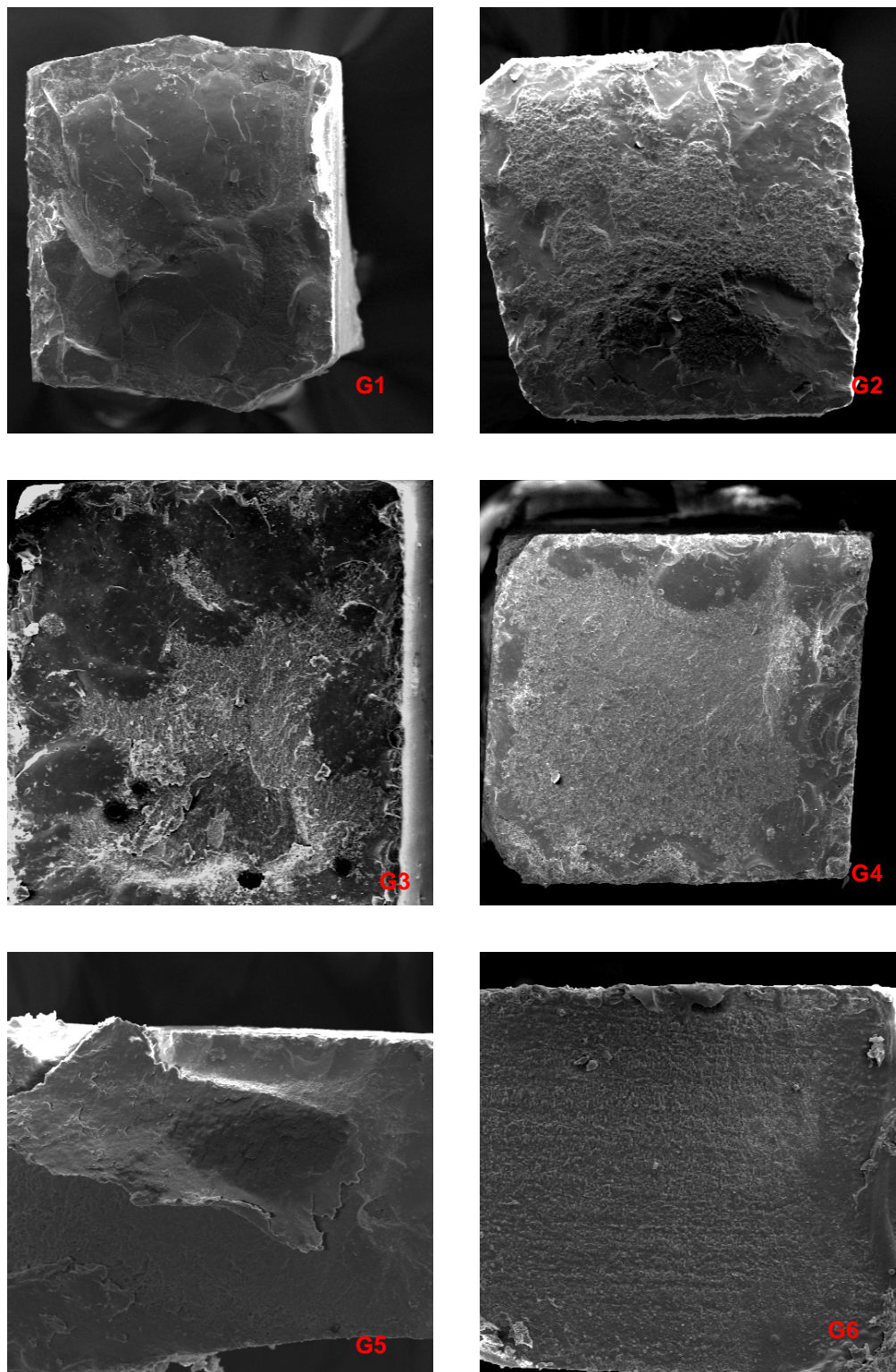


FIGURA 19- Micrografias representativas do padrão de falha das amostras dos diferentes grupos.

#### 5.4 Análise química e mapeamento de superfície via MEV e EDS

A análise química utilizando EDS permitiu a identificação dos elementos químicos presentes na superfície do material cerâmico.

De acordo com as figuras dos espectros de raio x, observa-se que os elementos silício (Si), sódio (Na), alumínio (Al) e potássio(K ) são comuns para todos os espectros.

Observando-se a figura 20, nota-se a presença de elementos como o Si, Al, Na, K e O que caracterizam a microestrutura de uma cerâmica vítrea que é baseada em uma rede de sílica ( $\text{SiO}_2$ ) e feldspato de potássio ( $\text{K}_2\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 6\text{SiO}_2$ ) ou de sódio ( $\text{Na}_2\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 6\text{SiO}_2$ ) ou ambos.

As figuras 21, 22 e 23 referentes aos espectros das amostras condicionadas pelo ácido fluorídrico, nota-se a presença do elemento químico flúor que é característico do precipitado ácido (produtos da reação do fluorsilicato de Na, K, cálcio (Ca) e Al. Quando se analisa as figuras 24, 25 e 26 referentes aos espectros das amostras limpas em ultra-som com água destilada , nota-se a ausência do mesmo.

De acordo com as imagens do MEV obtidas pelo mapeamento de raio x , observou-se que os elementos químicos Si, Al, Na, K e O são comuns em todos os mapeamentos. Na amostra condicionada com ácido, nota-se o aparecimento do flúor, que é um elemento químico característico do precipitado ácido. Na amostra cerâmica que foi limpa em ultra-som com água destilada, o flúor foi mapeado, mas ele aparece em menor quantidade.

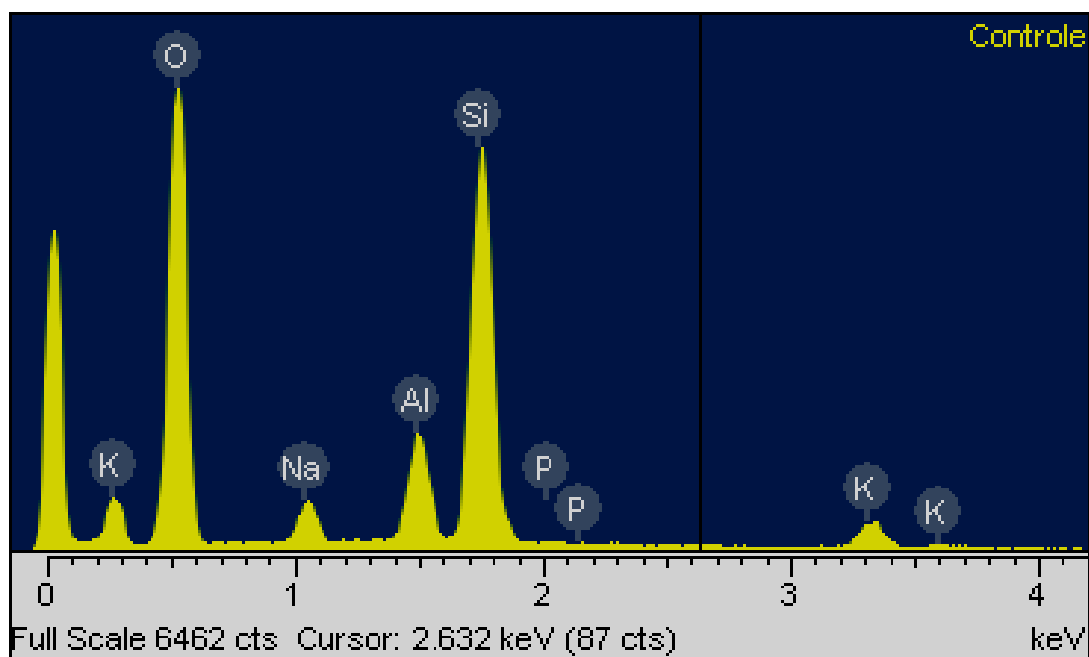


FIGURA 20- Espectro de raio X de uma amostra da cerâmica antes de receber qualquer tipo de tratamento

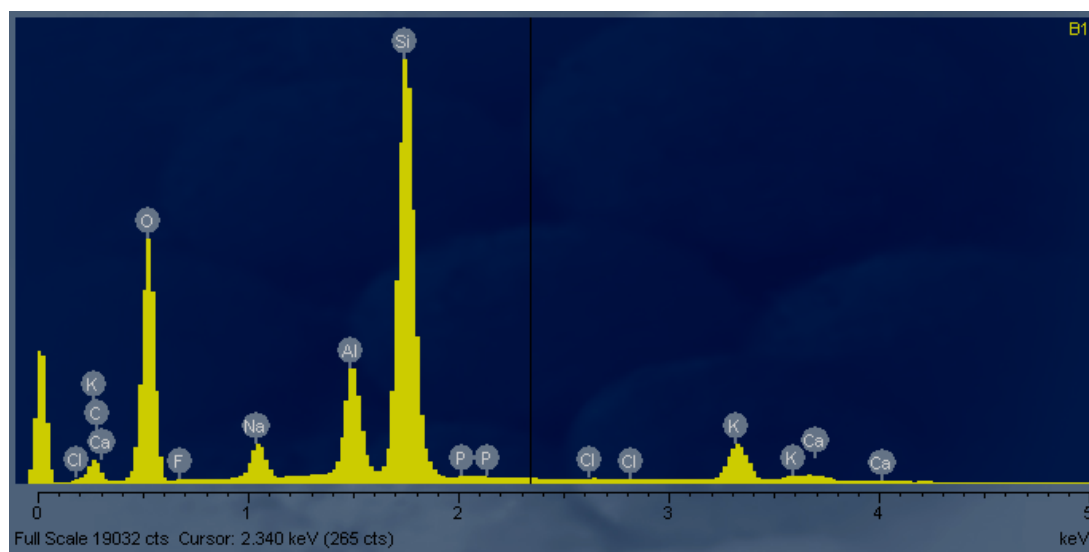


FIGURA 21- Espectro de raio X de uma amostra do grupo 1

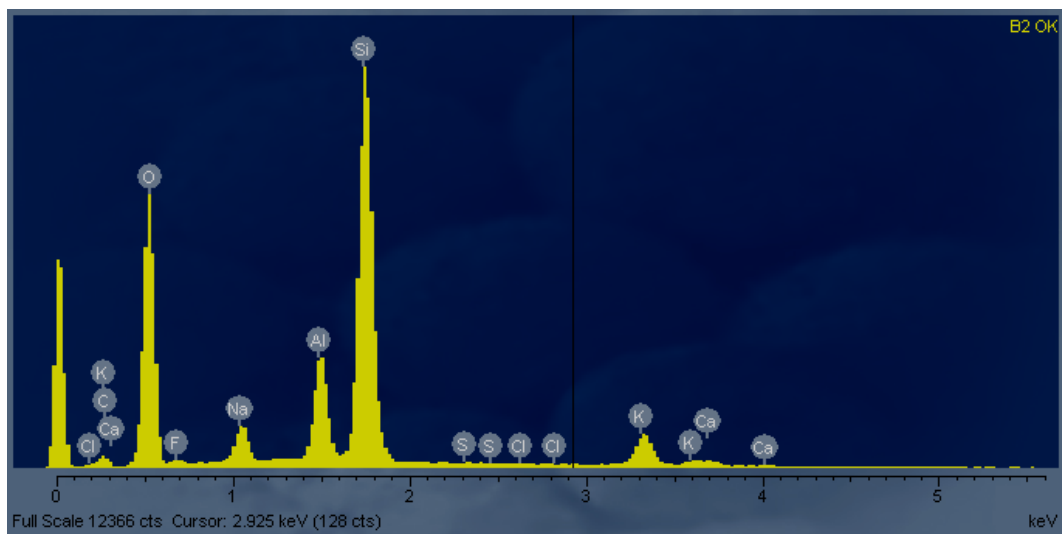


FIGURA 22- Espectro de raio X de uma amostra do grupo 2

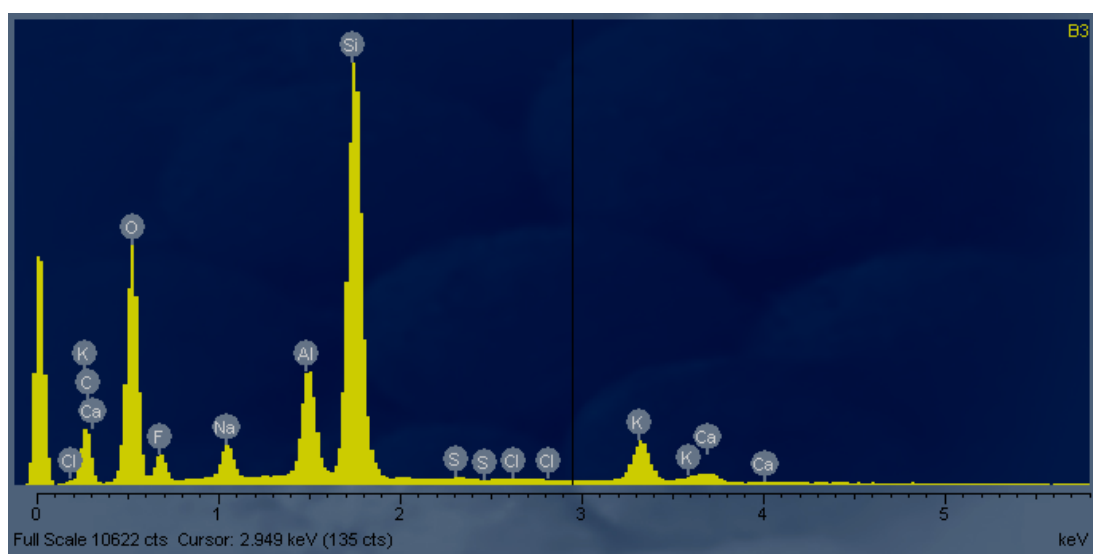


FIGURA 23- Espectro de raio X de uma amostra do grupo 3

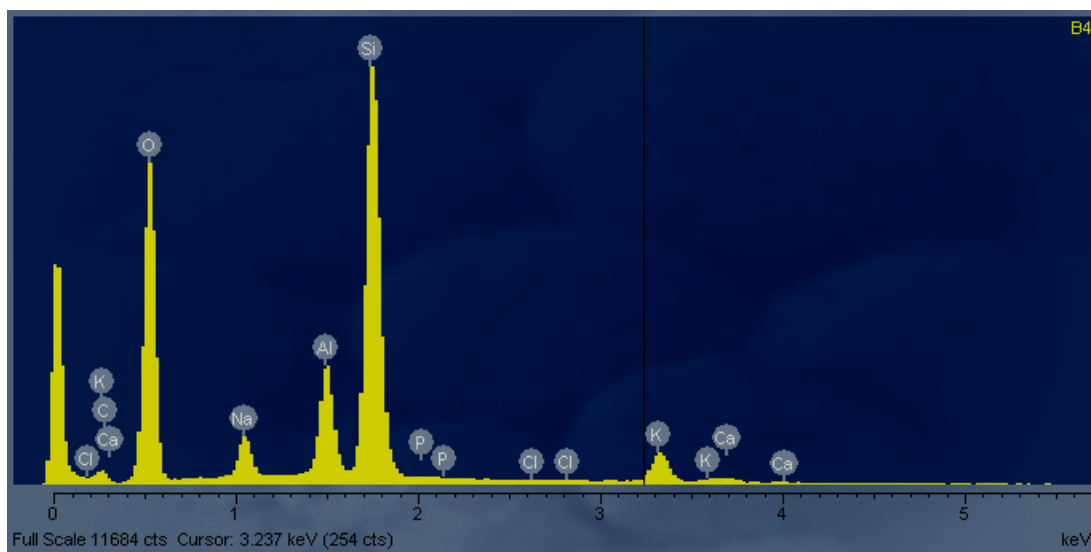


FIGURA 24- Espectro de raio X de uma amostra do grupo 4

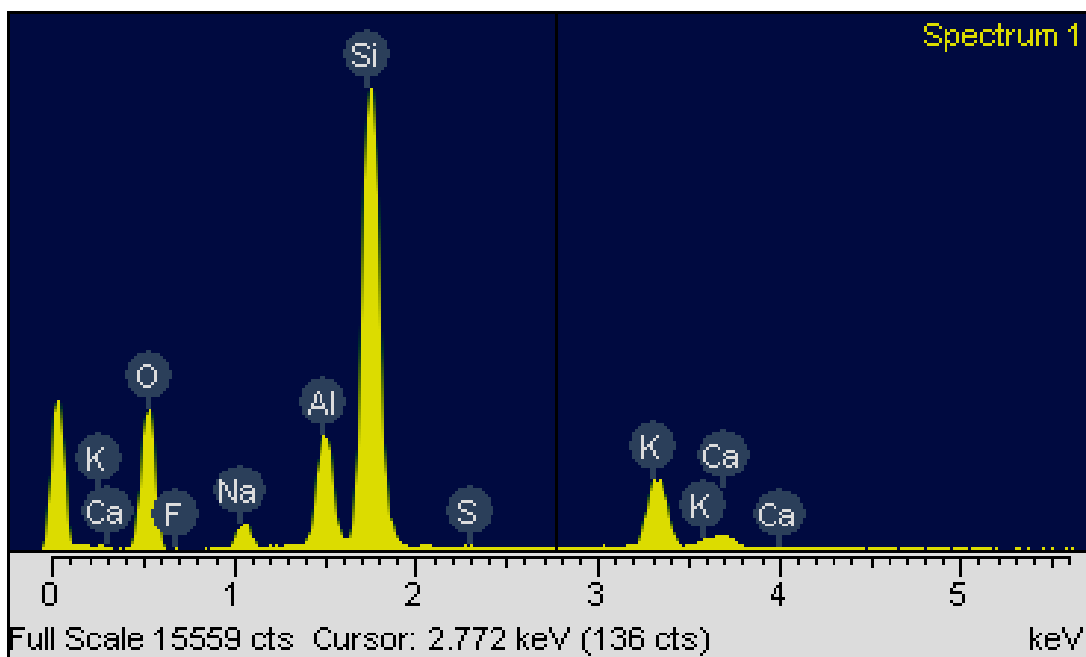


FIGURA 25- Espectro de raio X de uma amostra do grupo5

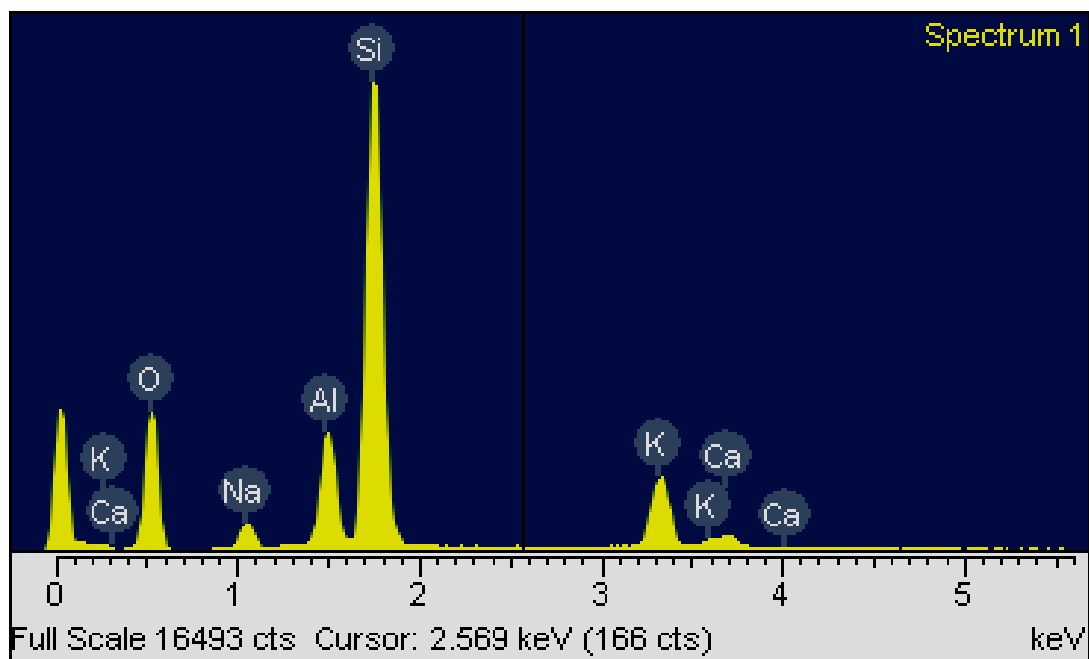


FIGURA 26- Espectro de raio X de uma amostra do grupo 6

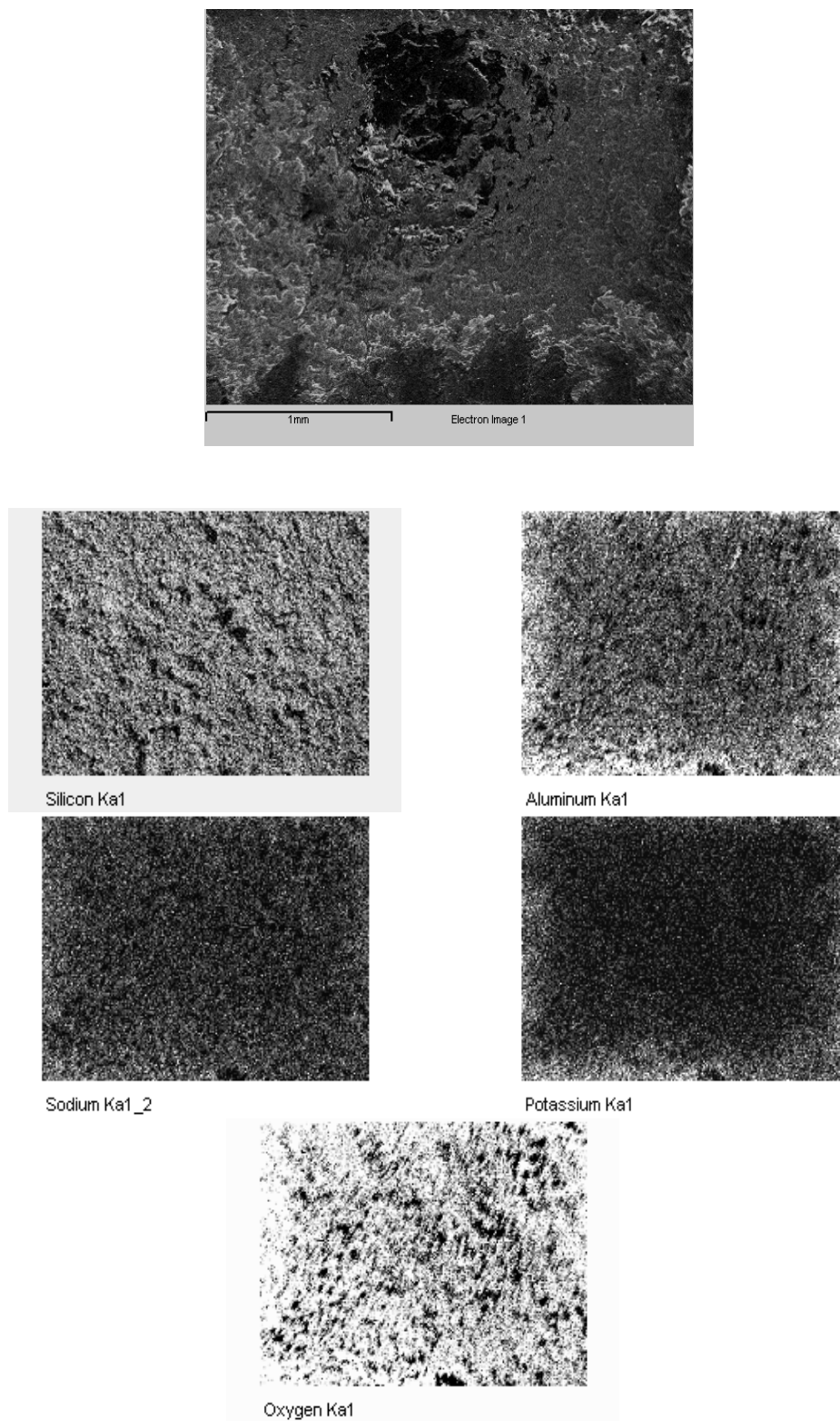


FIGURA 27- Mapeamento de raio X de uma amostra da cerâmica antes de receber qualquer tipo de tratamento.



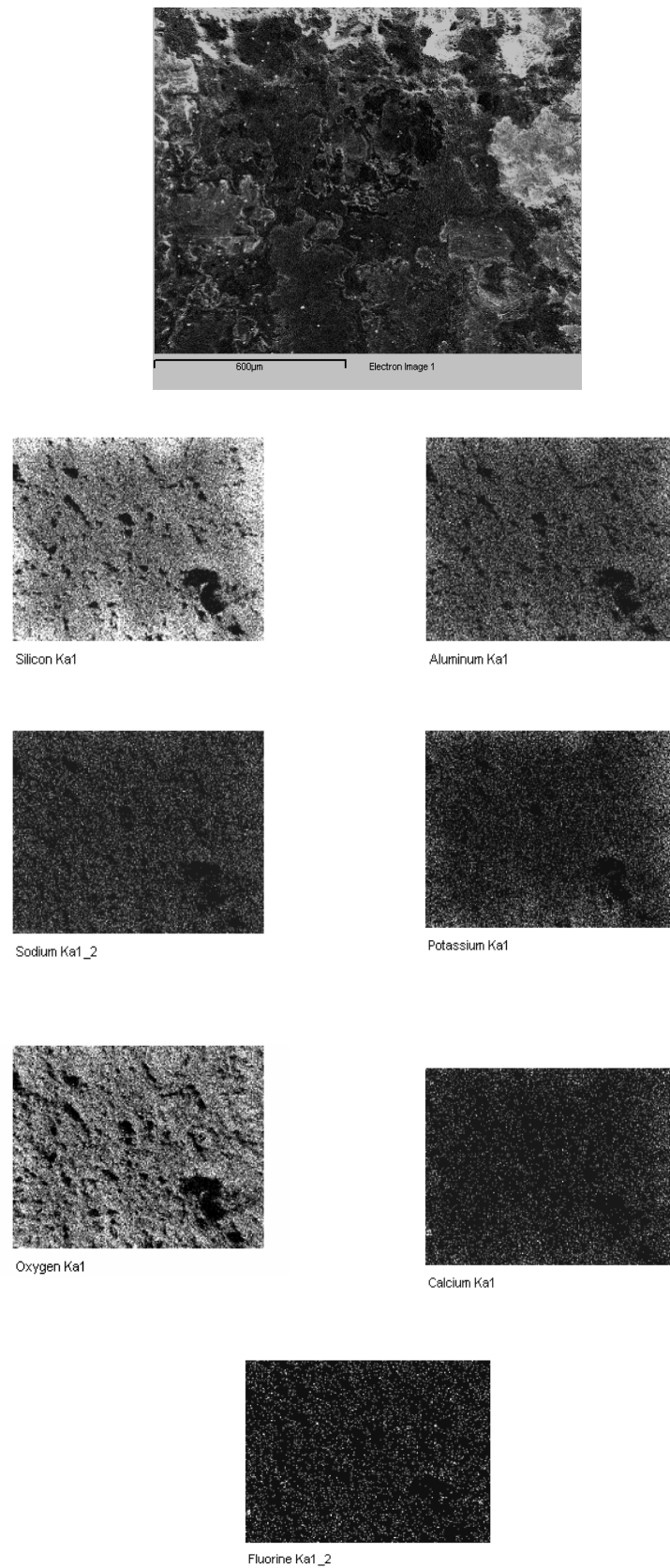


FIGURA 28- Mapeamento de raio X de uma amostra da cerâmica após condicionamento com ácido fluorídrico por 20 s.

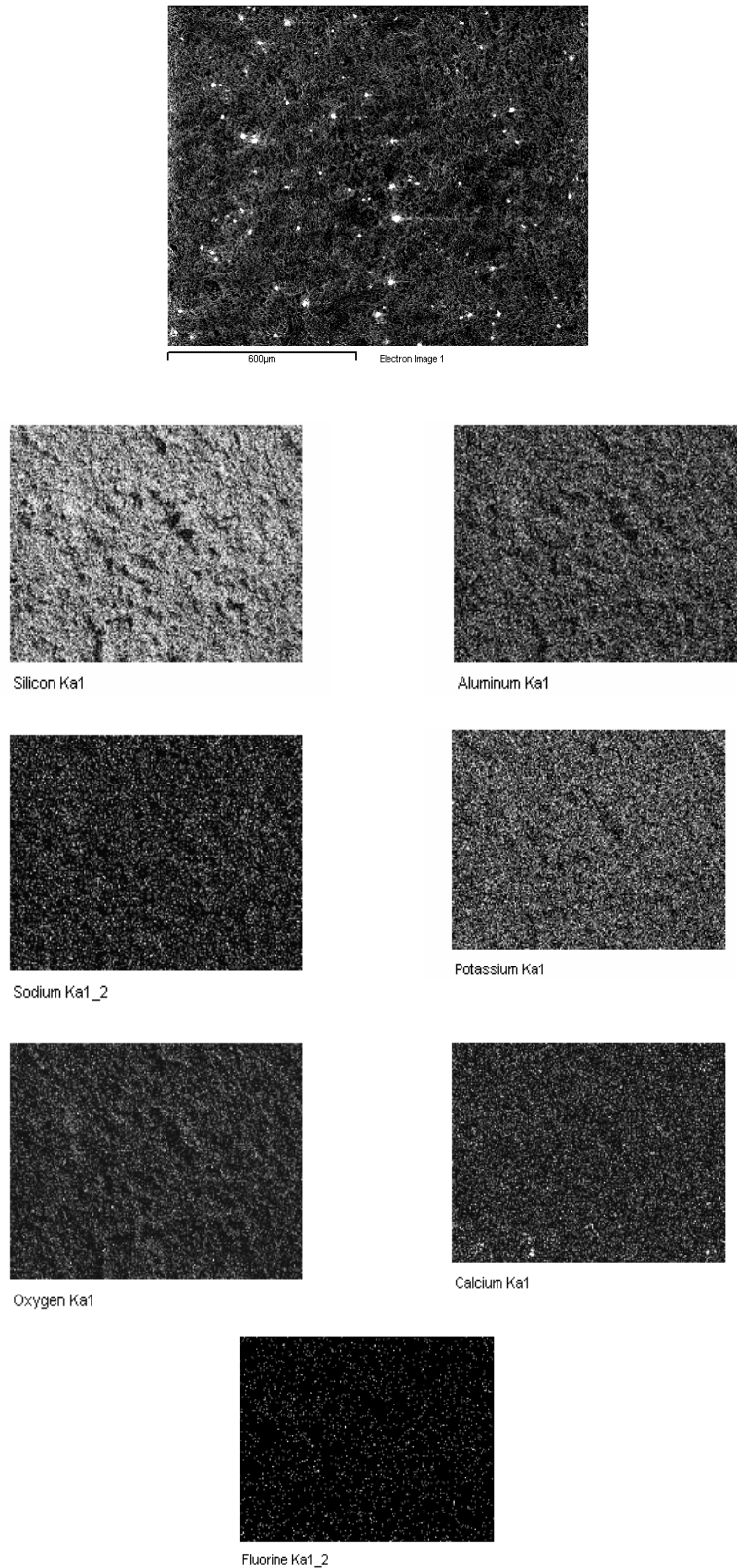


FIGURA 29- Mapeamento de raio X de raio X de uma amostra da cerâmica após condicionamento com ácido fluorídrico por 20 s e limpeza em ultra-som com água destilada.

## 6 DISCUSSÃO

### 6.1 Da metodologia

Quando em 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, consiste na aplicação de carga em corpos-de-prova, visando gerar tensões na interface entre os materiais testados até que haja rompimento da união. Assim, para que o ensaio de resistência de união entre um sistema adesivo e substratos: dental, metálico, cerâmico ou polimérico, é importante que a interface adesiva seja a região mais solicitada, independente, do ensaio empregado (VAN NOORT et al.<sup>51</sup>, 1989; VERSLUIS et al.<sup>53</sup>, 1997).

Diversos estudos de análise de distribuição de tensões na união têm discutido profundamente estes aspectos, de modo que alguns ensaios são considerados incapazes de solicitar fielmente a interface. Por exemplo, o ensaio de cisalhamento, embora seja de fácil execução técnica, não pode ser considerado um teste mecânico ideal para este fim, por apresentar em seus resultados uma frequência muito grande de falhas coesivas nos substratos estudados sejam eles: estruturas dentais, materiais resinosos ou cerâmicos. A grande incidência de falhas coesivas relacionadas ao referido ensaio mecânico deve-se, entre outros fatores, à distribuição não uniforme dos estresses na área adesiva dos espécimes submetidos à força de cisalhamento, solicitando, desta forma, mais o

substrato que a própria interface adesiva (DELLA BONA & VAN NOORT<sup>17</sup> 1995; VERSLUIS et al.<sup>53</sup>, 1997; AWLIYA et al.<sup>5</sup>1998; CARDOSO et al.<sup>11</sup>, 1998; PHRUKKANON et al.<sup>33</sup>, 1998; SCHEREINER et al.<sup>38</sup>,1998) 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.

Apesar do teste de tração convencional, também apresentar algumas restrições diante da dificuldade de alinhamento das amostras em máquina de ensaio e da tendência em distribuir as tensões de modo desigual na interface (VAN NOORT et al.<sup>51</sup>, 1989), este teste tem sido aceito por conceder informações de resistência de união global dos materiais adesivos, quando o ensaio de microtração é tecnicamente difícil de ser utilizado (DELLA BONA et al.<sup>16</sup> 2002).

Na literatura, os autores comentam sobre a necessidade de padronização dos ensaios de resistência adesiva citando as seguintes variáveis: tipo de força aplicada, termociclagem, armazenamento, velocidade de aplicação da força (VAN NOORT, <sup>51</sup> 1989; FOWLER,<sup>21</sup> 1992; AL-SALEHI & BURKE<sup>2</sup>, 1997). Discorrem sobre a impossibilidade de se comparar os resultados obtidos por testes de tração e cisalhamento pela ausência de padronização dos mesmos e por envolverem muitos detalhes que poderiam influir nos resultados.

A escolha do ensaio de microtração para verificarmos a força de resistência adesiva entre os materiais estudados foi embasada em vários trabalhos conclusivos quanto à sua eficiência e confiabilidade quando se analisou a força de união adesiva à estruturas dentais e cerâmicas (SANO<sup>36</sup>, 1994; PHRUKKANON et al.<sup>33</sup>, 1998; DELLA BONA et al.<sup>19</sup>, 2000). Além disso muitos trabalhos da literatura enfatizam como grande vantagem do ensaio de microtração a possibilidade de se obter vários corpos-de-prova de uma pequena estrutura, seja ela uma restauração aderida à um dente humano ou bovino por exemplo ou pequenos blocos de cerâmica e resina aderidos entre si como fizemos em

neste trabalho (SANO et al.<sup>36</sup>, 1994; PASHLEY et al.<sup>30</sup>, 1995; PASHLEY et al.<sup>31</sup>, 1999; LEITE et al.<sup>26-7</sup>, 2003 e 2004; VALANDRO et al.<sup>50</sup>, 2005).

Sano et al.<sup>36</sup> (1994) introduziram o ensaio de microtração justificando sua validade por ser uma metodologia que provê áreas adesivas menores, relacionadas a valores adesivos mais altos. Além disso em sua análise ao MEV das áreas fraturadas, os autores constataram uma grande incidência de falhas adesivas.

A partir de sua proposta vários autores corroboraram com seus achados propondo o uso do ensaio de microtração para avaliar várias condições adesivas em dentina e esmalte humanos e bovinos unidos a vários substratos (cimentos resinosos, sistemas adesivos, restaurações de resina composta) obtendo resultados semelhantes no que diz respeito a análise da relação inversa existente entre área de colagem e resistência adesiva (PHRUKKANON et al.<sup>33</sup>, 1998; SCHEREINER et al.<sup>38</sup>, 1998).

É consenso entre os autores (SANO et al.<sup>36</sup>, 1994; SHONO et al.<sup>40</sup>, 1999; SUDSANGIAM & VAN NOORT<sup>47</sup>, 1999) a capacidade de avaliação real da força de adesão entre diferentes substratos proporcionada por este ensaio pois ele nos permite avaliar pequenas áreas (em torno de  $1\text{mm}^2$ ) de uma mesma superfície adesiva, induzindo menor quantidade de falhas intrínsecas na união adesiva (por sua área de avaliação ser diminuta) e provê um grande número de falhas adesivas após a fratura em detrimento das coesivas ou mistas. No nosso estudo, porém, ao analisarmos o resultado da análise do modo de falha, constatamos a existência de falhas adesivas. Houve uma preocupação em:

- a) posicionar a linha adesiva o mais perpendicular possível à força de tração (BIANCHI<sup>6</sup>, 1999; PASHLEY et al.<sup>31</sup> 1999; SHONO et al.<sup>41</sup> 1999);

- b) fixar os cps mais paralelamente possíveis ao longo eixo do dispositivo de ensaio, considerando uma guia paralela presente neste;
- c) posicionar o dispositivo de modo mais paralelo à aplicação de carga de tração na máquina de ensaio universal de forma que as tensões sobre a interface durante o ensaio tenham sido predominantemente de tração.

O desenho dos corpos-de-prova em forma de “palitos” foi determinado a partir dos estudos de Shono et al.<sup>40</sup> (1999); Pashley et al.<sup>31</sup> (1999) e Della Bona et al.<sup>19</sup> (2000) nos quais os autores comprovam a versatilidade, confiabilidade e eficiência desse desenho em relação á corpos-de-prova em forma de halteres ou ampulheta. Os autores são unânimes em afirmar que os corpos-de-prova obtido através de uma mesma fatia dos substratos a serem estudados, girada em 90° e cortada em palitos apresentariam superfícies adesivas mais homogêneas para estudo, uma vez que todas elas teriam origem de um mesmo corte. Devemos levar também em consideração que quando se modela a área adesiva do corpo-de-prova com o intuito de diminuí-la, para obtermos a ampulheta ou o halteres, podemos estar provocando estresses nessa área (SHONO et al.,<sup>40</sup> 1999; PASHLEY<sup>31</sup>, 1999; DELLA BONA et al.<sup>19</sup>, 2000). Ao observarmos o desvio-padrão encontrado nos nossos resultados (Tabela 1), constatamos a efetividade dos corpos-de-prova em forma de “palitos” sugeridos pelos autores citados anteriormente.

Para a obtenção dos corpos-de-prova em forma de “palitos” optamos por usar um torno mecânico modificado com calibragem de corte no eixos X e Y e precisão de corte de 0,1mm (ANDREATTA FILHO et al.<sup>3</sup>, 2000). O mesmo foi idealizado para ser usado com qualquer tipo de equipamento de baixa rotação encontrado no comércio (peças-de-mão), permitindo também o uso de refrigeração constante,

evitando assim, o super-aquecimento e conseqüente desidratação dos corpos-de-prova.

O diâmetro dos discos usados para os cortes (22mm) foi menor que o dos discos usados em máquinas de corte tipo Labcut o que proporcionou menor vibração dos mesmos durante os cortes, diminuindo assim, a possibilidade de indução de estresses na linha adesiva, o que poderia interferir nos resultados finais de resistência adesiva.

Quanto ao tamanho e formato da área adesiva estudada, vários autores afirmaram que os corpos-de-prova devem apresentar a mesma com dimensões aproximadas de  $1\text{mm}^2$ , já que quanto maior ela for, maior será a probabilidade de haver pontos com maior concentração de tensões e presença de fendas, facilitando a fratura (PASHLEY et al.<sup>30</sup>; 1995; PHRUKKANON et al.<sup>33</sup>, 1998; SCHEREINER et al.<sup>38</sup>, 1998). Isto se refletiria em menor resistência adesiva calculada para os corpos-de-prova com área de secção transversal maior do que  $1\text{mm}^2$ . Portanto, o aumento da área de secção transversal conduziria a resistências menores. O formato dessas áreas deveria ser o mais simétrico possível para evitar concentração de tensões no interior das mesmas permitindo desse modo, a obtenção de valores de resistência mais uniformes (BIANCHI<sup>6</sup>, 1999), essa observação não vem ao encontro com os achados de Phrukkanon et al.<sup>33</sup> (1998) que afirmou que o formato da área adesiva (circular ou retangular) não influenciou em seus resultados de resistência adesiva.

Em nossa pesquisa dedicamos uma especial atenção ao modo de cimentação dos blocos cerâmica/resina composta quanto à quantidade e modo de carga aplicada. Procedemos à cimentação sob carga estática e constante de 750g durante o tempo de 10 minutos, o que proporcionou um espessura uniforme da película de cimento (KERN & THOMPSON<sup>25</sup>, 1995; WEGNER & KERN<sup>54</sup>, 2000).

Para evitar resultados inconsistentes da resistência de união à tração, removemos os excessos do agente cimentante nas bordas externas da interface (VAN NOORT et al.<sup>52</sup>, 1991).

A estocagem foi estipulada em sete dias por ser este um período de tempo adequado já que não interfere na qualidade da união (KERN & THOMPSON<sup>25</sup>,1995; AWLIYA et al.<sup>5</sup>, 1998; DELLA BONA et al.<sup>19</sup>, 2000; LEITE et al.<sup>26</sup>, 2003).

## 6.2 Dos resultados do ensaio de resistência à tração

Técnicas adesivas de cimentação são comumente usadas, hoje em dia, para garantir a durabilidade de restaurações cerâmicas indiretas. O sucesso clínico desse tipo de restauração dependerá da qualidade e da durabilidade da adesão entre o agente de união e a cerâmica. A qualidade dessa adesão depende dos mecanismos adesivos controlados parcialmente pelo tratamento de superfície, realizado sobre a superfície cerâmica antes da cimentação, que promove retenção micromecânica com o substrato.

O tipo de tratamento de superfície mais utilizado para cerâmicas felspáticas é o condicionamento com ácido fluorídrico seguido da silanização (PHOENIX & SHEN<sup>32</sup>, 1995; JARDEL et al.<sup>24</sup>, 1999; CANAY et al.<sup>10</sup>, 2001; DELLA BONA et al.<sup>18</sup>, 2002; SPHOR et al.<sup>44</sup>, 2003; SARAÇOUGLU, et al<sup>37</sup>, 2004).

O efeito do condicionamento com ácido fluorídrico pode ser explicado pela natureza química do processo de condicionamento. O ácido fluorídrico reage preferencialmente com a sílica presente na microestrutura da cerâmica formando hexafluorsilicatos. Como resultado dessa reação, a superfície da cerâmica torna-se porosa e irregular o que aumenta a área de superfície e facilita a penetração do agente de união para dentro das microrretenções da superfície cerâmica condicionada pelo ácido (CHEN et al.<sup>12</sup>, 1998).

A consulta à literatura apresenta alguns estudos como os de Tylca & Stewart<sup>49</sup>, 1994; Chen et al.<sup>12</sup>,1998; Chen et al.<sup>13</sup>, 1998;



Shimada et al.<sup>39</sup>, 2002, que abordam o efeito de diferentes tempos de condicionamento com ácido fluorídrico sobre a adesão entre o agente de união e a superfície de cerâmicas feldpáticas. A cerâmica VM7 (Vita) é um tipo de cerâmica feldspática indicada para confecção de restaurações indiretas e para cobertura de infraestrutura do sistema In-ceram Alumina. No entanto, pelo fato dessa cerâmica ter sido lançada recentemente no mercado não existia nenhuma informação sobre qual seria o tempo de condicionamento ácido preconizado para a mesma. Sendo assim, o primeiro objetivo deste estudo foi caracterizar um tempo de condicionamento para essa cerâmica. Com relação aos tempos de condicionamento estudados, foi realizada uma consulta na literatura para estipulá-los (AIDA et al.<sup>1</sup>, 1995; CHEN et al.<sup>12</sup>, 1998; CHEN et al.<sup>13</sup>, 1998, DELLA BONA et al.<sup>19</sup>, 2000).

Os resultados encontrados na Tabela 2 mostraram que não houve a influência estatisticamente significativa ( $p=0.156$ ) do fator tempo de condicionamento com ácido fluorídrico sobre a resistência de união entre a cerâmica estudada e o cimento resinoso. Fato esse que não corrobora com os resultados de Chen et al.<sup>12</sup>, 1998 cujos resultados mostraram que quanto maior o tempo de condicionamento, maior a resistência de união. Porém, esse trabalho usou uma cerâmica diferente da utilizada neste estudo. Segundo, Della Bona & Anusavice<sup>16</sup> (2002) a microestrutura cerâmica e a composição da cerâmica são fatores controladores do desenvolvimento de micro-retenções mecânicas produzidas pelo condicionamento com ácido fluorídrico, podendo ser esse um motivo para não ter existido concordância nos resultados. Além desse fato, deve-se levar em consideração a não utilização do mesmo teste mecânico, uma vez que o estudo citado anteriormente, usou o teste de cisalhamento, o que dificulta a comparação entre os mesmos.

A limpeza com água destilada em ultra-som dos precipitados do ácido fluorídrico da superfície cerâmica após o

condicionamento ácido é um procedimento pré-cimentação e foi o outro fator analisado neste estudo. Segundo Canay et al.<sup>10</sup>, 2001, esses precipitados ácidos são sais de fluorsilicato, insolúveis, que ficam localizados na entrada dos microporos podem causar uma diminuição da resistência de união entre o agente de cimentante e a cerâmica o que pode ocasionar falhas clínicas. O tempo de limpeza com água destilada em ultra-som adotado neste estudo: 4 minutos, seguiu o que foi preconizado por Canay et al.<sup>10</sup>, 2001.

De acordo com as Tabelas 1 e 2 e com a Figura 15 verificou-se que o efeito da limpeza em ultra-som com água destilada do precipitado ácido que foi estatisticamente significativo ( $p=0,001$ ) e que os valores médios de resistência de união com a limpeza em ultra-som do precipitado ácido são superiores aos valores obtidos sem a limpeza do precipitado ácido em ultra-som, independentemente do tempo de condicionamento ácido. Isso pode ter ocorrido devido ao fato de que a limpeza em ultra-som com água destilada do precipitado do ácido fluorídrico favoreceu a penetração do agente de união pelos microporos o que aumentou a retenção mecânica entre esse último e a cerâmica, resultando assim, na obtenção de valores de resistência adesiva superiores para os grupos cujas amostras cerâmicas foram limpas em ultra-som com água destilada antes da cimentação.

Os valores de resistência adesiva obtidos sob o efeito da limpeza com água destilada em ultra-som, não puderam ser comparados aos de outros autores pela ausência de trabalhos na literatura que tivessem o mesmo enfoque.

O uso do silano tem relevada importância para a técnica de cimentação adesiva segundo, Della Bona et al.<sup>19</sup>, 2000 e Jardel et al.<sup>24</sup>, 1999, uma vez que o mesmo é considerado uma molécula organofuncional que promove a adesão química entre o substrato inorgânico, que neste estudo está representado pelo silício contido na matriz vítrea da cerâmica feldspática Vita VM7 e os polímeros orgânicos como o HEMA

que é encontrado no cimento resinoso Rely X. Segundo, Canay et al., 2001 a aplicação do silano sobre a superfície cerâmica condicionada pelo ácido fluorídrico, pode causar uma dissociação dos sais de fluorsilicato. Isso é realizado pela hidrólise e pela absorção do silano na superfície cerâmica condicionada. Outro fator importante é a capacidade do silano em promover o melhor umedecimento de superfície, levando ao maior contato e infiltração do agente de união nas porosidades da superfície cerâmicas pelo condicionamento com ácido fluorídrico (SÖDERHOLM & REETZ<sup>43</sup>, 1996).

### **6.3 Da análise topográfica com o MEV**

Segundo Della Bona & Anusavice<sup>16</sup> em 2002 o uso de análise microscópica é importante para o estudo e para a caracterização de materiais sendo por isso realizada nesta pesquisa.

Primeiramente foi realizada a análise da superfície cerâmica antes de receber o condicionamento pelo ácido fluorídrico para se realizar a comparação com as figuras do MEV obtidas após o condicionamento ácido com os diferentes tempos e após a limpeza da superfície cerâmica em ultra-som com água destilada. Ao se analisar as figuras 16 A e B pôde-se notar a presença de uma alteração morfológica da superfície cerâmica representada pelas ranhuras ocasionadas pelas lixas d'água.

O padrão de superfície do condicionamento com ácido fluorídrico que produziu o padrão de condicionamento esperado, com a presença de porosidades e sulcos o que corrobora com Tylca & Stewart<sup>49</sup>, 1994; Della Bona & Anusavice<sup>18</sup>, 2000; Canay et al.<sup>10</sup>, 2001; Della Bona & Anusavice.<sup>16</sup>, 2002; Della Bona, Anusavice & Hood.<sup>18</sup>, 2002 resultantes da dissolução seletiva da matriz vítrea o que vai favorecer a penetração do agente de união.

Observando-se as imagens do MEV nos diferentes tempos de condicionamento (Figuras 17A a 17F), notou-se que à medida que se aumentou o tempo de condicionamento, os microporos (círculos azuis) e os sulcos (setas amarelas) tornaram-se mais evidentes e maiores o que concorda com os estudos de Tylca & Stewart<sup>49</sup>, 1994; Chen et al.<sup>12</sup>, 1998; Canay et al.<sup>10</sup>, 2001; Della Bona & Anusavice<sup>17</sup>, 2002; Della Bona et al.<sup>19</sup>, 2002 e de Saraçouglu et al.<sup>37</sup>, 2004.

Ao se analisar as Figuras 17A a 17F, verificou-se que os precipitados ácidos (círculos vermelhos) estavam presentes sobre a superfície de cada amostra cerâmica referente aos três diferentes tempos de condicionamento. Após o uso do ultra-som com água destilada das amostras cerâmicas, verificou-se pela observação das Figuras 18 A a 18 F que houve a limpeza da superfície cerâmica o que favoreceu a visualização dos sulcos (setas amarelas) e dos microporos (círculos azuis) (Figuras 17A a 17F).

Quanto à análise das imagens obtidas pelo MEV (figura 19), observou-se que todas as fraturas analisadas ocorreram na zona adesiva, não sendo detectada fratura coesiva na porcelana. Essas imagens foram compatíveis com as informações encontradas na literatura que afirmam que o ensaio de microtração adesiva promoveria maior incidência de fraturas adesivas ou mistas do que os ensaios convencionais de resistência adesiva, os quais nos fornecem grande incidência de fraturas coesivas (SANO et al.<sup>36</sup>, 1994;; SCHEREINER et al.<sup>38</sup>, 1998; PURKKANON et al.<sup>34</sup>, 1998; PASHLEY et al.<sup>31</sup> 1999; SHONO et al.<sup>40</sup>, 1999; DELLA BONA et al.<sup>19</sup>, 2000).

#### 6.4 Da análise química e mapeamento de superfície via MEV e EDS

A análise química via MEV e EDS foi realizada em uma amostra cerâmica de cada grupo do estudo e numa amostra cerâmica que não recebeu qualquer tipo de tratamento de superfície. Com relação ao espectro (Figura 20) referente a essa amostra, observou-se a presença das linhas espectrais dos elementos químicos presentes na microestrutura de uma cerâmica vítrea que é baseada em uma rede de sílica ( $\text{SiO}_2$ ) e feldspato de potássio ( $\text{K}_2\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 6\text{SiO}_2$ ) ou de sódio ( $\text{Na}_2\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 6\text{SiO}_2$ ).

A análise dos espectros de raio x das amostras cerâmicas dos grupo 1 (Figura 21) 2 (Figura 22) e 3 (Figura 23) evidenciou a presença dos elementos químicos do precipitado ácido (F, Na, K, Ca e Al) que são produtos da reação do fluorsilicato de Na, K, Ca e Al. Houve dificuldade em se detectar as linhas características de raio x do F pois ele é um elemento químico muito leve o que faz com que suas linhas espectrais sejam pouco intensas. Quando se analisou os espectros de raio X referentes às amostras cerâmicas que foram limpas com água destilada em ultra-som dos grupos 4, 5 e 6 (Figuras 24, 25 e 26, respectivamente), observou-se que não há mais a presença do F, o que demonstrou que essa limpeza foi efetiva na remoção do precipitado ácido o que corroborou com o estudo de Canay et al.<sup>10</sup>, 2001.

O mapeamento via MEV e EDS dos elementos químicos foi realizado em: uma amostra cerâmica que não recebeu qualquer tipo de tratamento (Figura 27), uma amostra condicionada com ácido fluorídrico por 20s (Figura 28) e uma onde foi realizado o condicionamento com o mesmo tempo citado anteriormente mais a limpeza com água destilada em ultra-som (Figura 29) para verificar a distribuição dos elementos químicos sobre a superfície cerâmica de uma forma mais precisa e detalhada.

Na Figura 27, a região onde se observa os pontos brancos, é onde estão localizado os elementos químicos. Notou-se maior quantidade de pontos brancos para o Si seguido do O, do Al, do Na e do K o que é justificado pelo fato da cerâmica do estudo ser uma cerâmica feldspática que é definida como um vidro não cristalino baseada na sílica ( $\text{SiO}_2$ ) e no feldspato de potássio e de sódio.

Na figura 28, observou-se que houve diminuição da quantidade de pontos brancos dos elementos químicos Si, K, Al e Na resultante da diminuição da concentração desses elementos químicos o que foi justificada pela ação do ácido fluorídrico que provocou dissolução da matriz vítrea dessa cerâmica. O elemento químico F que é característico da composição do precipitado ácido foi mapeado, porém ele foi o elemento que se apresentou em menor quantidade sobre a superfície cerâmica. O F é um elemento químico muito leve, o que dificulta o seu mapeamento, tornando o mesmo não muito evidente.

De acordo com os resultados obtidos neste estudo, pôde-se afirmar que diferentes tempos de condicionamento com ácido fluorídrico não influenciaram a resistência adesiva entre o agente cimentante e a cerâmica utilizada nesta pesquisa, porém pode ser interessante estabelecer como tempo de condicionamento para a cerâmica do estudo, o tempo de 20s uma vez que o mesmo produziu valores de resistência adesiva satisfatórios o que vai otimizar o tempo clínico do cirurgião-dentista. A limpeza em ultra-som da superfície cerâmica foi um fator diferencial para o aumento da resistência adesiva independentemente do tempo de condicionamento com ácido fluorídrico, sendo, portanto, um procedimento clínico pré-cimentação adesiva que foi efetivo para a limpeza dos precipitados ácidos.

## 7 CONCLUSÕES

Os resultados desse estudo confirmaram as duas hipóteses experimentais de que :

- a) a resistência de união entre uma cerâmica e um cimento resinoso não é influenciada por diferentes tempos de condicionamento com ácido fluorídrico;
- b) a limpeza com água destilada em ultra-som aumenta a resistência adesiva, independentemente do tempo de condicionamento da superfície cerâmica com ácido fluorídrico.

## 8 REFERÊNCIAS\*

- 1 AIDA, M.; HAYAKAWA, T.; MIZUKAWA, K. Adhesion of composite to porcelain with carious surface conditions. **J Prosthet Dent**, v.73, n.5, p.464-70, May 1995.
- 2 AL-SALEHI, S.K.; BURKE, F.J.T. Methods used in dentin bonding tests: an analysis of 50 investigations on bond strength. **Quintessence Int**, v.28, n.11, p.717-23, 1997.
- 3 ANDREATTA FILHO, O.D.; NISHIOKA, R.S.; ALMEIDA, E.E.S. Construção de um torno mecânico para realizar preparos dentais padronizados. **Pesq Odontol Bras**, v.14, Supl.1, p.17, 2000 (1047)
- 4 ANUSAVICE, K.J. Cerâmicas odontológicas. In: \_\_\_\_\_. **Phillips materiais dentários**. Trad. DOURADO, A. et al. 11.ed. Rio de Janeiro: Guanabara Koogan. 2005. Cap.21, p.619-31.
- 5 AWLIYA, W. et al. Shear bond strength of a resin to densely sintered high-purity alumina with various surface conditions. **Acta Odontol Scan**, v.56, p.9-13, 1998.

---

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



- 6 BIANCHI, J. **Estudo sobre a resistência à microtração em função das dimensões, modo de preensão e formato do corpo-de-prova**. 1999. 112f. Tese (Doutorado em Odontologia, Área de Concentração em Materiais Dentários) – Faculdade de Odontologia de Bauru, Universidade de São Paulo, Bauru, 1999.
- 7 BORGES, G.A et al. Effect of etching and airborne particle abrasion on the microstructure of different dental ceramics. **J Prosthet Dent**, v.89, n.5, p.479-88, May, 2003.
- 8 BOSCATO, N.; DELLA-BONA, Á. CURY; A.D.B. Caracterização de uma cerâmica vítrea bifásica. **Pesq Odontol Bras**, v.18, Supl 1, p.186, 2004. (Abstract pb240). Trabalho apresentado no 21º Annual SBPqO Meeting.
- 9 CALAMIA, J.R.; SIMONSEN, R.J. Effect of coupling agents on bond strength of etched porcelain. **J Dent Res**, v.63, p.179, 1984. (Abstract 79).
- 10 CANAY, S.; HERSEK, N.; ERTAN, A. Effect of different acid treatments on a porcelain surface. **J Oral Rehabil**, v.28, n. p.95-101, 2001.
- 11 CARDOSO, P.E.C.; BRAGA, R.R.; CARRILHO, M.R.O. Evaluation of microtensile, shear and tensile tests determining the bond strength of three adhesive systems. **Dent Mater**, v.14, p.394-8, Nov. 1998.
- 12 CHEN, J.H.; MATSUMURA, H.; ATSUTA, M. Effect of different etching periods on the bond strength of a composite resin to a machinable porcelain. **J Dent**, v.28, n.1, p.53-8, Jan. 1998.

- 13 CHEN, J.H.; MATSUMURA, H.; ATSUTA, M. Effect of etchant, etching period and silane priming on bond strength to porcelain of composite resin. **Oper Dent**, v.23, n.5, p.250-7, Sept./Oct. 1998.
- 14 CORRER SOBRINHO, L. et al. Materiais cerâmicos. In: \_\_\_\_\_. **Odontologia estética: o estado da arte**. São Paulo: Artes Médicas, 2004 Cap.6, p.156-80.
- 15 DeGOES, m. Cimentos resinosos. In: BARATIERI, L.N.; CHAIN, M. **Restaurações estéticas com resina composta em dentes posteriors**. São Paulo: Artes Médicas, 1998, Cap. 12, p.169-76.
- 16 DELLA-BONA, Á.; ANUSAVICE, K.J. Microstructure, composition and etching topography of dental ceramics. **Int J Prosthodont**, v.15, n.2, p.159-67, 2002.
- 17 DELLA-BONA, A.; VAN NOORT, R. Shear vs. tensile bond strength of resin composite bonded to ceramic. **J Dent Res**, v.74, n.9, p.1591-6, Sept. 1995.
- 18 DELLA-BONA, Á.; ANUSAVICE, K.J.; HOOD, J.A.A. Effect of ceramic surface treatment on tensile bond strength to a resin cement. **Int J Prosthodont**, v.15, n.3, p.248-53, 2002.
- 19 DELLA-BONA, A.; ANUSAVICE, J.; SHEN, C. Microtensile strength of composite bonded to hot-pressed ceramics. **J Adhes Dent**, v.26, n.4, p.305-13, 2000.
- 20 DELLA-BONA, Á. et al. Alterações topográficas provocadas por ácidos na superfície de diferentes cerâmicas. **Pesq Odontol Bras**,

- v.18, Supl1, p.137, 2004. [Abstract Pa210]. Trabalho apresentado no 21º Annual SBPqO Meeting.
- 21 FOWLER, C.S. et al. Influence of selected variables on adhesin testing. **Dent Mater**, v.8, n.4, p.265-9, July 1992.
- 22 GARCIA, F.C.P.; TERADA, R.S.S.; CARVALHO, R.M. Testes mecânicos para a avaliação laboratorial da união resina/dentina. **Rev Fac Odontol Bauru**, v.10, n.3, p.118-27, 2002.
- 23 GORACCI, C. et al. Influence of substrate shape and thickness on microtensile specimens' structural integrity and their measured bond strength. **Dent Mater**, v.20, p.643-54, 2004.
- 24 JARDEL, V. et al. Correlation of topography to bond strength of etched ceramic. **Int J Prosthodont**, v.12, n.1, p.59-64, Jan. 1999.
- 25 KERN, M.; THOMPSON, V.P. Bonding to glass infiltrated alumina ceramic: adhesive methods and their durability. **J Prosthet Dent**, v.73,n.3, p.240-9, Mar. 1995.
- 26 LEITE, F.P.P. et al. Resistência à microtração entre dois cimentos resinosos e uma cerâmica de silicato de lítio. **Odonto Cienc Rev Fac Odontol Univ Metodista São Paulo**, v.11, n.21, p.41-50, jan./jun. 2003.
- 27 LEITE, F.P.P et al. Resistência adesiva entre uma cerâmica feldspática reforçada por leucita e dois cimentos resinosos. **Pesq Odontol Bras**, v.18, Supl.1, p.144. 2004. (Abstract Pa 268). Trabalho apresentado no 21º Annual SBPqO Meeting.
- 28 MAGNE, P.; BELSAR, U. Prova e procedimentos de cimentação

- adesivos. In: \_\_\_\_ **Restaurações adesivas de porcelana na dentição anterior: uma abordagem biomimétrica.** Berlin: Quintessence, 2003, p.335-70.
- 29 OZCAN, M.; VALLITU, P.K. Effect of surface conditioning methods on the bond strength of luting cement to ceramics. **Dent Mater**, v.19, n.8, p.725-31, 2003.
- 30 PASHLEY, D.H. et al. Adhesion testing of dentin bonding agents: a review. **Dent Mater**, v. 11, p.117-25, Mar. 1995.
- 31 PASHLEY, D.H. et al. The microtensile bond test: a review. **J Adhes Dent**, v.1, p.299-309, 1999.
- 32 PHOENIX, R.D.; SHEN, C. Chacaracterization of treated porcelain surfaces via dynamic contact angle analysis. **Int J Prosthodont**, v.8, n.2, p.187-94, Mar./Apr. 1995.
- 33 PHRUKKANON, S.; BURROW, M.F.; TYAS, M.J. Effect of cross-sectional surface area on bond strength between resin and dentin. **Dent Mater**, v.14, p.120-8, Mar. 1998.
- 34 PHRUKKANON, S.; BURROW, M.F.; TYAS, M.J. The influence of cross-sectional shape and surface area on the microtensile bond test. **Dent Mater**, v.14, p.212-21, June 1998.
- 35 ROSA, V.; DELLA-BONA, Á.; PENZETTA, C. Tenacidade de fratura e dureza de uma nova cerâmica de uso odontológico. **Pesq Odont Bras**, v.18, Supl1, p.37, 2004. (Abstract PI022). Trabalho apresentado no 21º Annual SBPqO Meeting.
- 36 SANO, H. et al. Relationship between surface area for adhesion

- and tensile bond strength – Evaluation of microtensile bond test. **Dent Mat**, v.10, p.236-40, July, 1994.
- 37 SARAÇOĞLU, A.; CURA, C.; GÖTERT, H.S. Effect of various surface treatment methods on the bond strength of the heat-pressed ceramic samples. **J Oral Rehabil**, v.31, p.790-7, 2004.
- 38 SCHEREINER, R.F. et al. Microtensile testing of dentin adhesives. **Dent Mater**, v.14, p.194-201, June 1998.
- 39 SHIMADA, Y.; YAMAGUCHI, S.; TAGAMI, J. Micro-shear bond strength of dual-cured resin cement to glasse ceramics. **Dent Mater**, v.18, p.330-8, 2002.
- 40 SHONO, Y. et al. Durability of resin-dentin bonds. **J Adhes Dent**, v.1, p.211-8, 1999.
- 41 SHONO, Y. et al. Regional measurement of resin-dentin bonding as an array. **J Dent Res**, v.78, n.2, p.699-705, Feb. 1999.
- 42 SIMONSEN, R.J.; CALAMIA, J.R. Effect coupling agents on bond strength of etched porcelain. **J Dent Res**, v.62, p.297, 1983. (Abstract 79).
- 43 SÖDERHOLM, K.M.; REETZ, E.A. Factors affecting reliability of a resin-based cement joint. **Gen Dent**, v.44, n.4, p.296-302, July/Aug. 1996.
- 44 SPOHR, A.M. et al. Influence of surface conditions and silane agent on the bond of resin to IPS Empress 2 ceramic. **Int J Prothod**, v.16, n.3, p.277-82, May/June 2003.

- 45 STANGEL, I.; NATHANSON, D. HSU, C.S. Shear strength of the composite bond to etched porcelain. **J Dent Res**, v.66, p.1460, 1987.
- 46 STEWARD, G. JAIN, P.; HODGES, J. Shear bond strength of resin cements to both ceramic and dentin. **J Prosthet Dent**, v.88, n.3, p.277-84, 2002.
- 47 SUDSANGIAM, S. ; VAN NOORT, R. Do dentin bond strength tests serve a useful purpose? **J Adhes Dent**, v.1,n.1, p.57-67, 1999.
- 48 TAY, F.R. et al. Effect of smear layers on the bonding of a self-etching primer to dentin. **J Adhes Dent**, v.2, n.2, p.99-116, 2000.
- 49 TYLCA, D.F.; STEWART, G.P. Comparison of acidulated phosphate fluoride gel and hydrofluenoric acid etchants for porcelain composite repair. **J Prosthet Dent**, v.72, p.121-7, 1994.
- 50 VALANDRO, L.F.; DELLA BONA, A.; BOTTINO, M.A. The effect of ceramic surface treatment on bonding to density sintired alumina ceramic. **J Prosthet Dent**, v.93, n.3, p.253-9, Mar. 2005.
- 51 VAN NOORT, R. et al. A critique of bond strength measurements. **J Dent**, v.17,n.2, p.61-7, 1989.
- 52 VAN NOORT, R. et al. The effect of local interfacial geometry on the measurement of the tensile bond strength to dentin. **J Dent Res**, v.70, n.5, p.889-93, May 1991.

- 53 VERSLUIS, A.; TANTBIROJN, D.; DOUGLAS, W.H. Why do shear bond tests pull out dentin? **J Dent Res**, v.76, n.6, p.1298-307, June, 1997.
- 54 WEGNER, S.M.; KERN, M. Long-term resin bond strength to zirconia ceramic. **J Adhes Dent**, v.2, n.2, p.139-47, 2000.

LEITE, F.P.P. **Effect of etching time and ultrasonic cleaning of the hydrofluoric acid precipitates on the bond strength between a feldspatic ceramic and a resin cement.** 2005. 127f. Tese (Doutorado em Odontologia Restauradora, Especialidade Prótese Dentária) Faculdade de Odontologia de São José dos Campos, Universidade Estadual Paulista, São José dos Campos, 2005.

**Bond strength between a veneer ceramic and a luting cement: Analysis of hydrofluoric acid action and ultrasonic cleaning of the hydrofluoric acid precipitates**

### ABSTRACT

*Objectives: To test the following hypotheses: (1) different etching periods with hydrofluoric acid (HF) don't effect the bond strength values between a feldspatic ceramic and a resin cement ; (2) the ultrasonic cleaning of the precipitates of the HF formed after the acid treatment improve the bond strength between a feldspatic ceramic and a resin cement. Methods: 48 blocks of Vita VM7 ceramic (VITA) (6x6x5mm) were obtained. The cementation surface of each block was wet-grounded up to 1200 grids and duplicated in resin composite (W3D Master, Wilcos). Ceramic blocks were then randomly assigned into 6 groups (n=8/per group): G1: etching with 10% HF (Dentsply) for 30s + Silane (Porcelain Primer, Bisco); G2: 10% HF for 1min + Silane; G3: 10% HF for 2min + Silane; G4: 10% HF for 30s + ultrasonic cleaning (Vitasonic) for 4min in distilled water + Silane; G5: 10% HF for 1min + ultrasonic cleaning + Silane; G6: 10% HF for 2min ultrasonic cleaning + Silane. The ceramic blocks were cemented to the composite blocks using the resin cement (RelyX ARC, 3M-ESPE). The cemented blocks were sectioned in two axes (x and y) with a diamond disk under coolant irrigation in order to obtain non-trimmed bar specimens (sp-sticks) with 0.8mm<sup>2</sup> of bonding area. Each sp was attached to an adapted device and the microtensile test was performed using the universal testing machine (crosshead speed: 1mm.min<sup>-1</sup>). Results: The bond strengths and SD in MPa were as follows: G1: 16,2±3,48<sup>a</sup>; G2: 14,7±1,2<sup>a</sup> G3: 17,8±3,9<sup>a</sup>; G4:19,4±4,2<sup>b</sup>; G5: 19,2±0,8<sup>b</sup>; G6: 20,0±1,1<sup>b</sup>. The etching period did not create significant difference among the groups (P=0.156), significant influence of ultrasonic cleaning was observed for each group (P=0.001) (Two-way ANOVA and Tukey's test, p<0.05). The results confirmed the two experimentals hypotheses: a) bond strength between a feldspatic ceramic and a resin cement is not effected by differents etching periods with HF; b) the ultra-sonic cleaning increase the bond strength between the surface ceramic and the resin cement independently of the etching period.*

*Key-words: acid etching, hydrofluoric acid, ultra-sonic, tensile strength, ceramics.*





# Livros Grátis

( <http://www.livrosgratis.com.br> )

Milhares de Livros para Download:

[Baixar livros de Administração](#)

[Baixar livros de Agronomia](#)

[Baixar livros de Arquitetura](#)

[Baixar livros de Artes](#)

[Baixar livros de Astronomia](#)

[Baixar livros de Biologia Geral](#)

[Baixar livros de Ciência da Computação](#)

[Baixar livros de Ciência da Informação](#)

[Baixar livros de Ciência Política](#)

[Baixar livros de Ciências da Saúde](#)

[Baixar livros de Comunicação](#)

[Baixar livros do Conselho Nacional de Educação - CNE](#)

[Baixar livros de Defesa civil](#)

[Baixar livros de Direito](#)

[Baixar livros de Direitos humanos](#)

[Baixar livros de Economia](#)

[Baixar livros de Economia Doméstica](#)

[Baixar livros de Educação](#)

[Baixar livros de Educação - Trânsito](#)

[Baixar livros de Educação Física](#)

[Baixar livros de Engenharia Aeroespacial](#)

[Baixar livros de Farmácia](#)

[Baixar livros de Filosofia](#)

[Baixar livros de Física](#)

[Baixar livros de Geociências](#)

[Baixar livros de Geografia](#)

[Baixar livros de História](#)

[Baixar livros de Línguas](#)

[Baixar livros de Literatura](#)  
[Baixar livros de Literatura de Cordel](#)  
[Baixar livros de Literatura Infantil](#)  
[Baixar livros de Matemática](#)  
[Baixar livros de Medicina](#)  
[Baixar livros de Medicina Veterinária](#)  
[Baixar livros de Meio Ambiente](#)  
[Baixar livros de Meteorologia](#)  
[Baixar Monografias e TCC](#)  
[Baixar livros Multidisciplinar](#)  
[Baixar livros de Música](#)  
[Baixar livros de Psicologia](#)  
[Baixar livros de Química](#)  
[Baixar livros de Saúde Coletiva](#)  
[Baixar livros de Serviço Social](#)  
[Baixar livros de Sociologia](#)  
[Baixar livros de Teologia](#)  
[Baixar livros de Trabalho](#)  
[Baixar livros de Turismo](#)