

**GUILHERME DE SIQUEIRA FERREIRA ANZALONI SAAVEDRA**

**EFEITO DA NEUTRALIZAÇÃO E LIMPEZA SÔNICA DO  
PRECIPITADO DO ÁCIDO FLUORÍDRICO SOBRE A  
RESISTÊNCIA DE UNIÃO ENTRE UMA CERÂMICA E UM  
CIMENTO RESINOSO**

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

# **Livros Grátis**

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

Milhares de livros grátis para download.

**GUILHERME DE SIQUEIRA FERREIRA ANZALONI SAAVEDRA**

**EFEITO DA NEUTRALIZAÇÃO E LIMPEZA SÔNICA DO  
PRECIPITADO DO ÁCIDO FLUORÍDRICO SOBRE A  
RESISTÊNCIA DE UNIÃO ENTRE UMA CERÂMICA E UM  
CIMENTO RESINOSO**

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

Orientador Prof. Adjunto Estevão Tomomitsu Kimpara

São José dos Campos  
2006

## **DEDICATÓRIA**

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

*Ao São Josemaria Escrivá de Balaguer, fundador do Opus Dei, por guiar minhas atitudes em toda minha vida.*

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

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

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

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

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

## MINHA ETERNA GRATIDÃO...

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

Aos meus irmãos **Marcelo e Milton de Siqueira Ferreira Anzaloni Saavedra** pela paciência, incentivo e apoio constante que sempre manifestaram. Fazem parte de momentos que ficarão eternamente em minha mente.

Ao meu orientador e amigo Prof. Adjunto **Estevão Tomomitsu Kimpara** pelas orientações, oportunidades e atenção dispensados no transcorrer do curso. Pessoa que conquistou meu respeito, admiração e carinho. Profissional competente e, principalmente pelo ser humano de caráter e personalidade, que pretendo seguir como exemplo em minha trajetória.

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

Ao Prof. Adjunto **Marco Antônio Bottino** pelo seu exemplo de profissional, dedicação à pesquisa e ao ensino, pelas oportunidades e pelo incansável incentivo e apoio dispensados no decorrer do curso.

Ao amigo e Prof. Dr. **Maximiliano Pierro Neisser** pelo convívio, amizade, conhecimentos transmitidos e pelo exemplo de pesquisador e fotógrafo em quem pretendo me espelhar daqui para frente. Responsável pelos meus primeiros passos na pesquisa e fotografia.

Ao meu irmão Prof. Dr. **Rander Pereira Avelar**, a quem devo muito de toda essa conquista. Pelas oportunidades,

disponibilidade em sempre me ajudar e como exemplo de irmão mais velho. Tenho grande orgulho de tê-lo como amigo.

Ao meu amigo Prof. Dr. **Leonardo Buso** pelo apoio, incentivo e principalmente pela paciência para comigo em todos os momentos.

Aos meus grandes amigos de turma **Karina Tenório Landim e Alexandre Abdala Alonso**, pela amizade, incentivo, desenvolvimento científico e pelos bons momentos compartilhados.

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

À amiga **Fabíola Pessoa Pereira Leite** pelo auxílio na realização da parte experimental deste estudo e pela paciência em todos os momentos.

Aos amigos da família Ortodont, representada pelos Prof. Dr. **Valter Gomes e Stélio Gomes**, pelas oportunidades e votos de sucesso. Pessoas que tenho eterno carinho e gratidão.



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

## **AGRADECIMENTOS**

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

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

Ao Departamento de Materiais Odontológicos e Prótese da Faculdade de Odontologia de São José dos Campos – UNESP, sob chefia do Professor Assistente **Lafaiete Nogueira Junior**.

Aos Professores da Disciplina de Materiais Dentários, Professor Adjunto **Estevão Tomomitsu Kimpara**, Professor Adjunto **Sigmar de Melo Rode**, Professor Doutor **Alexandre Luis Souto Borges** e ao

Professor **Rubens Nisie Tango** pelos ensinamentos transmitidos, convívio e amizade.

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

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

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

As 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.

As 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.

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.

A **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 pela disponibilidade e auxílio durante a realização do EDS.

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

À **3M-ESPE**, por meio de seus funcionários **Valéria Britto** e **Marcelo Ma** 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 do Departamento de Materiais Odontológicos e Prótese** pela ajuda na execução de todas as tarefas.

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

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

**MEUS SINCEROS AGRADECIMENTOS**

## SUMÁRIO

LISTA DE ABREVIATURAS .....	17
LISTA DE FIGURAS.....	18
LISTA DE QUADROS .....	23
LISTA DE TABELAS .....	24
RESUMO .....	25
1 INTRODUÇÃO .....	26
2 REVISÃO DA LITERATURA .....	30
3 PROPOSIÇÃO .....	75
4 MATERIAIS E MÉTODO .....	76
4.1 Materiais .....	76
4.2 Método .....	77
4.2.1 Confeção, controle de qualidade e refinamentos dos blocos cerâmicos .....	78
4.2.2 Obtenção dos blocos de resina composta .....	82
4.2.3 Cimentação dos blocos .....	88
4.2.4 Preparação dos corpos-de-prova para o ensaio de tração .....	89
4.2.5 Ensaio de tração .....	93
4.2.6 Delineamento experimental.....	94
4.2.7 Análise microscópica .....	94
4.2.7.1 Análise por microscopia óptica .....	94
4.2.7.2 Análise topográfica por microscopia eletrônica de varredura (MEV).....	95
4.2.8 Análise química e mapeamento de superfície via MEV e EDS .....	97
5 RESULTADOS .....	100
5.1 Ensaio de resistência à tração .....	100
5.2 Análise por microscopia óptica .....	104

5.3 Análise topográfica por MEV .....	105
5.4 Análise química e mapeamento de superfície via MEV e EDS..	110
6 DISCUSSÃO .....	117
6.1 Dos resultados do ensaio de resistência à tração.....	117
6.2 Da análise topográfica por MEV .....	122
6.3 Da análise química e mapeamento de superfície via MEV e EDS .....	124
7 CONCLUSÕES .....	126
8 REFERÊNCIAS .....	127
<i>ABSTRACT</i> .....	136



## LISTA DE ABREVIATURAS

AF= Ácido fluorídrico

Al= Alumínio

ANOVA= Análise de Variância

APF= Flúor fosfato acidulado

Ca= Cálcio

Cp= Corpo-de-prova

Cps= Corpos-de-prova

EDS= Espectroscopia por Energia Dispersiva

H= Hidrogênio

HF= Ácido fluorídrico

K= Potássio

MEV= Microscopia eletrônica de varredura

MPa= Megapascal

Na= Sódio

O= Oxigênio

Ra= Rugosidade superficial Média

SEM= Scanning Electron Microscope

°C= Graus Celsius

## LISTA DE FIGURAS

FIGURA 1-	Padrão de resina acrílica .....	78
FIGURA 2-	Seqüência de confecção dos blocos cerâmicos: a- molde para o bloco cerâmico; b- molde isolado com óleo mineral; c- manipulação da cerâmica; d- início da inserção da massa; e- molde preenchido; f- bloco cerâmico antes da cocção. ....	80
FIGURA 3-	Blocos cerâmicos durante processo de cocção: a- vista aproximada dos blocos no interior do forno; b- padrão de resina e blocos cerâmicos antes e após a cocção.....	80
FIGURA 4-	Verificação radiográfica dos blocos cerâmicos.....	81
FIGURA 5-	Limpeza sônica dos blocos cerâmicos: a- aparelho de ultra-som utilizado; b- blocos cerâmicos durante processo de limpeza.....	81
FIGURA 6-	Bloco cerâmico.....	82

FIGURA 7	Seqüência de confecção do bloco de resina composta: a- moldagem do bloco cerâmico; b- remoção do bloco cerâmico; c- condensação da resina composta; d- fotoativação; e- molde preenchido; f- amostra de polímero obtida.....	83
FIGURA 8-	Seqüência de condicionamento com ácido fluorídrico a 10% das superfícies cerâmicas: a- início da aplicação do ácido; b- ácido fluorídrico aplicado; c-lavagem spray ar-água (60s); d- secagem da superfície cerâmica condicionada pelo ácido fluorídrico.....	86
FIGURA 9-	Processo de neutralização do ácido fluorídrico: a- inserção do bloco cerâmico em solução supersaturada de bicarbonato de sódio; b- bloco cerâmico imerso na solução.....	87
FIGURA 10-	Limpeza sônica dos blocos cerâmicos: a- aparelho de ultra-som utilizado; b- bloco cerâmico durante processo de limpeza.....	87
FIGURA 11-	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- fotoativação do cimento.....	89

FIGURA 12-	Torno mecânico modificado.....	90
FIGURA 13-	Sequência da preparação dos corpos-de-prova para o ensaio de tração: 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 amostras (área reduzida); f- amostra obtida.....	92
FIGURA 14-	Conjunto paquímetro – amostra: a- conjunto pronto para ser carregado; b- vista aproximada: 1- adesivo cianoacrilato; 2- garras do paquímetro; 3- amostra.....	93
FIGURA 15-	Microscópio eletrônico de varredura.....	96
FIGURA 16-	Máquina metalizadora “Denton Vacum Inc”.....	96
FIGURA 17-	Blocos cerâmicos após recobrimento com uma fina camada condutora de ouro.....	97
FIGURA 18-	MEV e EDS.....	99
FIGURA 19-	Distribuição dos valores de resistência de união adesiva, ao redor da média, segundo o tipo de tratamento de superfície.....	102

FIGURA 20-	Ilustração gráfica das médias de resistência de união (MPa) e desvios-padrão obtidos.....	103
FIGURA 21-	Imagens das superfícies cerâmicas antes de receber qualquer tipo de tratamento, a seta mostra as ranhuras marcadas pelas lixas d'água: a) padrão (x500); b) padrão (x2000).....	105
FIGURA 22-	Imagens das superfícies cerâmicas nos diferentes tratamentos realizados: a) G1 (x500); b) G1 (x2000); c) G2 (x500); d) G2 (x2000); e) G3 (x500); f) G3 (x2000); g) G4 (x500); h)G4 (x2000).....	107
FIGURA 23-	Imagens em MEV do padrão de falha das amostras dos diferentes grupos.....	108
FIGURA 24-	Espectro de raios-X de uma amostra de cerâmica antes de receber qualquer tipo de tratamento.....	111
FIGURA 25-	Espectro de raios-X de uma amostra do grupo 1. A seta (vermelha) indica a presença do íon flúor .....	111
FIGURA 26-	Espectro de raios-X de uma amostra do grupo 2.....	112
FIGURA 27-	Espectro de raios-X de uma amostra do grupo 3.....	112
FIGURA 28-	Espectro de raios-X de uma amostra do grupo 4.....	113

FIGURA 29-	Mapeamento de raios-X de uma amostra de cerâmica antes de receber qualquer tipo de tratamento.....	114
FIGURA 30-	Mapeamento de raios-X de uma amostra de cerâmica após condicionamento com ácido fluorídrico (G1).....	115
FIGURA 31-	Mapeamento de raios-X de uma amostra de cerâmica após condicionamento com ácido fluorídrico e limpeza sônica (G3).....	116

## LISTA DE QUADROS

Quadro 1-	Material, nome comercial e fabricante, utilizados para a confecção dos corpos-de-prova.....	76
Quadro 2-	Descrição da composição dos materiais utilizados para a confecção dos corpos-de-prova.....	77
Quadro 3-	Descrição da divisão dos grupos deste estudo conforme a presença ou não do processo de neutralização do precipitado do ácido fluorídrico e quanto à limpeza sônica ou não com água deionizada por 4 minutos do precipitado ácido.....	84

## LISTA DE TABELAS

Tabela 1-	Estatística descritiva dos dados de resistência de união adesiva (MPa) obtidos para os diferentes tratamentos da superfície cerâmica.....	101
Tabela 2-	Análise de Variância para os dados de resistência de união adesiva (MPa) obtidos.....	102
Tabela 3-	Teste de Comparação Múltipla de Tukey (5%).....	103



**SAAVEDRA, G. S. F. A. Efeito da neutralização e limpeza sônica do precipitado do ácido fluorídrico sobre a resistência de união entre uma cerâmica e um cimento resinoso.**

2006. 136f. Dissertação (Mestrado em Odontologia Restauradora, Especialidade em Prótese Dentária) - Faculdade de Odontologia de São José dos Campos, Universidade Estadual Paulista. São José dos Campos, 2006.

## **RESUMO**

O objetivo deste trabalho foi avaliar três hipóteses: a) o processo de neutralização influencia nos valores de resistência de união entre uma cerâmica feldspática e um cimento resinoso; b) limpeza sônica dos precipitados do ácido fluorídrico aumenta os valores de resistência de união; c) associação entre o do processo de neutralização e a limpeza sônica melhora a resistência de união. Confeccionou-se 32 blocos cerâmicos (VM7 VITA Zahnfabrik), os quais foram duplicados em resina composta (W3D Master). Cada bloco cerâmico (1face) foi condicionado (20s) com AF10% (Dentsply), seguida pela lavagem jato ar-água (60s) e secagem. Foram selecionados aleatoriamente e divididos em 4 grupos(n=8):G1-o silano(Porcelain Primer,BISCO) foi aplicado na superfície cerâmica seguido da cimentação aos blocos de resina; G2-os blocos foram imersos (40s) em solução supersaturada de bicarbonato de sódio, lavados jato ar-água por (60s) e secos antes da aplicação do silano e cimentação; G3-limpeza sônica (4minutos), silano e cimentação; G4- associação da neutralização e limpeza sônica, seguido da silanização e cimentação. Posteriormente, cada bloco cerâmico já tratado foi unido ao seu correspondente de resina composta com o cimento resinoso Rely X ARC (3M). Após armazenagem (água destilada sete dias a 37°C), cada conjunto cerâmica/cimento/resina composta foi seccionado no sentido X e Y, obtendo-se amostras (áreas reduzidas e padronizadas) que foram fixadas num paquímetro adaptado, sendo este acoplado em uma máquina de ensaios universal (EMIC) com célula de carga de 10Kgf, velocidade de 1,0mm/min e submetidos ao ensaio de tração. Os valores de resistência adesiva e os desvios-padrão (MPa) para os grupos foram : G1:  $19,86 \pm 2,42^a$ ; G2:  $15,64 \pm 2,29^b$ ; G3:  $23,53 \pm 1,07^c$ ; G4:  $29,36 \pm 0,98^d$ . As quatro condições experimentais apresentaram diferença estatisticamente significativa entre si ( $p=0.0001$ ) (ANOVA one-way e Teste de Tukey,  $p<0.05$ ). Os resultados deste estudo confirmaram que: a) o processo de neutralização influencia nos valores de resistência de união entre uma cerâmica feldspática e um cimento resinoso; b) a limpeza sônica dos precipitados do ácido fluorídrico aumenta os valores de resistência de união; c) a associação entre o processo de neutralização e a limpeza sônica melhora a resistência de união.

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

## 1 INTRODUÇÃO

As cerâmicas associadas ao metal, metalocerâmicas, são os tipos de materiais mais empregados em coroas e próteses parciais fixas (PHOENIX & SHEN<sup>36</sup>, 1995) devido às suas características estéticas satisfatórias, resistência compatível e custo adequado. No entanto, a grande necessidade estética e a evolução da odontologia, principalmente a adesiva, fizeram com que os materiais cerâmicos evoluíssem nas últimas décadas, tornando seu uso constante e diário para o cirurgião-dentista (KAMADA et al.<sup>26</sup>, 1998).

As cerâmicas, porém, têm sido utilizadas na sociedade humana há mais de 10.000 anos, sendo provavelmente um dos primeiros materiais artificialmente fabricados pelo homem. Foram desenvolvidas a partir da fusão da argila branca da China com "Pedra de Javre" na confecção de vasos, com paredes translúcidas e resistentes (BOTTINO et al.<sup>8</sup>, 2002) e, ainda hoje, vêm sendo muito estudadas com o objetivo de manter e melhorar a qualidade dos trabalhos restauradores e da saúde bucal do paciente. Segundo Anusavice<sup>4</sup>, 2005, as cerâmicas apresentam propriedades altamente positivas para aplicação odontológica, como translucidez, biocompatibilidade, resistência ao desgaste, estética e também, algumas propriedades que não podem ser consideradas totalmente ideais, como alta dureza, friabilidade, contração durante a sinterização, dificuldade de reparo e custo.

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

Durante a cimentação de restaurações totalmente cerâmicas há a necessidade de se utilizar sistemas adesivos e cimentos resinosos (WOLF et al.<sup>59</sup>, 1993; DeGOES<sup>15</sup>, 1998) realizando, desta forma, uma colagem. A força de união entre cimento resinoso e a cerâmica é dada pelo condicionamento ácido da superfície cerâmica, que possibilita o intertravamento mecânico, e a utilização de uma molécula organofuncional conhecido como silano, promovendo a adesão entre os substratos inorgânicos e os polímeros orgânicos (STANGEL et al.<sup>50</sup>, 1987).

O tratamento de superfície será definido de acordo com o tipo de cerâmica envolvida, conforme indica Valandro et al.<sup>55</sup>, em 2005, que classificaram as cerâmicas odontológicas considerando a sensibilidade ao condicionamento pelo ácido fluorídrico em:

- a) ácidos-sensíveis -cerâmicas que sofrem alteração morfológica da superfície pelo ácido fluorídrico (cerâmica feldspáticas, leucíticas e à base de dissilicato de lítio), criando um padrão topográfico que favorece a retenção micromecânica;
- b) ácidos-resistentes - cerâmicas resistentes ao condicionamento pelo ácido fluorídrico (cerâmicas à base de alumínio ou alumínio/zircônio infiltradas por vidro, à base de zircônio/ítrio e alumínio densamente sinterizados).

O condicionamento com ácido fluorídrico em cerâmica feldspática altera de forma significativa a morfologia superficial da cerâmica, promovendo irregularidades na superfície pela dissolução seletiva da fase vítrea que são representadas por poros retentivos (OZCAN & VALLITU<sup>32</sup>, 2003). O número, a forma e o tamanho desses poros têm sido associados a um aumento da resistência adesiva (STANGEL et al.<sup>50</sup>, 1987) e a presença dos mesmos facilitará a penetração do agente de união (CORRER SOBRINHO et al.<sup>14</sup>, 2004; LEITE<sup>30</sup>, 2005).

Além das irregularidades na superfície cerâmica, o condicionamento com ácido fluorídrico promove a formação de precipitados ácidos (produtos da reação do fluorsilicato de Na, K, Ca e Al) que ficarão localizados na entrada dos poros (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 falha clínica da restauração (PHOENIX & SHEN<sup>36</sup>, 1995). Procedimentos adicionais podem melhorar ou auxiliar essa união, como a eliminação do excesso de ácido e de precipitados ácidos na superfície cerâmica (FLÔR et al.<sup>21</sup>, 2003; MAGNE & BELSER<sup>31</sup>, 2003; LEITE<sup>30</sup>, 2005).

Canay et al.<sup>10</sup>, em 2001, estudaram microscopicamente (MEV) os efeitos de diferentes tratamentos superficiais de uma porcelana feldspática, observando que após o condicionamento com ácido fluorídrico há a formação de precipitados de fluorsilicato de Na, K, Ca e Al que podem ser eliminados em banho ultra-sônico, alterando as características da superfície do substrato e conseqüentemente melhorando, segundo os autores, a força de união adesiva entre porcelana e cimento.

Flôr et al.<sup>21</sup>, em 2003, analisaram a influência da neutralização do ácido fluorídrico com bicarbonato de sódio na resistência de união entre um cimento resinoso e uma cerâmica vítrea, verificando

que o processo de neutralização aumentou a resistência de união adesiva entre o cimento e a cerâmica estudados.

Pela análise da literatura, observa-se que o sucesso e a longevidade das restaurações, realizadas com materiais cerâmicos, estão intimamente relacionados com o tratamento superficial submetido pré-cimentação e a cimentação propriamente dita (STEWART et al.<sup>51</sup>, 2002; SPOHR et al.<sup>49</sup>, 2003). Assim, cuidados no condicionamento com ácido fluorídrico, como tempo e concentração, devem ser respeitados e seguidos segundo as recomendações do fabricante, bem como a forma de total eliminação dos precipitados e da solução ácida, sendo este o motivo pelo qual houve o interesse de realizar essa investigação.

## 2 REVISÃO DA LITERATURA

Simonsen & Calamia<sup>47</sup> (1983) avaliaram a viabilidade do condicionamento da cerâmica e a resistência de união da cerâmica condicionada à resina composta. Para tal, condicionaram 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 microscopia eletrônica 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 neste 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 sobre a resistência de união à tração da superfície da cerâmica condicionada. Foram obtidas quarenta amostras de cerâmica unidas a 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>56</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, acoplado a um programa de computador, submetido ao estudo dos elementos finitos. Os resultados apontaram para uma distribuição não uniforme de tensões na interface, a qual se modificou conforme a alteração na geometria do teste. Os autores registraram alguns aspectos importantes para a variabilidade das medidas de resistência, especialmente no ensaio de cisalhamento:

- 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>57</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*). Os resultados mostraram 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).

Constataram que 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>22</sup> (1992) propuseram-se a testar três variáveis envolvidas em testes de adesão:



- a) o tipo de teste: cisalhamento 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 da resistência de união. 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 influenciou nos resultados obtidos. Os resultados não mostraram diferenças significativas entre os testes de tração e cisalhamento. No entanto, o teste de cisalhamento produziu um maior número de falhas adesivas, sendo então considerado pelos autores como o ensaio mecânico mais indicado para estudar adesão.

Wolf et al.<sup>59</sup> (1993) investigaram a influência de dois tipos de pré – tratamentos da superfície cerâmica, condicionamento por ácido fluorídrico e jateamento com óxido de alumínio, na resistência de união à tração entre o substrato cerâmico e a resina composta, e também na rugosidade média superficial (Ra). Para tal, foram confeccionados discos da cerâmica *Ceramco II* (*Ceramco*) com 10mm de diâmetro e 2mm de espessura. As amostras foram embutidas em resina acrílica e a superfície da mesma foi polida com lixa de carbeto de silício de granulação 240, 320, 400 e 600, sendo divididas em dois grupos de acordo com o tipo de tratamento de superfície:

- a) grupo 1- condicionamento com ácido fluorídrico 9,5% - em quatro tempos diferentes: 30, 60, 150 e 300 segundos;
- b) grupo 2- jateamento com óxido de alumínio – com quatro diferentes granulações para o óxido de

alumínio: 10,2 $\mu$ m úmido, 33,5 $\mu$ m seco; 48,0 $\mu$ m seco e 78,0 $\mu$ m seco.

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

Sano et al.<sup>41</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. Dividiram-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 cianoacrilato 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 das amostras 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 amostras 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 da resistência de união elevada 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 carbetto de silício de granulação 1000, sendo divididas em cinco grupos de acordo com o tipo de tratamento de superfície:

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

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

Cada grupo foi dividido em três subgrupos para aplicação de um agente silano experimental e dois comerciais, *Porcelain Liner m* (Sunmedical) e *Tokuso Ceramic Primer* (Tokuyama Soda), os quais foram aplicados na superfície da cerâmica por 60 segundos e secos com jato de ar por 10 segundos. Um molde de silicone com 3,2mm de diâmetro por 2mm de espessura foi posicionado sobre a superfície tratada e preenchida com resina composta *Laminabond Composite Paste Universal* (Shofu). As amostras foram armazenadas em água a 37°C por 24 horas e submetidas ao teste de cisalhamento com velocidade de 2mm/min. Os resultados mostraram que não houve união quando aplicado o silano experimental sobre a superfície polida, sendo a resistência de união 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 sítio 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 sobre base de resina composta de 3mm de diâmetro por 4mm de altura;
- b) grupo B: base de resina com sobre base 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 corpos –de – prova (cp). 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% (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>33</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 a cinco MPa; a necessidade de equipamento especial.

Söderholm & Reetz<sup>48</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) habilidade da resina em “molhar” a superfície do substrato;
- c) qualidade da retenção mecânica entre a resina e o substrato;
- d) resistência da resina polimerizada;
- e) tensões induzidas na resina durante a polimerização; qualidade da retenção mecânica entre a resina e a dentina.

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

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 termo ciclagem;
- 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>58</sup> (1997) discutiram as razões do por que 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 mecânica 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 realizado a fotoativação em duas direções opostas por 40 segundos cada. Os cp foram armazenados em água a 37°C por 24 horas e submetidos ao ensaio de cisalhamento numa máquina de ensaio universal com velocidade de 0,5mm/min. A 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 microestruturais na superfície da cerâmica condicionada pelo ácido. Os valores de resistência de união maiores que 30 MPa foram, geralmente, encontrados quando a porcelana foi tratada com ácido fluorídrico a 5% por um tempo maior que 30 segundos.

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 fotoativada. Os cps foram armazenados em água a 37°C por 24 horas e submetidos ao teste de cisalhamento numa máquina de ensaio universal com velocidade de 0,5 mm/min. Os

resultados mostraram que a resistência de união foi influenciada pelo silano, pela concentração do ácido e pelo tempo de condicionamento ácido. E também pela interação:

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

Já para a interação entre os três não houve diferença ( $p=0.3$ ). Para o ácido com concentração de 2,5%, os resultados indicaram que o condicionamento ácido aumentou 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 condicionamento ácido e silano foi maior para essa concentração ácida. Os maiores valores de resistência de união foram também para o grupo que recebeu o condicionamento ácido e silanização. Para as duas concentrações ácidas, os resultados mostraram que a superfície tratada por mais de 60 segundos se apresentou mais rugosa que aquela condicionada por 30 segundos.

Kamada et al.<sup>26</sup> (1998) avaliaram o efeito de vários tratamentos da superfície cerâmica na resistência de união entre cimentos resinosos (quatro marcas comerciais) e a mesma. Foram confeccionados

dois tamanhos de espécimes (10 x 8 x 2.5mm e 10 x 6 x 2.5 mm) a partir de blocos cerâmicos pré-confeccionados para o sistema Cerec 2 (Vita). Quatro tipos de tratamentos na superfície cerâmica foram então realizados:

- a) abrasão com lixa de carvão de silício nº 600 e limpeza sônica em solução de acetona a 99,5% (Tratamento controle – CT);
- b) ácido fosfórico a 37% (*k-etchent gel, Kuraray*) por 60s e lavagem 5 segundos (PAE);
- c) aplicação do agente de união contendo silano (*Porcelain Bond, Kuraray*) por 30s e secagem com jato de ar 5 segundos (SCA);
- d) aplicação do agente de união contendo silano e secagem, após condicionamento com ácido fosfórico e lavagem (PASC).

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

- a) armazenagem em água a 37°C por 24 horas;
- b) *armazenagem por 24 horas seguido da ciclagem térmica ( 20.000 ciclos - 4°C e 60°C por 1 minuto).*

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

Phrukkanon et al.<sup>37</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 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>38</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 restaurada 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 1,1mm<sup>2</sup>, 1,5mm<sup>2</sup> e 3,1mm<sup>2</sup>. As amostras foram acopladas em garras e ensaiadas a velocidade de 1mm/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  $1,5\text{mm}^2$  comportaram-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>43</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 cianoacrilato em uma base e cortados no sentido longitudinal em fatias com 1mm 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 foram observados 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>5</sup> (1999) se propôs em seu trabalho 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 prensão 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). Nesse 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  $1 \text{ mm}^2$ ;
- 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  $1 \text{ mm}^2$ ;
- 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  $1 \text{ mm}^2$ .

Jardel et al.<sup>25</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 dividida aleatoriamente em quatro grupos que receberam os seguintes tratamentos:

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

As amostras foram unidas aos pares com o adesivo *Super-Bond* (Sun Medical) e armazenadas em estufa a 37°C, ambiente com 100% de umidade relativa. Após uma hora, foram submetidas ao teste de resistência à tração. Em dez amostras de cada cerâmica foi verificada a característica da topografia da superfície por meio da medição da rugosidade tridimensional empregando o MEV conectado ao computador "IBM". A cerâmica GC, sem tratamento de superfície, apresentou os menores valores médios de resistência à tração (8,3 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>34</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 consideraram que nessas condições não estaríamos estudando a interface adesiva e sim a resistência da dentina à aplicação de forças. Os autores citaram nesse 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%). Nesse 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 dessa 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 nesse formato foi muito reduzida. Desta forma, o ensaio de microtração tornou-se capaz de medir 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>45</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 secções 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 cianoacrilato em dispositivo, 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>41</sup> (1994).

Shono et al.<sup>46</sup> (1999) fizeram um estudo em que levantaram a hipótese de que se o do 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. Eles 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>52</sup> (1999) realizaram um estudo comparativo entre testes mecânicos de resistência adesiva enfocando união adesiva entre dentina e adesivos dentinários. Eles 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 se analisar os resultados dos valores obtidos nesses 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. Os autores observaram que nos trabalhos estudados por eles esse aspecto não é tão 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 nesse trabalho com um método alternativo no qual se tem 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. Nesse 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 escolhidas aleatoriamente em cada grupo e após terem sido armazenadas em água destilada (37°C) por trinta dias, as suas extremidades foram fixadas no dispositivo por meio de adesivo cianoacrilato e sujeitas ao ensaio de microtração a velocidade de 0,5mm/min. As áreas de todas as amostras foram medidas imediatamente depois de ensaiadas e o modo de falha analisado. Sob análise de microscopia e mapeamento por raios-X, foi revelado que todas as amostras falharam adesivamente. As seguintes ponderações foram descritas pelos autores:

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

Tay et al.<sup>53</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 condicionada com ácido fluorídrico e flúor fosfato acidulado e verificar os efeitos do tempo de condicionamento ácido, uso do silano e da limpeza com ultrassom por EDS. Foram confeccionados 24 discos de 7mm de diâmetro por 3mm de altura da cerâmica *Ceramco II*. Após a preparação das amostras, as mesmas foram armazenadas em água a 37°C por 24h, e em seguida foram divididas em três grupos (n=8):

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

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

- a) grupo 1: 10 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 condicionada por ácido fluorídrico e pelo flúor fosfato acidulado pela análise das imagens obtidas no MEV. Na segunda parte foi realizado um estudo de difração óptica de raioX para se avaliar se houve alguma mudança na distribuição dos elementos químicos das amostras. O efeito do banho em ultrassom e da aplicação do silano foi avaliado também. Houve uma diferença notável na topografia cerâmica com relação ao tipo de ácido e ao tempo de condicionamento ácido. A superfície condicionada com flúor fosfato acidulado mostrou-se relativamente homogênea em comparação com a do ácido fluorídrico, nesta última pôde-se notar a presença de microporos e lacunas. O padrão

topográfico do condicionamento do ácido fluorídrico se mostrou mais agressivo e característico. As lacunas e os canais mostraram-se mais largos e profundos nas amostras condicionadas por 4 minutos do que nas condicionadas por 1 minuto. Observou-se por meio do MEV, a presença de uma fina camada de precipitado cristalino que após o banho sônico foi removida. Pela análise química por energia dispersiva (EDS) notou-se que houve uma diminuição na concentração de silício, alumínio, cálcio e sódio na zona condicionada. Esse decréscimo foi mais evidente nas amostras condicionadas com ácido fluorídrico por 4 minutos. O pico do flúor nas amostras condicionadas com ácido fluorídrico por 4 minutos foi maior que por 1 minuto. Os autores concluíram que, com relação à qualidade do condicionamento com ácido fluorídrico, o tempo de 1 minuto mostrou-se bem adequado. Apesar do maior tempo produzir mais rugosidades na superfície da porcelana, aumentando a área superficial e facilitando a penetração do agente de união, isso pode causar uma concentração de estresse levando ao aparecimento de falhas na porcelana. E também que a remoção do precipitado com ultra-som foi efetiva em relação a lavagem convencional com água destilada.

Shimada et al.<sup>44</sup> (2002) realizaram um estudo cujo objetivo foi investigar o efeito do condicionamento ácido e da silanização na união entre um cimento resinoso e uma cerâmica vítrea. Para tal foram estabelecidos seis grupos:

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

- e) grupo 5- aplicação de ácido fosfórico 40% por cinco segundos;
- f) grupo 6- aplicação de ácido fosfórico 40% por trinta segundos.

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

Stewart et al.<sup>51</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 seis meses da cimentação. Foram utilizados quatrocentos e oitenta discos da cerâmica de baixa fusão *Ceramco II* com 10mm de diâmetro e 4mm de espessura. Os discos foram polidos com lixas d' água de 400 e 600. Em seguida, foi aplicado ácido fosfórico a 37% por 1min em todos os discos para promover uma limpeza de superfície. Os espécimes já polidos foram divididos em seis grupos (n=80):

- a) grupo 1: controle, sem tratamento;
- b) grupo 2: jateamento com partículas de  $Al_2O_3$  de  $50\mu m$  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 a todas as cerâmicas utilizadas. A análise por MEV mostrou que todas as falhas ocorreram na zona adesiva. Os autores concluíram que o condicionamento com ácido fluorídrico foi mais efetivo

que os outros dois ácidos. O uso do silano teve uma contribuição relevante para união da cerâmica com o cimento resinoso. O teste de tração mostrou-se adequado para testar a interface adesiva entre cimento e cerâmica pois todas as falhas ocorreram na zona adesiva.

Della Bona & Anusavice<sup>16</sup> (2002) testaram a seguinte hipótese: se o padrão da topografia superficial mudaria de acordo com o tipo de ácido, microestrutura e a composição da cerâmica. Foi realizada uma análise qualitativa e quantitativa da microestrutura de 15 cerâmicas: *Vita VMK opaco* (Vita), *Vita Omega opaque* (Vita), *Vita VMK95 dentina* (Vita), *Vita Omega dentina* (Vita), *Vitadur Alpha* (Vita), *Vitadur N core* (Vita), *Vitadur N dentina* (Vita), *Vita Hi-Ceram* (Vita), *Mirage II Fiber* (Mirage), *Mirage* (Mirage), *Fortress* (Mirage), *Colorlogic* (Ceramco), *IPS Classic* (Ivoclar) e *Duceram LFC* (Ducera) por meio de MEV, difração óptica por raio X, perfilômetro óptico, análise espectroscópica dispersiva de comprimento de onda. Esta é baseada na PRZ, um tipo de esquema para correção de matriz que utiliza um conjunto de equações para modular a absorção de raioX, o efeito do número atômico e a fluorescência de diferentes elementos das amostras. Quatro discos de 10mm de diâmetro e 3mm de espessura foram fabricados para cada tipo de cerâmica. Todas as amostras cerâmicas foram polidas com lixas d'água de 240 a 1200 e limpas em ultrassom com água destilada por 10 minutos. Os ácidos utilizados foram:

- a) ácido fluorídrico a 9.6%;
- b) flúor fosfato acidulado a 4%;
- c) ácido com gel de amônia a 10% e para a utilização de cada um seguiu-se a recomendação do fabricante.

A topografia de superfície produzida pelos três tipos de ácidos foi diferente. As irregularidades de superfície produzidas pelo ácido fluorídrico foram, na sua grande maioria, em forma de microporos. Esse tipo de topografia foi mais evidente para as cerâmicas leucíticas. Os cristais de leucita foram removidos pelo condicionamento ácido. A análise

quantitativa demonstrou que houve um aumento considerável na rugosidade superficial para as cerâmicas condicionadas com ácido fluorídrico. O ácido fluorídrico produziu os mais proeminentes padrões topográficos em todas as cerâmicas examinadas. Os autores concluíram que houve diferença na microestrutura e na composição cerâmica pois os mesmos são fatores controladores no desenvolvimento da retenção micromecânica produzida pelo condicionamento ácido. O mecanismo de condicionamento ácido foi diferente para os três ácidos sendo que o ácido fluorídrico produziu o padrão de condicionamento mais proeminente para todas as cerâmicas avaliadas.

Garcia et al.<sup>23</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.

Flôr et al.<sup>21</sup> (2003) analisaram a influência da neutralização do ácido fluorídrico (AF) com bicarbonato de sódio na resistência de união entre um cimento resinoso (*Rely X, 3M/ESPE*) e uma cerâmica vítrea (*IPS Empress, Ivoclar*). Foram confeccionados 14 blocos cerâmicos (dimensões: 6 x 6 x 6mm), sendo duplicados em blocos idênticos de resina composta (*3D Master, WILCOS*). Uma face de cada bloco cerâmico foi condicionada com AF 10% por 20 segundos(s), seguida pela lavagem com água por 30s e secagem. Após, os blocos foram aleatoriamente divididos em dois grupos (n=7):

- a) G1 – silano (*Primer Ceramic, 3M/ESPE*) foi aplicado na superfície cerâmica e os blocos de resina foram cimentados.
- b) G2 – os blocos cerâmicos permaneceram imersos em solução de bicarbonatos de sódio por 1 minuto e foram lavados com água (30s) antes da aplicação do silano e a cimentação aos blocos de resina.

A cimentação de todos os blocos foi realizada sob pressão constante de 750g e o cimento foi polimerizado por 60(s) em cada margem. Após período de armazenagem em água destilada a 37°C por sete dias, os conjuntos foram seccionados, em uma máquina de corte adaptada, em dois eixos, X e Y, obtendo-se 28 espécimes “*non-trimming*” por grupo (quatro por bloco) com aproximadamente 1mm<sup>2</sup> de área adesiva. Cada espécime foi fixado com cianoacrilato em um paquímetro adaptado e acoplado em uma máquina de ensaio universal (EMIC), para ser realizado o ensaio com velocidade de 1mm/min. Os dados obtidos (Mpa) foram submetidos ao test t (Student). Verificou-se que G1 (20,25 ± 4,90) e G2 (27,82 ± 5,57) diferiram estatisticamente entre si. Os autores concluíram que o processo de neutralização do ácido fluorídrico



aumentou a resistência de união adesiva entre o cimento e a cerâmica estudados.

Leite et al.<sup>28</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 a 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 os valores médios do G1( média = 45,809 ; DP = 5,21) não diferiram 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 estatisticamente.

Spohr et al.<sup>49</sup> (2003) realizaram um estudo cujo objetivo foi avaliar a resistência à tração da união entre uma cerâmica para infra-estrutura *IPS Empress (Ivoclar)* e materiais de fixação sob diferentes

tratamentos de superfície cerâmicos, associados ou não à aplicação do silano. Foram confeccionados 120 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  $\mu\text{m}$  sem silanização;
- b) G2 - jateamento com óxido de alumínio 100  $\mu\text{m}$  + silano;
- c) G3 - jateamento com óxido de alumínio 50  $\mu\text{m}$  sem silanização;
- d) G4 - jateamento com óxido de alumínio 50  $\mu\text{m}$  + 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 teste universal "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 50 $\mu$ m e 100 $\mu$ m, 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. Sendo assim, Boscato et al.<sup>6</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, conferem-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. Sendo assim, realizaram um estudo cujo objetivo foi analisar o efeito de três ácidos sobre diferentes tipos de cerâmica, testando a hipótese de que o tratamento com ácido fluorídrico (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 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 irregulares após a aplicação de HF.

Goracci et al.<sup>24</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>29</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 VITA *Omega 900*<sup>®</sup>, 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 /  $37^{\circ}\text{C}$ ), cada bloco cimentado foi seccionado nos eixos X e Y, obtendo-se aproximadamente dez corpos-de-prova (cps) (área adesiva de  $1 \pm 0,2\text{ mm}^2$ ) 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>39</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 matalográfico de granulação de 1200 e pasta de diamante de 4 e 1µm. O estresse residual foi removido com uma queima adicional de 50°C acima da Tg da cerâmica. Cada cp sofreu três penetrações de *Vickers* (carga de 1,5Kg e tempo=30s) em um microdurômetro (Shimadzu, Japão), totalizando trinta aferições. As diagonais das penetrações e as trincas radiais foram medidas e os valores de H e Kc foram calculados de acordo com a fórmula:  $H=0,5 (P/a^2)$  e  $Kc= 0,028 (E/H)^{1/2}Ha^{1/2}(c/a)^{-3/2}$  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 (Mpa·m<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.

Saraçoglu et al.<sup>42</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 com ultra-som com água destilada por 10 minutos. Todas as amostras foram silanizadas e em seguida procedeu-se a cimentação adesiva. As amostras foram armazenadas em água destilada por um mês até a realização do ensaio de cisalhamento. Os resultados mostraram que houve uma diferença estatística 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.

Saavedra et al.<sup>40</sup> (2005) estudaram o efeito da neutralização do ácido fluorídrico (AF), com solução supersaturada de bicarbonato de sódio, na resistência de união entre um cimento resinoso (*Rely X, 3M/ESPE*) e uma cerâmica vítrea (*VITA VM<sup>®</sup>7, VITA*). Foram confeccionados 20 blocos cerâmicos (6x8x8mm), sendo duplicados em resina composta (*W3D Master, WILCOS*). Cada bloco cerâmico (1face) foi condicionada por 20 segundos (s) com AF10% (*Dentsply*), seguida pela lavagem jato ar-água (60s) e secagem. Os blocos foram selecionados aleatoriamente e divididos em dois grupos (n=10):

- a) G1:silano (*Porcelain Primer, BISCO*) foi aplicado na superfície cerâmica seguido da cimentação aos blocos de resina;
- b) G2:blocos foram imersos (40s) em solução supersaturada de bicarbonato de sódio, lavados jato ar-água por (60s) e secos antes da aplicação do silano e cimentação; realizada sob pressão constante de 750g, sendo polimerizado (40s) em cada margem.



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

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

Leite<sup>30</sup> (2005) se propôs em seu trabalho avaliar duas hipóteses:

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

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

- a) G1- aplicação do ácido fluorídrico 10% por 20 segundos;

- b) G2- Ácido fluorídrico 10% por 1 minuto;
- c) G3- Ácido fluorídrico 10% por 2 minutos;
- d) G4- Ácido fluorídrico 10% por 20 segundos + ultra-som com água destilada por 4 minutos;
- e) G5-Ácido fluorídrico 10% por 1minuto + ultra-som com água destilada por 4 minutos;
- f) G6- Ácido fluorídrico 10% por 2 minutos + ultra-som com água destilada por 4 minutos.

Em seguida, cada bloco cerâmico já condicionado foi unido ao seu correspondente de resina composta com o cimento resinoso *Rely X ARC (3M)* sob carga constante de 750g. Após armazenagem (água destilada sete dias a 37°C), cada conjunto cerâmica/cimento/resina composta foi seccionado no sentido X e Y, obtendo-se amostras que foram fixadas num paquímetro adaptado, sendo este acoplado em uma máquina de ensaio universal (EMIC) com célula de carga de 10Kgf e velocidade de 1,0mm/min. Os valores de resistência adesiva e os desvios-padrão (MPa) para os grupos foram : G1: 16,2 ± 3,48; G2: 14,7 ± 1,2 G3: 17,8 ± 3,9; G4:19,4 ± 4,2; G5: 19,2 ± 0,8; G6: 20,0 ± 1,1. Os diferentes tempos de condicionamento não proporcionaram valores de resistência adesiva estatisticamente diferentes ( $P=0,156$ ) entre os grupos. A eliminação dos precipitados do ácido fluorídrico proporcionou valores de resistência de união adesiva estatisticamente diferente entre os grupos ( $P=0.001$ ) (ANOVA Two-way e Teste de Tukey,  $p<0.05$ ). Pela análise dos resultados concluiu-se que diferentes tempos de condicionamento ácido fluorídrico não influenciaram os valores de resistência de união entre a cerâmica e o cimento resinoso e que a eliminação dos precipitados do ácido fluorídrico após o condicionamento, independentemente do tempo de condicionamento, aumentou os valores de união entre a cerâmica e o cimento resinoso.

### 3 PROPOSIÇÃO

O objetivo do trabalho foi avaliar três hipóteses:

- a) o processo de neutralização dos precipitados do ácido fluorídrico influencia nos valores de resistência de união entre uma cerâmica feldspática e um cimento resinoso;
- b) a limpeza sônica (ultra-som) com água deionizada dos precipitados do ácido fluorídrico, formados sobre a superfície cerâmica após o condicionamento ácido, aumenta os valores de resistência de união entre uma cerâmica feldspática e um cimento resinoso.
- c) a associação entre o processo de neutralização dos precipitados do ácido fluorídrico e a limpeza sônica melhora a resistência de união entre uma cerâmica feldspática e um cimento resinoso.

## 4 MATERIAIS 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 utilizados 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 utilizados 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 altura, 8mm de largura e 8mm de comprimento, com o objetivo de se obter blocos de cerâmica com tamanhos semelhantes para todos os grupos (Figura 1).

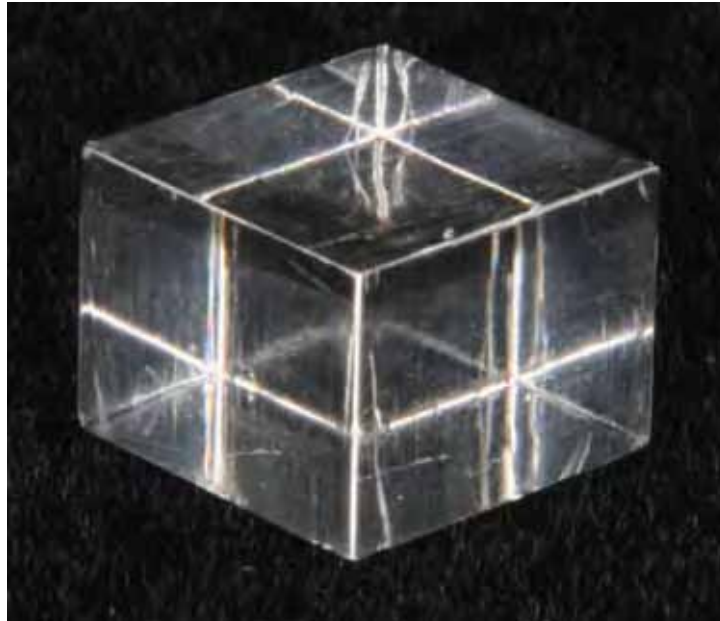


FIGURA 1- Padrão de resina acrílica.

A partir desse padrão, confeccionou-se 32 blocos cerâmicos que foram cimentados a blocos de resina composta e o conjunto foi fatiado em várias amostras (com áreas reduzidas e padronizadas) que foram submetidas ao ensaio de tração (etapas descritas a seguir).

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

O padrão de resina acrílica foi moldado com a massa densa do silicone (polivinilssiloxano) polimerizado por reação de adição (Splash Super Hydrophilic Impression Material, Discus Dental). Obtendo-se então um molde para a confecção do bloco cerâmico e da superfície de colagem (Figura 2a). O molde foi isolado internamente com óleo mineral (Figura 2b), antes da preparação da cerâmica que seguiu a recomendação do fabricante. O pó Vita VM7 Dentin 2M2 (Vita Zanhfabrik)

e o líquido modelador (Modeling Liquid for Vita VM7) foram misturados até a obtenção de uma massa (Figura 2c). Com auxílio de uma espátula, pequenas porções dessa massa foram inseridas no interior do molde de silicone e vibradas (com auxílio de um vibrador para gesso) para melhor escoamento e assentamento da mesma, até completar todo o espaço do molde (Figura 2d e 2e). O excesso de líquido modelador foi removido com papel absorvente macio. Ao final, foram obtidos 32 blocos (Figura 2f) da cerâmica de cobertura VITA VM®7 Dentin 2M2 (VITA Zahnfabrik), a partir de um único molde, os quais foram sinterizados sobre base refratária no forno Vacumat (VITA Zahnfabrik) (Figura 3a), seguindo o ciclo de queima recomendado pelo fabricante: Programa 84 (500°C por 6min, 55°C/min até atingir 910°C, permanecendo por 1min e diminuição da temperatura a 710°C para o final do ciclo. Aos 7 minutos e 27 segundos do início do ciclo, o vácuo é acionado automaticamente). Considerando que a contração de sinterização da cerâmica é em torno de 20%, os blocos pós-cocção tinham as dimensões aproximadas de 4,8mm x 6,4mm x 6,4mm (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) (Figura 4). A presença de defeitos internos determinou sua exclusão do estudo.

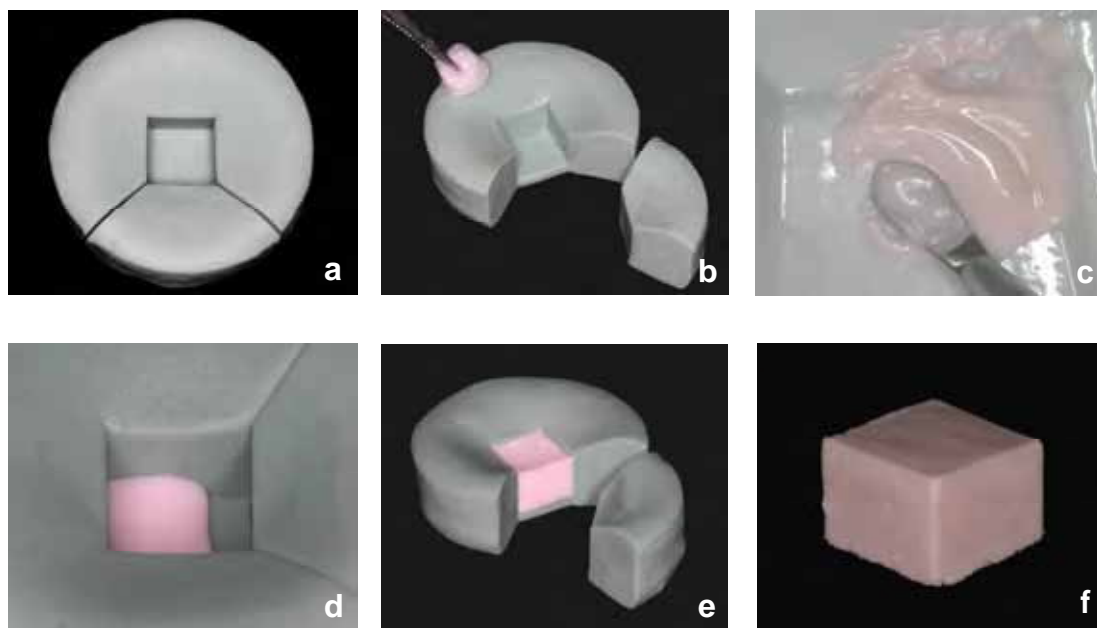


FIGURA 2- Seqüência de confecção dos blocos cerâmicos: a- molde para o bloco cerâmico; b- molde isolado com óleo mineral; c- manipulação da cerâmica; d- início da inserção da massa; e- molde preenchido; f- bloco cerâmico antes da cocção.

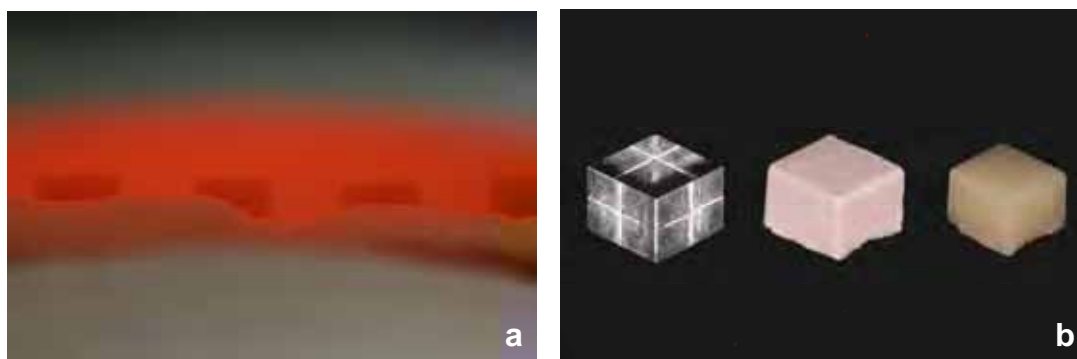


FIGURA 3- Blocos cerâmicos durante processo de cocção: a- vista aproximada dos blocos no interior do forno; b- padrão de resina e blocos cerâmicos antes e após a cocção.



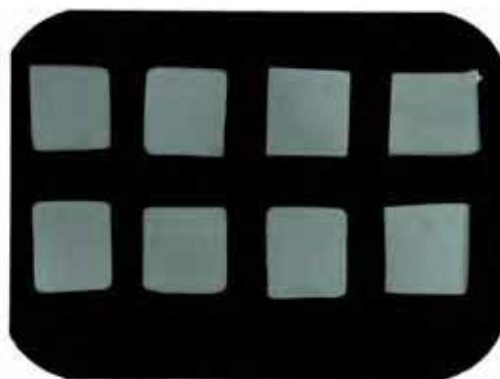


FIGURA 4- Verificação radiográfica dos blocos cerâmicos.

Após a remoção dos excessos de cerâmica das amostras com discos de diamante em baixa rotação (KG-Sorensen), a superfície escolhida para colagem (6,4mm x 6,4mm) foi planificada manualmente por 20 segundos (cada granulação de lixa), 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 sônica em ultra-som (Vitasonic - VITA) com água deionizada (DentalVille, Brasil - ISO 11134) por 5 minutos (Figura 5a e 5b). Esses passos viabilizaram um contato mais uniforme entre a superfície da cerâmica e do bloco de resina composta, pelo agente cimentante.

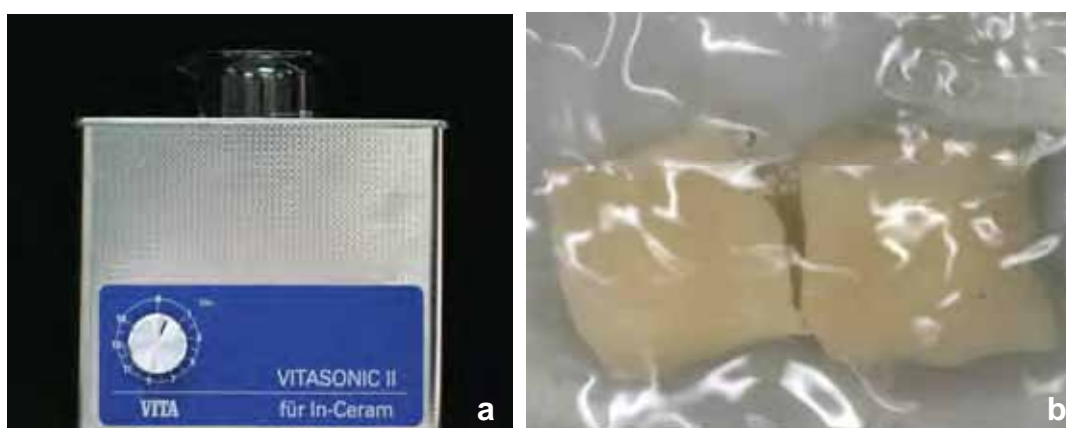


FIGURA 5- Limpeza sônica dos blocos cerâmicos: a- aparelho de ultra-som utilizado; b- blocos cerâmicos durante processo de limpeza.



FIGURA 6- Bloco cerâmico.

#### 4.2.2 Obtenção dos blocos de resina composta

Primeiramente, cada bloco cerâmico (não-tratado) (Figura 6) foi moldado com silicone polimerizado por reação de adição (consistência de massa) (Elite H-D - Zhermack), 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 7a). Após a polimerização do material de moldagem, cada segmento cerâmico foi removido do interior do molde (Figura 7b) e dentro do mesmo foi condensada a resina composta microhíbrida (W3D Master-Wilcos) em incrementos de 2mm (Figura 7c) e cada incremento foi fotoativado por 40 segundos (UltraLED-Ultradent) (Figura 7d), com intensidade de luz maior que  $400\text{mW}/\text{cm}^2$  (25mm de penetração) até preenchimento completo do molde (Figura 7e), obtendo-se uma amostra de polímero para cada

segmento cerâmico (KERN & THOMPSON<sup>27</sup>, 1995). A superfície de colagem da resina composta tinha, então, o mesmo desenho da superfície de colagem do segmento cerâmico (Figura 7f).

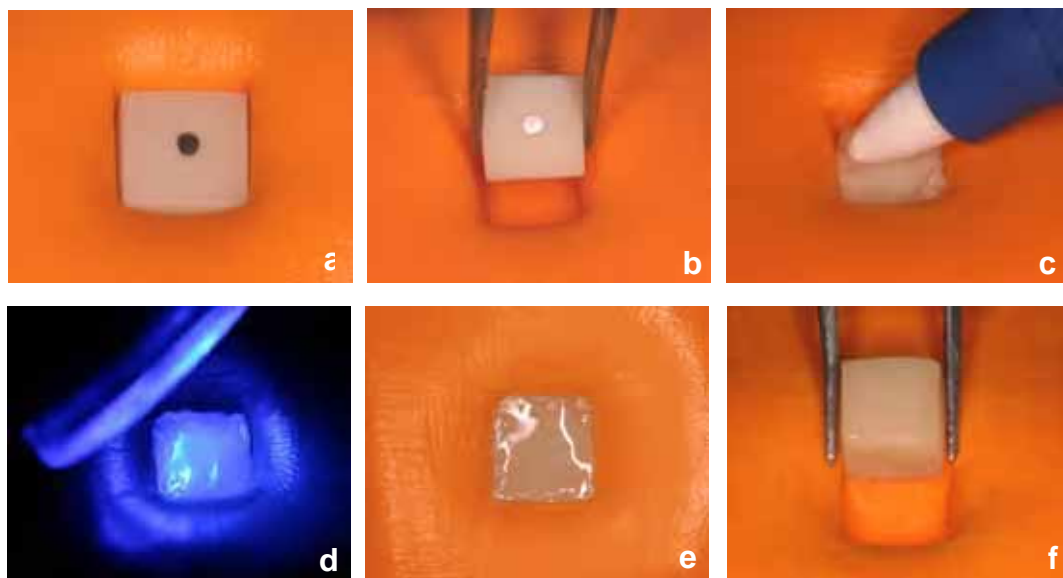


FIGURA 7- Sequência de confecção do bloco de resina composta: a- moldagem do bloco cerâmico; b- remoção do bloco cerâmico; c- condensação da resina composta; d-fotopolimerização; e- molde preenchido; f- amostra de polímero obtida.

Em seguida, os 32 blocos cerâmicos foram divididos aleatoriamente em quatro grupos (n=8) (Quadro 3), conforme os tratamentos de superfície: utilização ou não do processo de neutralização do precipitado do ácido fluorídrico e quanto a limpeza sônica ou não do precipitado ácido em ultra-som (Vitasonic - VITA) com água deionizada (DentalVille, Brasil – ISO 11134) por 4 minutos. A seguir estão relacionados os grupos estudados:

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

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

<b>Grupo</b>	<b>(n)</b>	<b>Processo de neutralização</b>	<b>Limpeza sônica</b>
1	8	-	-
2	8	40 segundos	-
3	8	-	4 minutos
4	8	40 segundos	4 minutos

Todos os blocos cerâmicos foram condicionados (20s) com ácido fluorídrico a 10% (Dentsply, Brasil) (Figura 8a e 8b), seguindo o

recomendado pela literatura (PEUMANS et al.<sup>35</sup>, 1999; BOTTINO et al.<sup>7</sup>, 2004; LEITE et al.<sup>29</sup>, 2004; LEITE<sup>30</sup>, 2005) e após o condicionamento ácido, os blocos foram lavados com jatos ar-água deionizada por 60 segundos (Figura 8c) e secos com jato de ar por 30 segundos (Figura 8d).

Nos grupos (2 e 4) que receberam o processo de neutralização. Este foi realizado através da imersão dos blocos cerâmicos em solução supersaturada de bicarbonato de sódio (ADV®TAYUYNA, Brasil), por 40 segundos - dobro do tempo do condicionamento ácido, conforme indicação de Flôr et al.<sup>21</sup> (2003) e Bottino et al.<sup>7</sup>, 2004 (Figura 9a e 9b). Já para a limpeza sônica, os blocos (grupos 3 e 4) ficaram imersos durante 4 minutos em água deionizada (100ml) contida em um Becker (padronização), segundo indicação de Peumans et al.<sup>35</sup>, 1999; Canay et al.<sup>10</sup>, 2001; Magne & Belser<sup>31</sup>, 2003; Leite<sup>30</sup>, 2005 (Figura 10a e 10b).

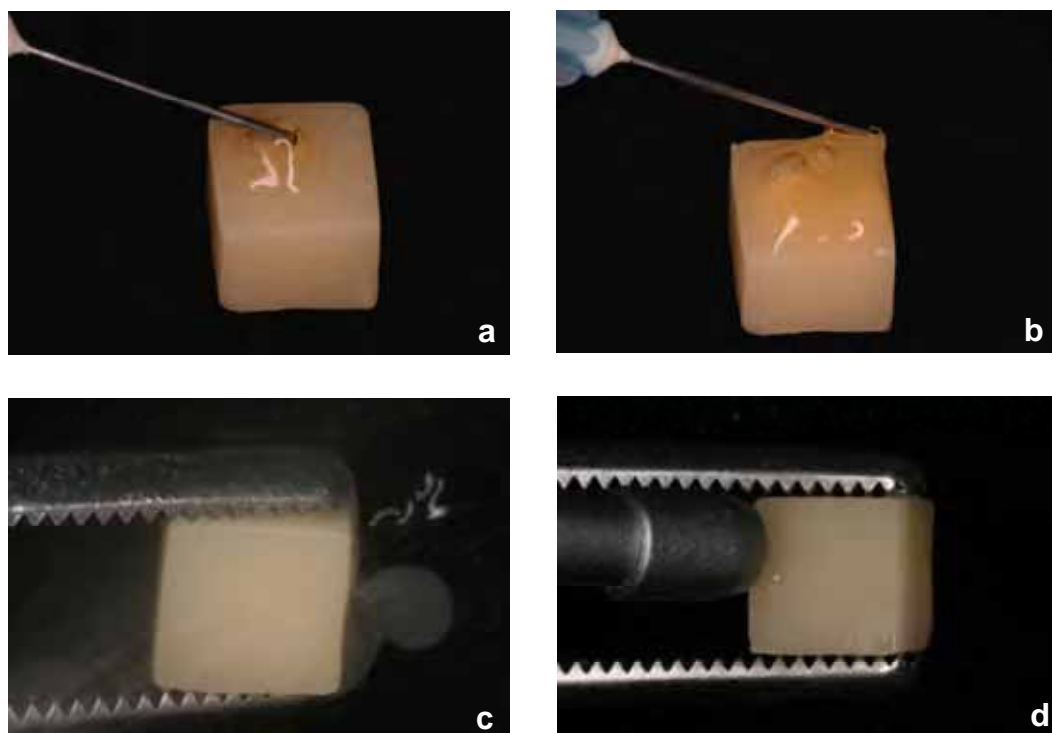


FIGURA 8- Seqüência de condicionamento com ácido fluorídrico a 10% das superfícies cerâmicas: a- início da aplicação do ácido; b- ácido fluorídrico aplicado; c-lavagem *spray* ar-água (60s); d- secagem da superfície cerâmica condicionada pelo ácido fluorídrico.



FIGURA 9- Processo de neutralização do ácido fluorídrico: a- inserção do bloco cerâmico em solução supersaturada de bicarbonato de sódio; b- bloco cerâmico imerso na solução.

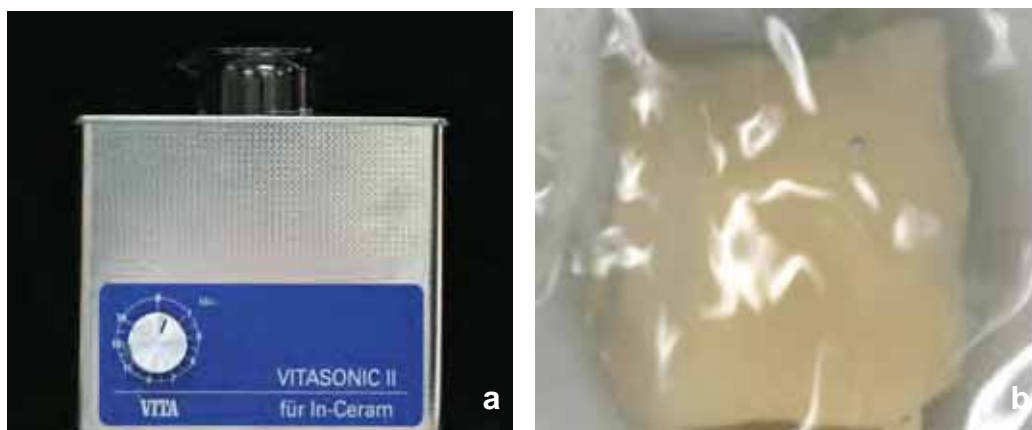


FIGURA 10- Limpeza sônica dos blocos cerâmicos: a- aparelho de ultra-som utilizado; b- bloco cerâmico durante processo de limpeza.

#### 4.2.3 Cimentação dos blocos

Separaram-se os pares correspondentes: bloco cerâmico e bloco de resina composta antes de iniciar os procedimentos de cimentação (Figura 11a). Inicialmente, a superfície de colagem de cada bloco cerâmico recebeu uma aplicação do agente de silanização Porcelain Primer (Bisco), esperava-se por 4 minutos, e aplicava-se um jato de ar por 5 segundos (Figura 11b). Cada bloco cerâmico foi unido ao seu correspondente de resina composta, empregando o agente cimentante resinoso dual 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 11c) para cimentação com a superfície de colagem perpendicular à aplicação de uma carga vertical estática de 750g (KERN & THOMPSON<sup>27</sup>, 1995) utilizada durante todo o procedimento (10 minutos).

Após o posicionamento do conjunto cerâmica-cimento-resina, os excessos de cimento foram removidos, sendo então realizada a fotoativação por 40 segundos em cada lado do conjunto (totalizando 160 segundos), utilizando uma unidade foto-ativadora com intensidade de luz maior que  $400\text{mW/cm}^2$  (UltraLED-Ultradent) (Figura 11d). Os conjuntos cerâmica-cimento-resina composta foram armazenados em água destilada a  $37^\circ\text{C}$  durante sete dias, até a preparação das amostras (modificado de KERN & THOMPSON<sup>27</sup>, 1995).



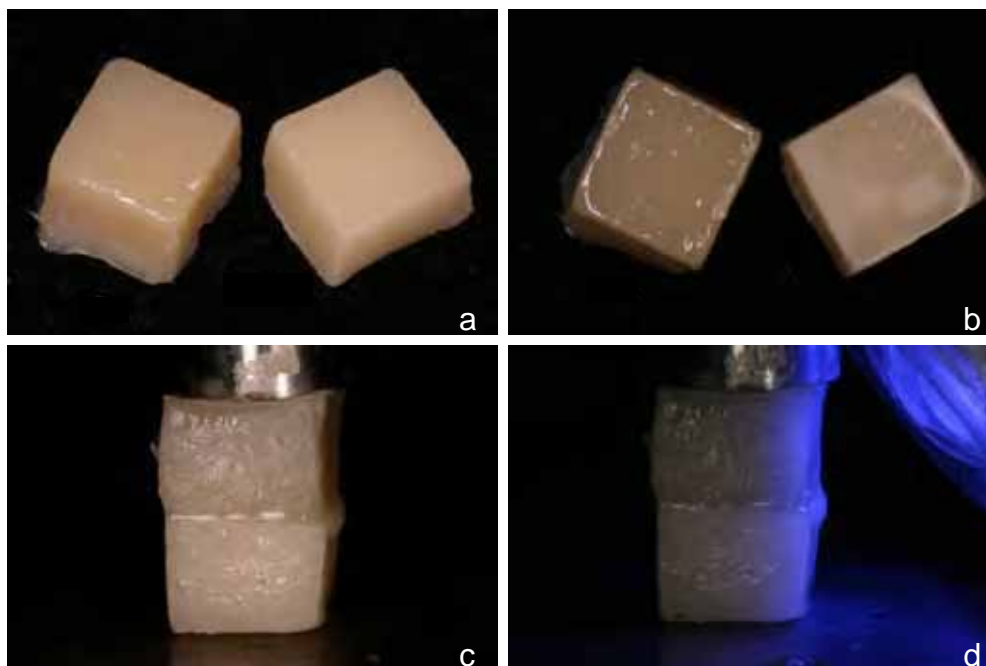


FIGURA 11- Sequência de cimentação: a-) bloco cerâmico e o seu correspondente de resina composta; b-) bloco cerâmico após silanização; c-) conjunto bloco cerâmico-cimento-bloco de resina composta posicionado no delineador adaptado; d-) fotoativação do cimento.

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

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

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

nos eixos x , y e possibilidade de corte em ambas as direções (Figura 12) (ANDREATTA FILHO et al.<sup>3</sup>, 2000)\*.

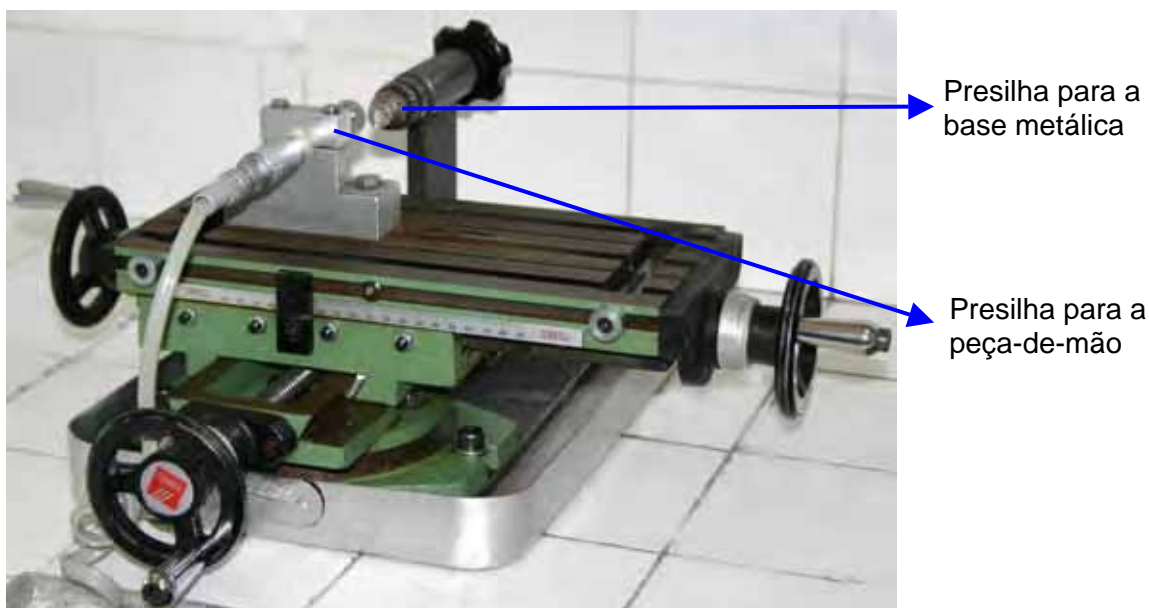


FIGURA 12- Torno mecânico modificado.

Inicialmente cada conjunto bloco cerâmico-cimento-bloco de resina composta foi fixado com adesivo a base de cianoacrilato (Super Bonder, Loctite, Brasil) em uma haste metálica cilíndrica, que por sua vez foi acoplada à garra da máquina de corte (Figura 13a e 13b). Foi requisito fundamental que cada conjunto bloco cerâmico-cimento-bloco de resina composta estivesse posicionado perpendicularmente ao disco diamantado, que o bloco de resina composta do conjunto estivesse voltado para cima, e que os cortes iniciassem da esquerda para a direita, de forma a obter cortes os 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

\* Departamento de Materiais Odontológicos e Prótese da Faculdade de Odontologia de São José dos Campos – UNESP.

cps ( $\pm 0,5$  mm), pois poderia existir o risco de haver excessos (*flash*) de cimento ao redor da interface de união, o que poderia influenciar diretamente nos valores da resistência de união à tração (Figura 13c). Posteriormente foram feitos quatro cortes no conjunto bloco cerâmico-cimento-bloco de resina composta produzindo fatias com  $1 \pm 0,05 \text{ mm}^2$  de espessura (TAY et al.<sup>53</sup>, 2000).

Uma dessas quatro primeiras fatias foi girada em  $90^\circ$  e novamente fixada na base metálica, tendo a resina composta voltada para cima (Figura 13d). A primeira secção eliminou a extremidade do cps ( $\pm 0,5$  mm), pela mesma razão já abordada (Figura 13e). Outras quatro secções foram fatiadas, também com  $1 \pm 0,05 \text{ mm}^2$  de espessura. Este mesmo processo foi seguido nas outras três fatias, perfazendo um total de dezesseis amostras para cada conjunto de cerâmica-resina composta colados que apresentaram 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 13f) (SHONO et al.<sup>46</sup>, 1999; DELLA BONA et al.<sup>19</sup>, 2000). A cada quatro conjuntos bloco cerâmico-cimento-bloco de resina cortados, o disco diamantado foi descartado, minimizando-se assim a geração de calor que poderia influenciar nos resultados finais do trabalho.

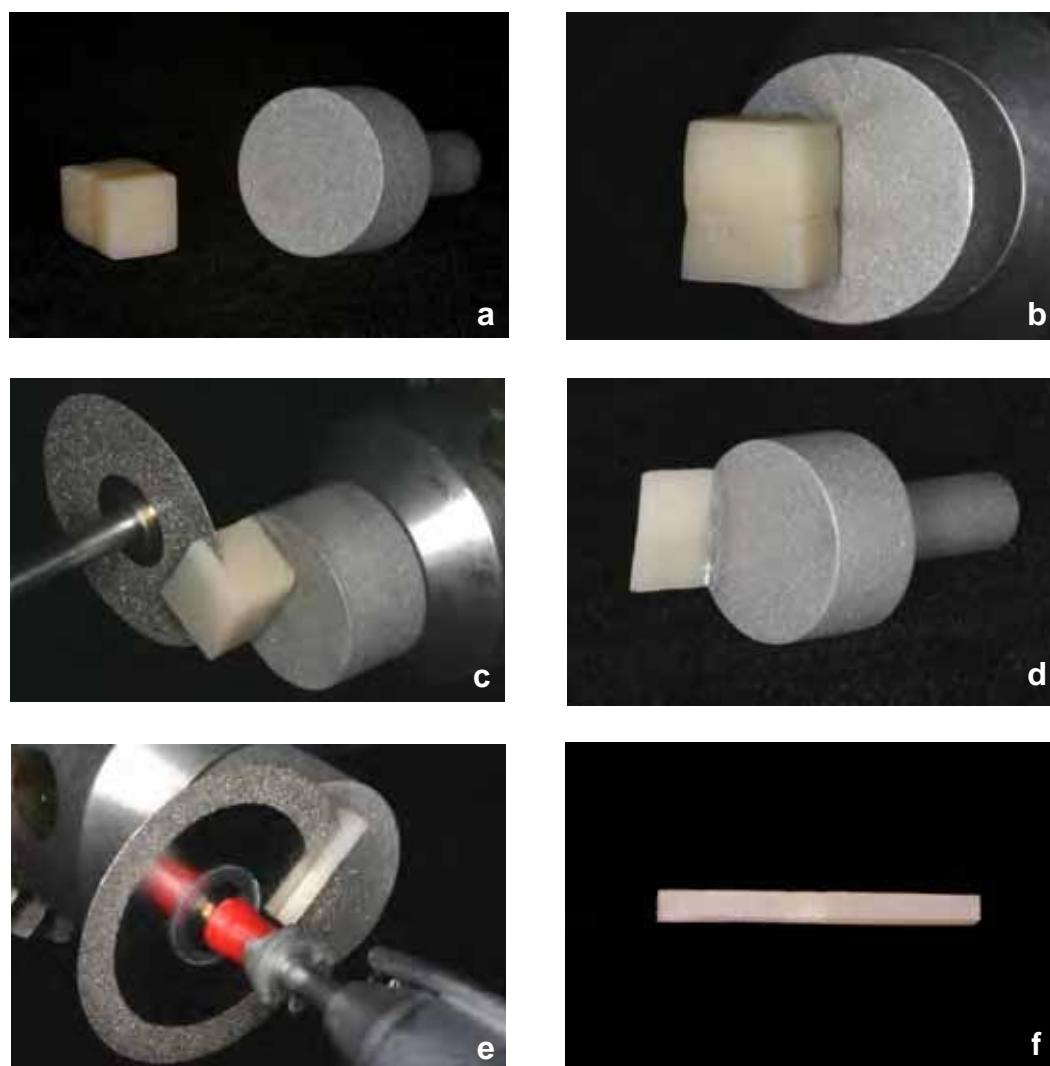


FIGURA 13 - Sequência da preparação dos corpos-de-prova para o ensaio de tração: a-) conjunto bloco cerâmico-cimento-bloco de resina composta e base metálica; b-) conjunto bloco cerâmico-cimento-bloco de resina composta fixado na base metálica; c-) corte do conjunto bloco cerâmico-cimento-bloco de resina composta; d-) fatia obtida; e-) corte da fatia para obtenção das amostras (área reduzida); f-) amostra obtida.

#### 4.2.5 Ensaio de tração

Para o ensaio de tração, cada amostra (área reduzida e padronizada) foi fixada com adesivo cianoacrilato (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>5</sup>, 1999). Somente as extremidades da amostra foram utilizadas para a fixação, de tal forma que a zona de união permanecesse localizada no espaço livre entre as garras do paquímetro. O conjunto paquímetro-amostra (Figura 14a e 14b) foi acoplado a 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>5</sup>, 1999; SUDSANGIAM & van NOORT<sup>52</sup>, 1999; SHONO et al.<sup>46</sup>, 1999; DELLA BONA et al.<sup>19</sup>, 2000).

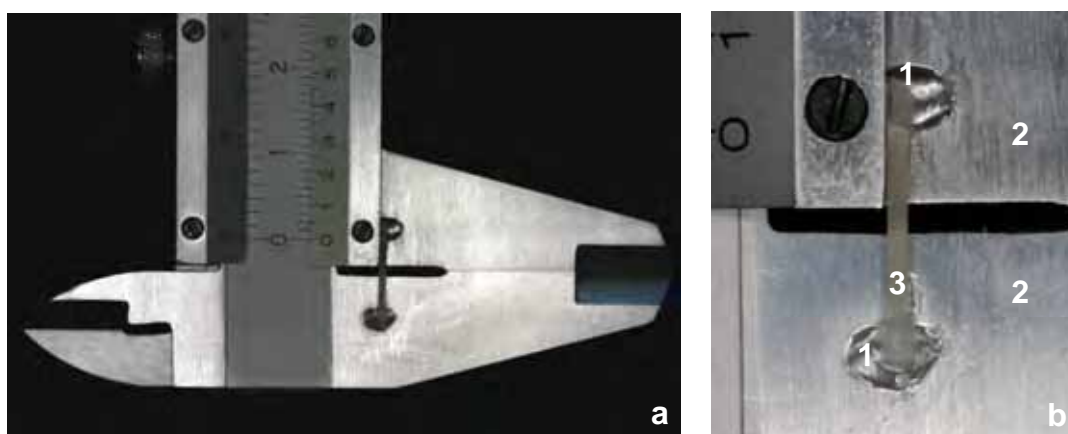


FIGURA 14 – Conjunto paquímetro – amostra: a-) conjunto pronto para ser carregado; b-) vista aproximada: 1- adesivo cianoacrilato; 2- garras do paquímetro; 3- amostra.

A área de todas as amostras foi mensurada antes da execução do ensaio mecânico, 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, serviram para calcular a resistência da união à tração (MPa), sendo 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  $2 \times 2$ , com oito repetições. As variáveis independentes foram: neutralização do precipitado ácido (2 níveis: presença e ausência) e limpeza sônica em ultra-som com água deionizada (2 níveis: presença e ausência). A variável resposta (ou dependente) foi a resistência de união adesiva obtida no ensaio de tração entre a cerâmica e o agente cimentante de cada uma das quatro condições experimentais. Para a análise dos 32 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, um fator. 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 de união à tração, as superfícies das amostras 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 (zona adesiva), ou não adesiva (coesiva do substrato cerâmico ou resinoso).

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

Para a análise da microestrutura da cerâmica do estudo e do padrão de tratamento de superfície (neutralização e limpeza sônica), em microscópio eletrônico de varredura (MEV) (Jeol-JSM-T330A-Scanning Microscope-Japão<sup>1</sup>) (Figura 15) em aumentos de 500 a 2000 vezes, foram confeccionados dois blocos cerâmicos adicionais de cada grupo do estudo (totalizando 8 blocos). Um par de amostras (área reduzida e padronizada) representativo de cada grupo foi utilizado para ilustração do modo de falha em MEV (Jeol-JSM-T330A- Scanning Microscope-Japão<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) (Figura 17), depositado via vaporização ou *sputtering* iônico na máquina metalizadora “Denton Vacuum Inc” (Modelo Desk II) (Figura 16).

---

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



FIGURA 15- Microscópio eletrônico de varredura.



FIGURA 16- Máquina metalizadora "Denton Vacuum Inc".



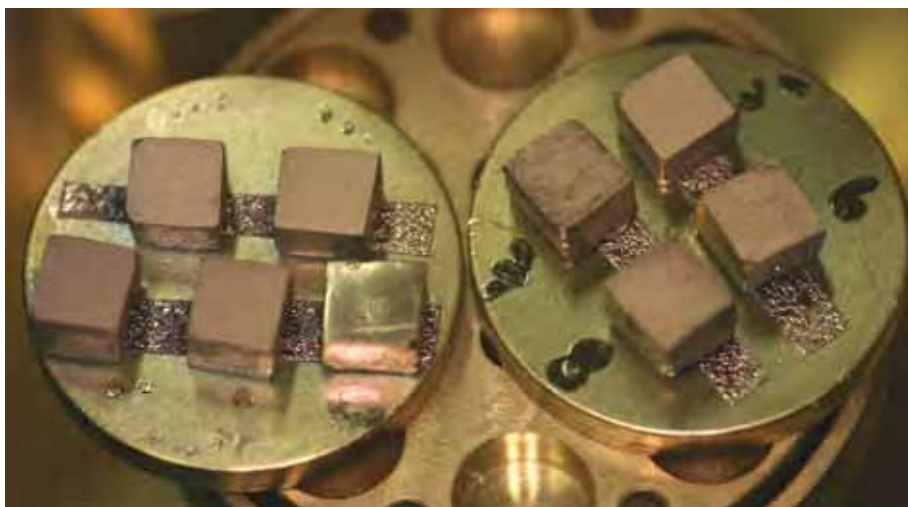


FIGURA 17- Blocos cerâmicos após recobrimento com uma fina camada condutora de ouro.

#### 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). Esta é baseada na análise das energias características de raios X emitidos por cada elemento componente de uma amostra, como resultado da incidência de um feixe de elétrons na superfície da amostra analisada. O espectrômetro EDS está acoplado ao microscópio eletrônico de varredura (MEV) utilizado para as análises.

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 meio do mapeamento por área, para 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 em sua microestrutura.

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 18). As leituras de cada amostra foram realizadas a uma distância de trabalho de 15 mm e 20 kV de voltagem de aceleração (20 keV de energia de aceleração). As imagens das amostras foram obtidas utilizando o modo de elétrons retroespalhados. Os espectros de raios-X foram obtidos com a aquisição de 50 s.

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



FIGURA 18- MEV e EDS\*.

---

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

## 5 RESULTADOS

### 5.1 Ensaio de resistência à tração

A influência do processo de neutralização do precipitado ácido (presença ou ausência) e da limpeza sônica ou não do precipitado ácido com água deionizada, sobre a resistência de união adesiva entre a cerâmica e o cimento resinoso, constituíram as quatro condições experimentais estudadas, conforme descrição:

- a) G1: Convencional (Conv.);
- b) G2: Conv. e neutralização;
- c) G3: Conv. e limpeza sônica;
- d) G4: Conv., neutralização e limpeza sônica.

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

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

	G1	G2	G3	G4
n	8	8	8	8
Média	19,863	15,641	23,531	29,361
Desvio padrão	2,421	2,298	1,071	0,985
Coef. Var. (%)	12,19	14,42	4,55	3,35
Mínimo	15,910	13,110	21,950	28,080
Máximo	22,970	18,420	24,720	31,120

Verificou-se com a informação acima, que os valores médios da resistência de união adesiva com limpeza sônica em ultra-som, utilizando água deionizada, do precipitado ácido e do precipitado formado pelo processo de neutralização (G3 e G4) são superiores aos valores obtidos sem a limpeza dos precipitados e que o processo de neutralização influenciou nos valores de resistência de união (G2 e G4) (Figura 19).

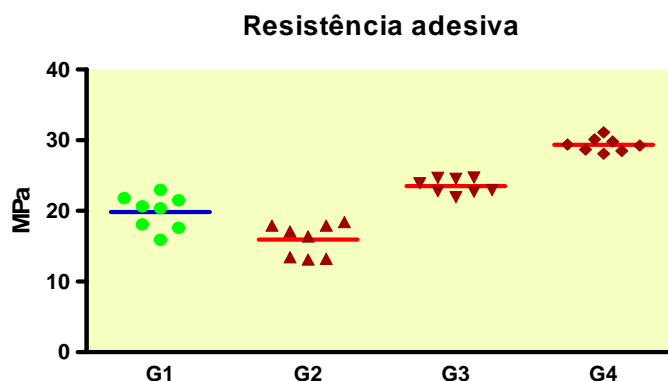


FIGURA 19- Distribuição dos valores de resistência de união adesiva, ao redor da média, segundo o tipo de tratamento de superfície.

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

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

Efeito	Gl	SQ	QM	F	P
Tratamento	3	781,51	260,50	78,59	<b>0,0001*</b>
Resíduo	28	92,81	3,31		
Total	31	874,32			

\* $p < 0,05$

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

Tratamento	Médias	Grupos homogêneos*
<b>G1</b>	19,863	<b>a</b>
<b>G2</b> (Neutralização)	15,641	<b>b</b>
<b>G3</b> (Limpeza sônica) (LS)	23,531	<b>c</b>
<b>G4</b> (Neutralização + LS)	29,361	<b>d</b>

\*conjuntos que apresentam letras iguais indicam diferença estatisticamente não significante

Verificou-se com o teste TUKEY (5%) (Tabela 3) que as quatro condições experimentais apresentaram diferença estatisticamente significantes entre si ( $p < 0,05$ ). A condição onde ocorreu a associação do processo de neutralização com a limpeza sônica (G4) foi o que mostrou maiores valores de resistência de união adesiva ( $29,36 \pm 0,985$ MPa) em relação a condição de limpeza sônica (G3) ( $23,53 \pm 1,07$ MPa), que apresentou valores de resistência adesiva maiores que o tratamento convencional (G1) ( $19,86 \pm 2,42$ MPa), que por sua vez foi mais resistente que a condição de neutralização (G2) ( $15,64 \pm 2,29$  MPa) (Figura 20).

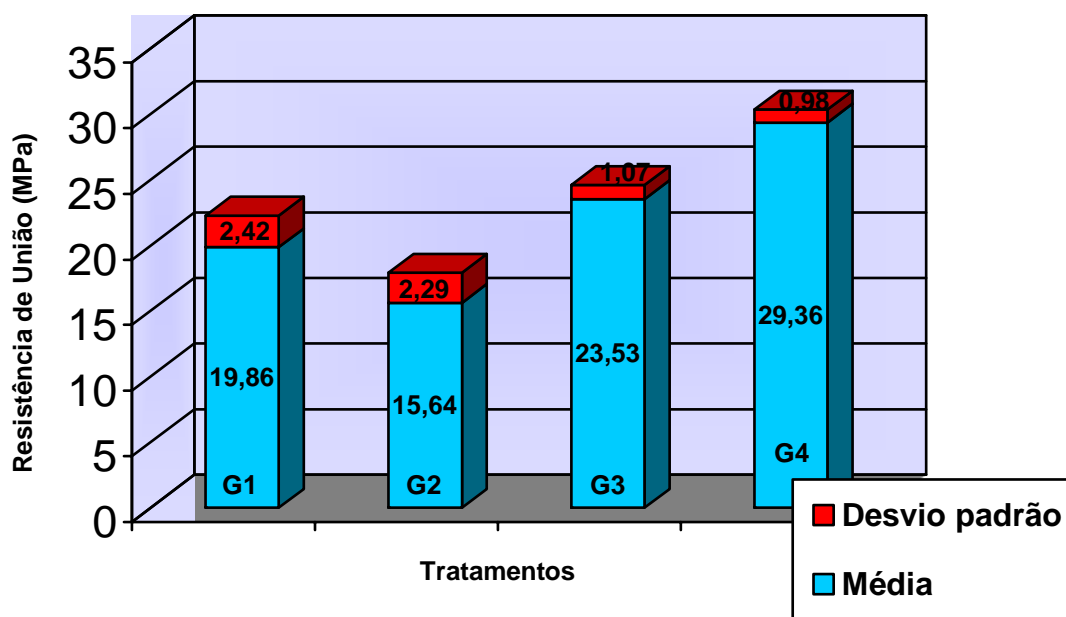


FIGURA 20- Ilustração gráfica das médias de resistência de união (MPa) e desvios-padrão obtidos.

Quanto ao efeito neutralização do precipitado ácido pôde-se verificar (Tabela 3) que os valores médios de resistência de união adesiva(MPa) diferiram entre si: G1 (sem neutralização) ( $19,86\pm 2,42$  MPa); G2 (neutralização) ( $15,64\pm 2,29$  MPa) e G4 (associação da neutralização com limpeza sônica) ( $29,36\pm 0,985$ MPa). O Grupo 2 apresentou os menores valores médios de resistência de união adesiva do estudo.

Quanto à limpeza sônica, pôde-se verificar que os valores médios de resistência de união adesiva também diferiram entre si: G1 (sem neutralização) ( $19,86\pm 2,42$  MPa); G3 (limpeza sônica) ( $23,53\pm 1,07$ MPa) e G4 (associação da neutralização com limpeza sônica) ( $29,36\pm 0,985$ MPa), sendo os maiores valores do estudo.

O processo de neutralização quando realizado isoladamente (G2), apresentou valores ( $15,64\pm 2,29$ MPa) muito inferiores aos do grupo (G4) onde o processo de neutralização foi associado à limpeza sônica. Este grupo apresentou os maiores valores ( $29,36\pm 0,985$ MPa) de resistência de união adesiva do estudo.

## 5.2 Análise por 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 na zona adesiva. 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.

### 5.3 Análise topográfica por MEV

Nas Figuras 21a e 21b 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 azuis).

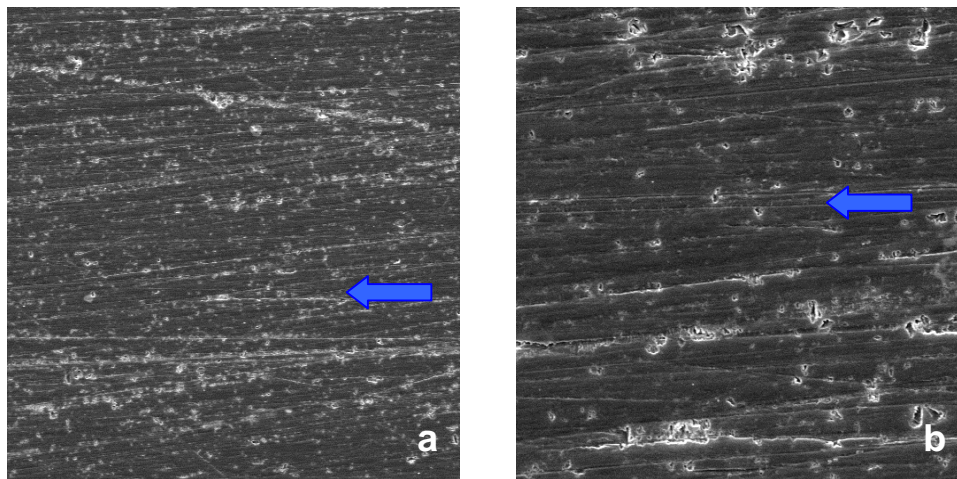
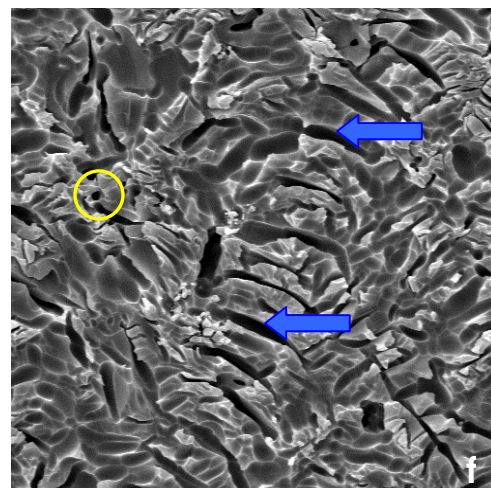
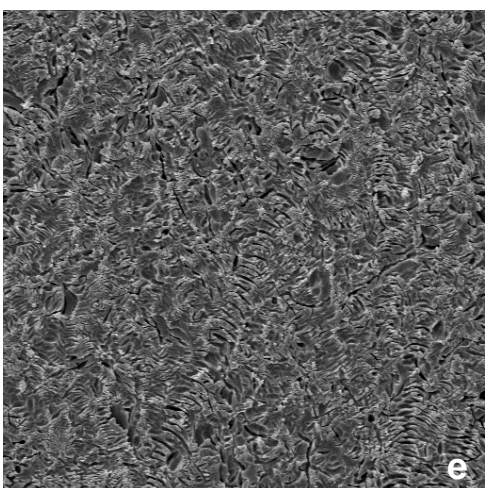
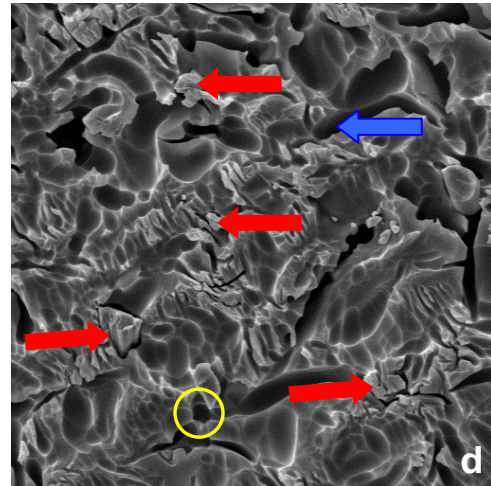
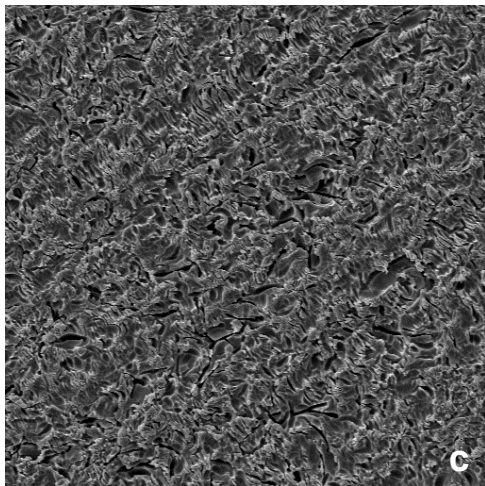
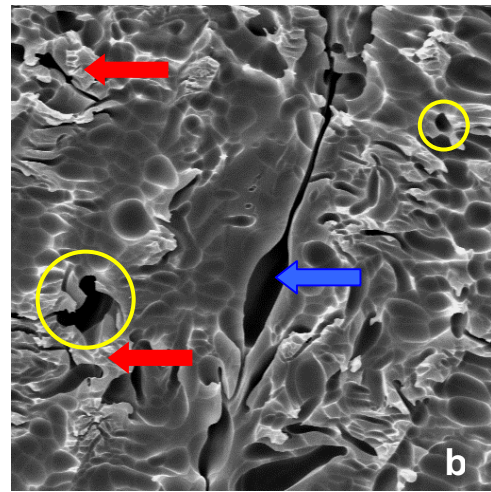
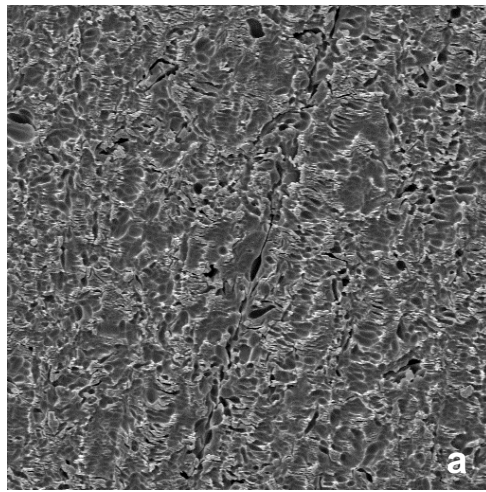


FIGURA 21- Imagens das superfícies cerâmicas antes de receber qualquer tipo de tratamento, a seta mostra as ranhuras marcadas pelas lixas d'água : a) padrão (x500); b) padrão (x2000).

Nas Figuras 22a à 22h, podem ser observadas uma seqüência de imagens obtidas com o MEV (500 X e 2000X, respectivamente) das superfícies cerâmicas após o tratamento nos diferentes grupos. A avaliação dessas imagens mostra a formação de três

tipos de alterações morfológicas: poros (círculos amarelos), sulcos ou fendas (setas azuis) e deposição de precipitados (setas vermelhas) resultantes do condicionamento das superfícies cerâmicas pelo ácido fluorídrico e do processo de neutralização. Os poros e os sulcos foram aumentando quantitativamente à medida que se realizou o processo de limpeza sônica (G3) e o processo de neutralização associado à limpeza sônica (G4). Nota-se também um aumento da quantidade de precipitados obliterando os poros e fendas no grupo 1 e principalmente no grupo 2, onde foi realizado o processo de neutralização sem a limpeza sônica. O tamanho dos poros apresentou-se menor nos grupos G2 e G4 que receberam o processo de neutralização. A análise da seqüência de imagens obtidas em MEV mostrou que houve uma limpeza da superfície cerâmica pelo uso do ultra-som com água deionizada, uma vez que a grande maioria dos precipitados ácidos foi removida. Esse fato fez com que os poros e os sulcos se tornassem mais perceptíveis (G3 e G4).



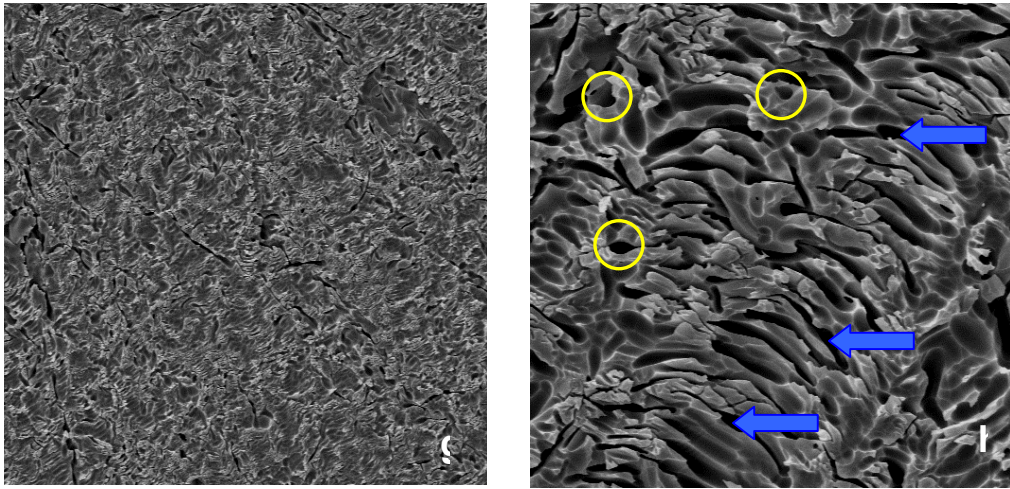
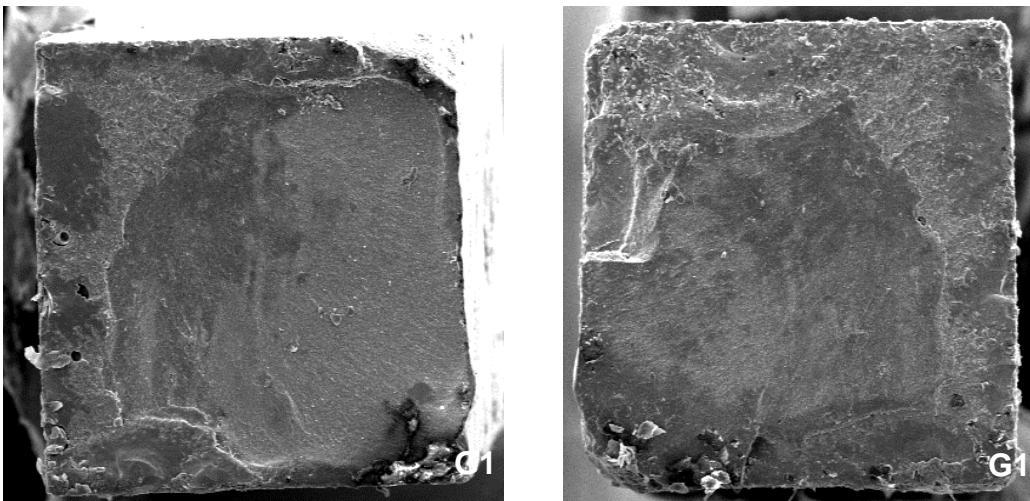


FIGURA 22- Imagens das superfícies cerâmicas nos diferentes tratamentos realizados: a) G1 (x500); b) G1 (x2000); c) G2 (x500); d) G2 (x2000); e) G3 (x500); f) G3 (x2000); g) G4 (x500); h)G4 (x2000).

A análise em MEV das amostras fraturadas revelou que todas as fraturas ocorreram dentro da zona de adesão (Figura 23).



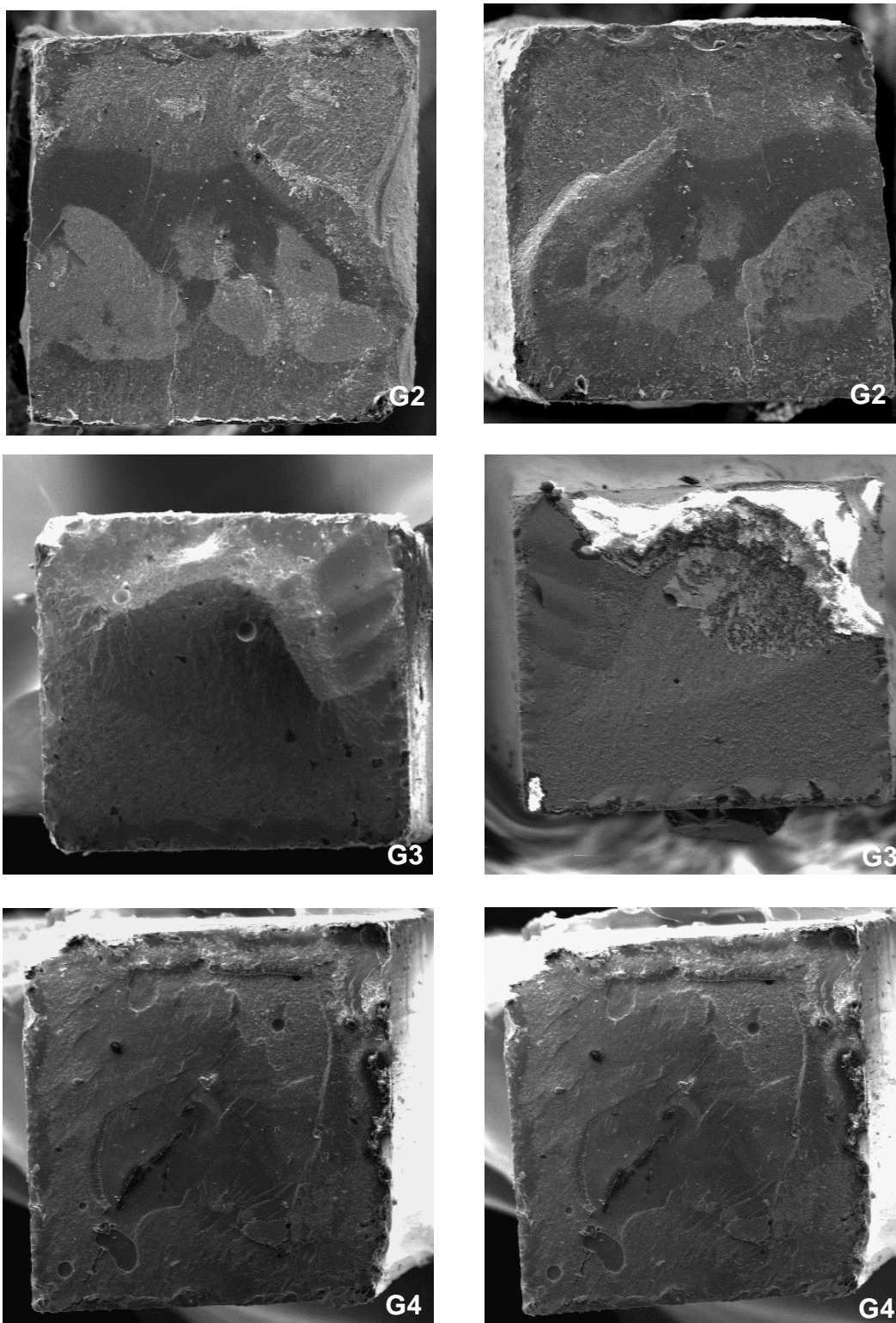


FIGURA 23- Imagens em MEV do padrão de falha das amostras dos diferentes grupos.

#### 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 raios-X, observa-se que os elementos Si, O, Na, Al e K são comuns para todos os espectros.

Observando-se a Figura 24, 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.

Na Figura 25, referente ao espectro da amostra do grupo 1, nota-se a presença do elemento químico flúor que é característico do precipitado ácido (produtos da reação do fluorsilicato de Na, K, Ca e Al. Quando se analisa as Figuras 26 (G2), 27 (G3) e 28 (G4) referentes aos espectros das amostras neutralizadas por solução supersaturada de bicarbonato de sódio e/ou limpas em ultra-som com água deionizada, nota-se a ausência do mesmo.

De acordo com as imagens do MEV obtidas pelo mapeamento de raios-X, observou-se que os elementos químicos Si, Al, Na, K e O são comuns em todos os mapeamentos (Figura 29). Na amostra do grupo 1, nota-se o aparecimento do íon flúor, que é um elemento químico característico do precipitado ácido (Figura 30). Na amostra cerâmica que foi condicionada com ácido fluorídrico e limpa em ultra-som com água deionizada (G3), o flúor foi mapeado, mas ele não aparece em quantidade suficiente para ser considerado (Figura 31).

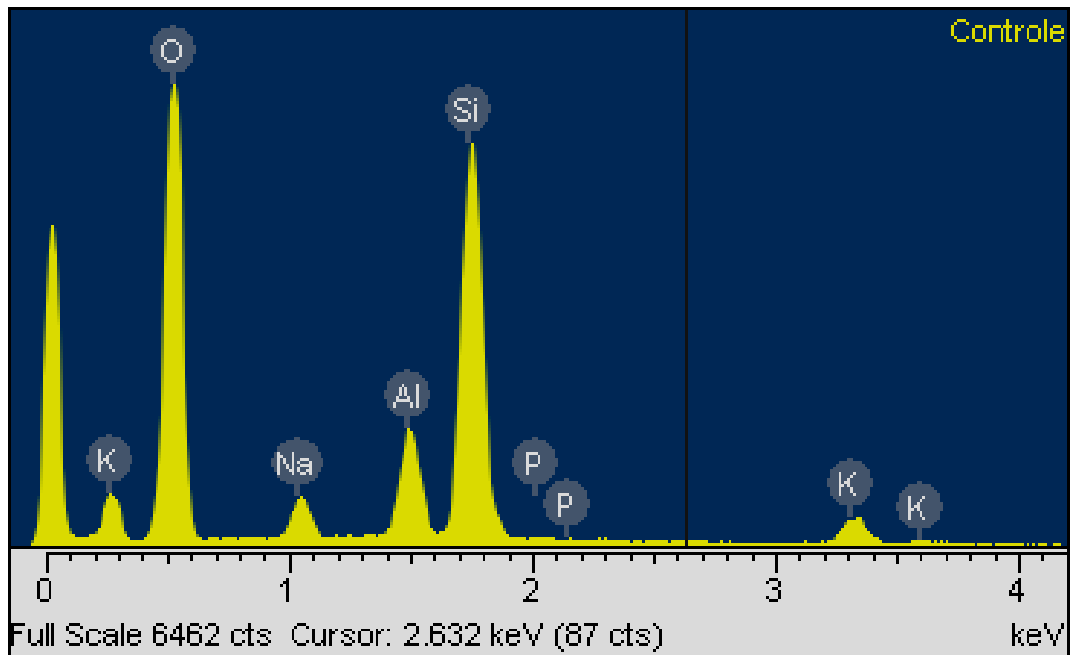


FIGURA 24- Espectro de raios-X de uma amostra de cerâmica antes de receber qualquer tipo de tratamento.

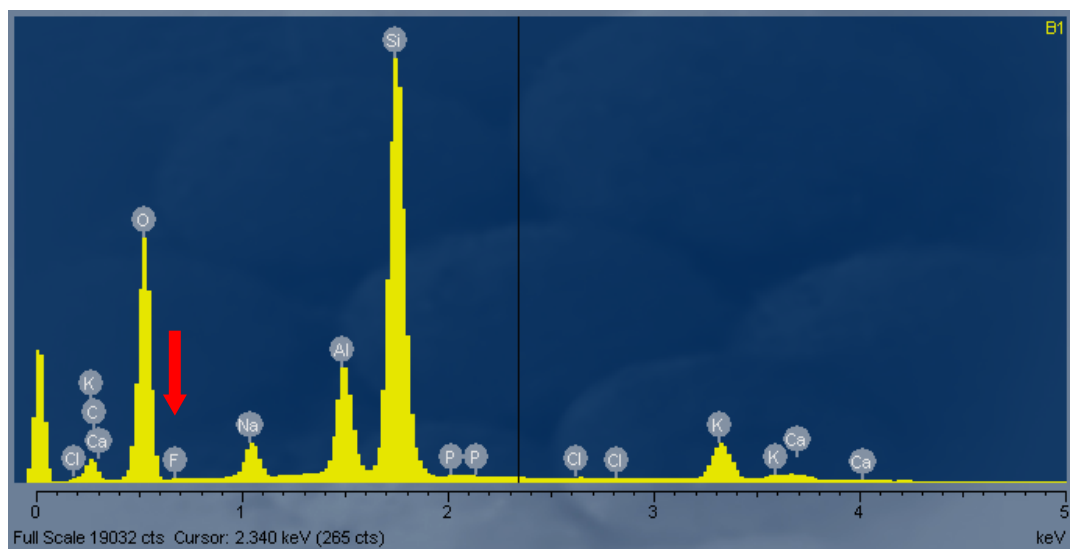


FIGURA 25- Espectro de raios-X de uma amostra do grupo 1. A seta (vermelha) indica a presença do íon flúor.

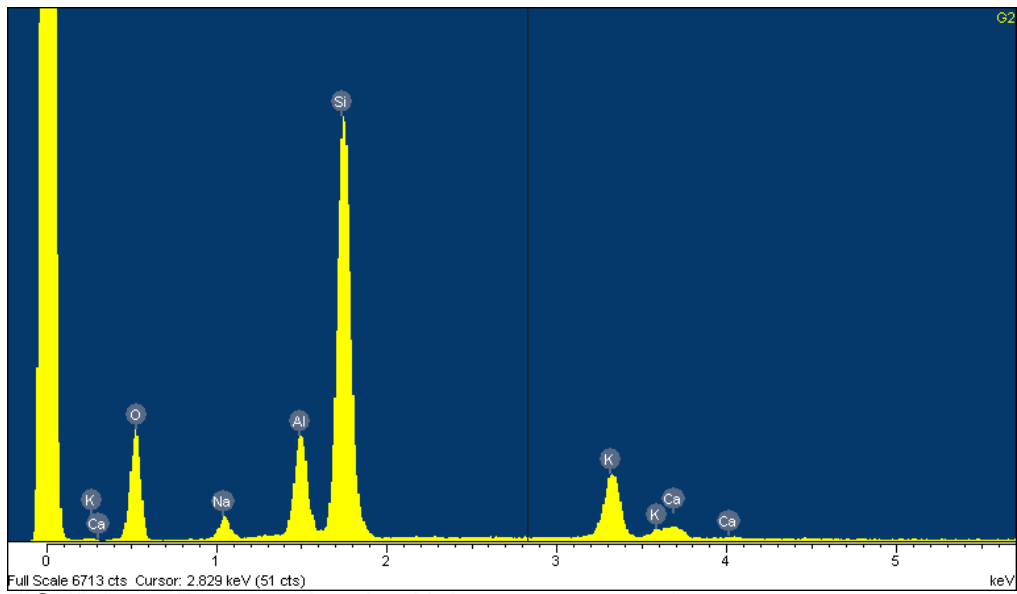


FIGURA 26- Espectro de raios-X de uma amostra do grupo 2.

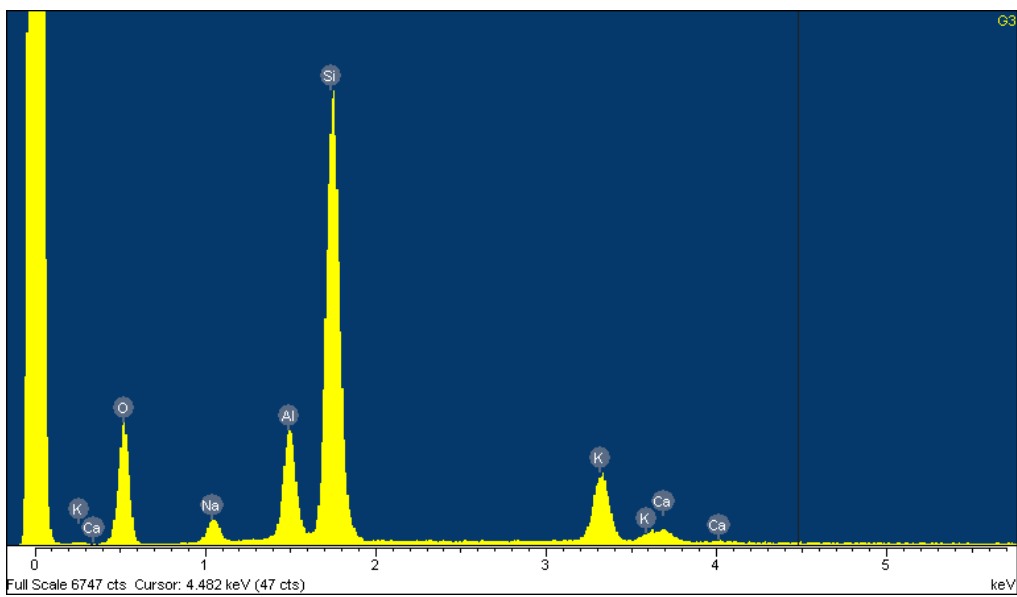


FIGURA 27- Espectro de raios-X de uma amostra do grupo 3.



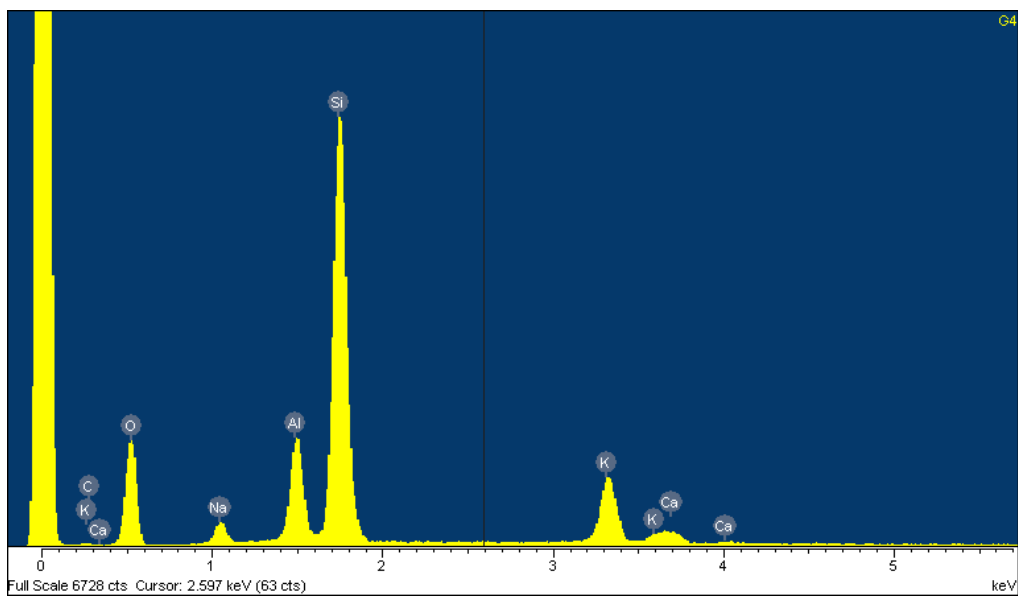


FIGURA 28- Espectro de raios-X de uma amostra do grupo 4.

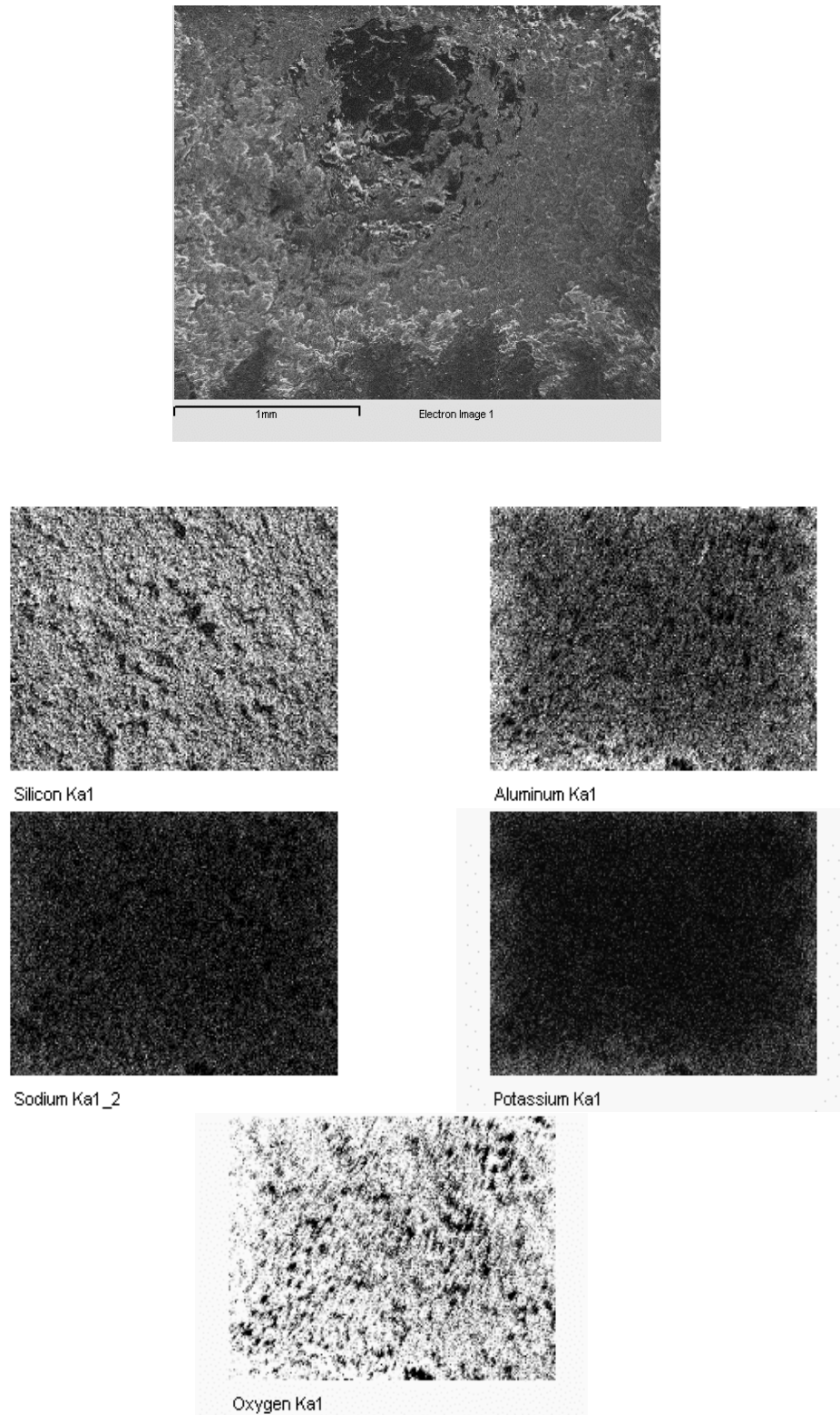


FIGURA 29- Mapeamento de raios-X de uma amostra de cerâmica antes de receber qualquer tipo de tratamento.

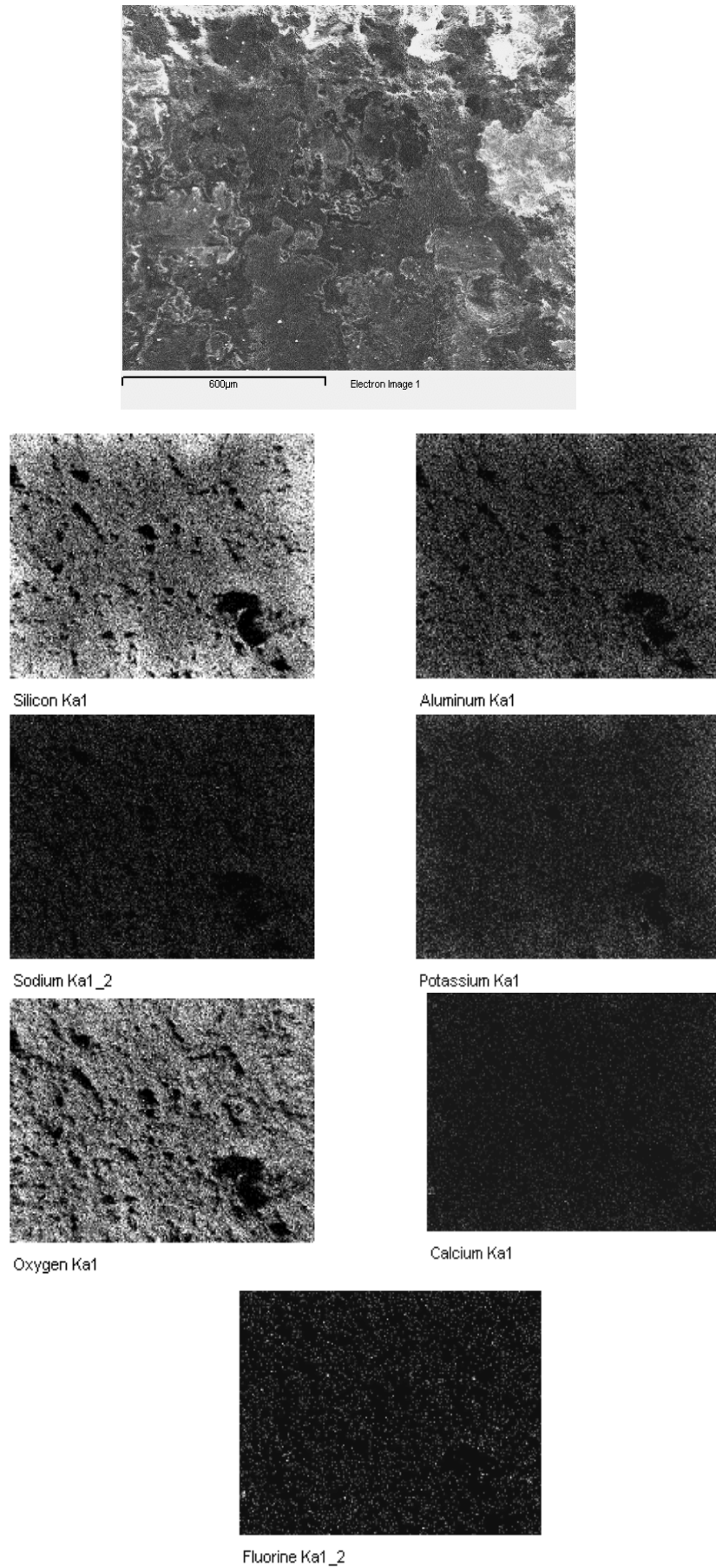


FIGURA 30- Mapeamento de raios-X de uma amostra de cerâmica após condicionamento com ácido fluorídrico (G1).

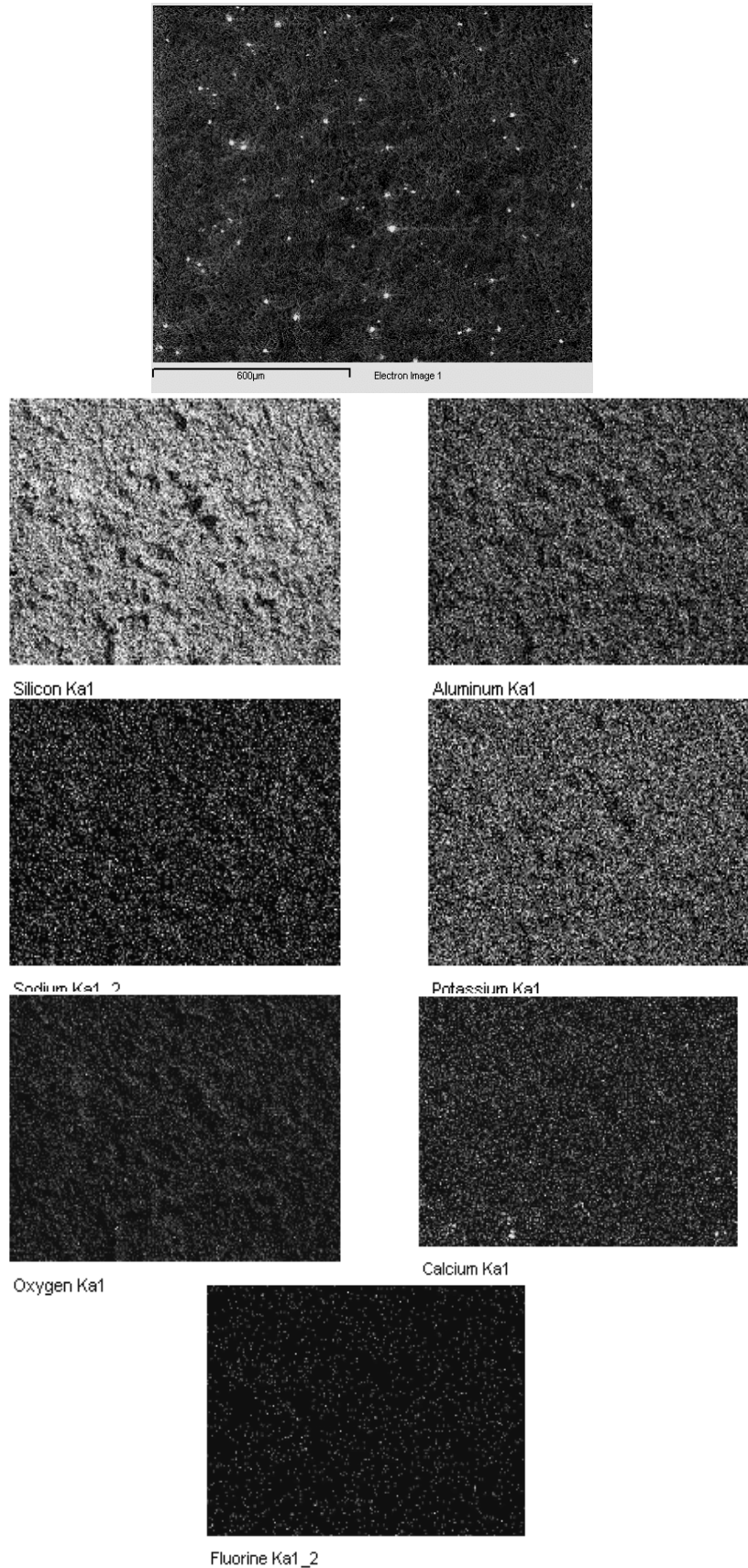


FIGURA 31- Mapeamento de raios-X de uma amostra de cerâmica após condicionamento com ácido fluorídrico e limpeza sônica (G3).

## 6 DISCUSSÃO

### 6.1 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 pelo tratamento de superfície, realizado sobre a superfície cerâmica antes da cimentação, que promove retenção micromecânica com o substrato (LEITE<sup>30</sup>, 2005).

Della Bona & Anusavice<sup>16</sup> em 2002 avaliaram a hipótese que o padrão da superfície estrutural muda de acordo com o tipo de tratamento recebido, microestrutura e composição da porcelana. Os autores concluíram que diferenças na microestrutura e composição da porcelana são fatores controladores na retenção micromecânica após procedimentos de condicionamento ácido e que o ácido fluorídrico promove o mais proeminente padrão de condicionamento nas cerâmicas ácido sensíveis, devendo ser utilizado dentro do protocolo de cimentação.

O tipo de tratamento de superfície mais utilizado para cerâmicas feldspáticas é o condicionamento com ácido fluorídrico seguido da silanização (PHOENIX & SHEN<sup>36</sup>, 1995; JARDEL et al.<sup>25</sup>, 1999; CANAY et al.<sup>10</sup>, 2001; DELLA BONA et al.<sup>18</sup>, 2002; SPHOR et al.<sup>49</sup>, 2003; SARAÇOGLU et al.<sup>42</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, aumentando a área superficial e facilitando a penetração do agente de união para o interior das microretenções da superfície cerâmica condicionada pelo ácido (CHEN et al.<sup>12</sup>, 1998).

A literatura apresenta alguns estudos como os de Tylca & Stewart<sup>54</sup>, 1994; Chen et al.<sup>12</sup>, 1998; Chen et al.<sup>13</sup>, 1998; Shimada et al.<sup>44</sup>, 2002; Leite<sup>30</sup>, 2005, 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 feldspáticas. A cerâmica VM7 (Vita) é um tipo de cerâmica feldspática indicada para confecção de restaurações indiretas e para cobertura de infra-estrutura do sistema In-ceram.

Leite<sup>30</sup>, em 2005, avaliaram o efeito de diferentes tempos de condicionamento com ácido fluorídrico nos valores de resistência de união entre uma cerâmica feldspática (VM7) e um cimento resinoso. Verificaram que diferentes tempos (20 segundos, 1 minuto e 2 minutos) de condicionamento não proporcionaram valores de resistência adesiva estatisticamente significante ( $p=0,156$ ;  $p>0,05$ ) entre os grupos e que o menor tempo (20 segundos) de ação do ácido fluorídrico na superfície cerâmica criou uma estrutura regular (poros e fendas), mecânica que favorece a relação cimento – cerâmica podendo aumentar a resistência de união, se associado a métodos de limpeza sônica. Por conseguinte, foi adotado para este estudo o tempo de 20 segundos para o condicionamento da superfície cerâmica com ácido fluorídrico a 10%.

À medida que se aumenta o tempo de condicionamento ácido, os poros e os sulcos tornam-se mais evidentes e maiores (crateras), podendo prejudicar o processo de adesão entre os sistemas adesivos e as cerâmicas, segundo Tylca & Stewart<sup>54</sup>, 1994; Chen et al.<sup>12</sup>, 1998; Canay et al.<sup>10</sup>, 2001; Della Bona & Anusavice<sup>16</sup>, 2002; Della Bona et al.<sup>19</sup>, 2000; Saraçoglu et al.<sup>42</sup>, 2004; Leite<sup>30</sup>, 2005.

Dentro da necessidade de limitar o efeito do ácido fluorídrico sobre a superfície cerâmica para criar um padrão de condicionamento regular, uniforme e minimizar o enfraquecimento da microestrutura cerâmica causado pela remoção seletiva, porém, em excesso, da matriz vítrea (TYLKA & STEWART<sup>54</sup>, 1994; DELLA BONA & ANUSAVICE<sup>16</sup>, 2002; DELLA BONA et al.<sup>20</sup>, 2004), foi incorporado ao estudo o processo de neutralização com bicarbonato de sódio. Este é um sal que reage com o ácido fluorídrico e neutraliza seu efeito, limitando sua ação. A neutralização com solução supersaturada de bicarbonato de sódio após o condicionamento ácido é um procedimento pré-cimentação, sendo realizado pelo dobro do tempo do condicionamento ácido (40 segundos) (FLÔR et al.<sup>21</sup>, 2003; BOTTINO et al.<sup>7</sup>, 2004). Deste modo, o primeiro objetivo desse estudo foi verificar o efeito do processo de neutralização da superfície cerâmica com solução supersaturada de bicarbonato de sódio sobre a resistência de união adesiva cimento-cerâmica.

De acordo com o Tabela 3 e Figura 19 verificou-se que o efeito da neutralização do ácido fluorídrico (grupo 2) com solução supersaturada de bicarbonato de sódio foi estatisticamente significativa ( $p= 0,0001$ ) e que os valores médios da resistência de união adesiva com a neutralização (15,64MPa) são inferiores aos valores obtidos sem a neutralização (grupo 1) (19,86MPa), concordando com o estudo realizado por Saavedra et al.<sup>40</sup>, em 2005. Fato esse que não corrobora com os resultados de Flôr et al.<sup>21</sup> (2003), cujos valores médios mostraram que quando realizado o processo de neutralização, maior foi a resistência de união. Porém, esse trabalho usou uma cerâmica (dissilicato de lítio) 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 microretenções mecânicas produzidas pelo condicionamento com ácido fluorídrico, podendo ser esse um motivo para não ter existido concordância nos resultados. O fato do

processo de neutralização ter diminuído a resistência de união adesiva pode ser explicado pela formação de precipitados pela reação ácido fluorídrico + sal ( $\text{NaHCO}_3 + \text{HF} \rightleftharpoons \text{NaF} + \text{H}_2\text{CO}_3$ ) tendo como produto sal (fluoreto de sódio) e o instável ácido carbônico ( $\text{H}_2\text{O} + \text{CO}_2$ ), além dos precipitados ácidos originários do condicionamento ácido. Segundo Canay et al.<sup>10</sup> (2001), estes ficam localizados na superfície cerâmica (Figura 22d), obliterando e dificultando a penetração do agente de união pelos sulcos e poros. Isso é a causa provável da diminuição da retenção mecânica entre esse último e a cerâmica, resultando assim, na obtenção de valores de resistência de união inferior para o grupo 2 cujas amostras cerâmicas receberam o processo de neutralização do ácido fluorídrico antes da cimentação.

A limpeza sônica com água deionizada em ultra-som dos precipitados do ácido fluorídrico da superfície cerâmica após o condicionamento ácido é um procedimento pré-cimentação e foi o outro fator analisado neste estudo. Segundo Peumans et al.<sup>35</sup>, 1999; Canay et al.<sup>10</sup>, 2001; Magne & Belser<sup>31</sup>, 2003; Leite<sup>30</sup>, 2005, esses precipitados ácidos são sais de fluorsilicato insolúveis que ficam localizados na entrada dos poros obliterando-os, podendo causar uma diminuição da resistência de união entre o agente de cimentação e a cerâmica, o que levaria a falhas clínicas. O tempo de limpeza com água deionizada 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, Figuras 19 e 20 e Tabela 3 verificou-se que o efeito da limpeza sônica com água deionizada do precipitado ácido (grupo 3) foi estatisticamente significativa ( $p=0,0001$ ) e que os valores médios de resistência de união adesiva com a limpeza em ultra-som do precipitado ácido (grupo 3) (23,53MPa) são superiores aos valores obtidos sem a limpeza do precipitado ácido em ultra-som (grupo 1) (19,86MPa). Isso pode ter ocorrido devido ao fato da limpeza sônica, segundo Peumans et al.<sup>35</sup>, 1999; Canay et al.<sup>10</sup>, 2001; Magne &



Belser<sup>31</sup>, 2003 e Leite<sup>30</sup>, 2005 favorecer a remoção do precipitado ácido na superfície cerâmica, facilitando assim a penetração do agente de união pelos poros, o que aumentou a retenção mecânica entre esse último e a cerâmica, resultando assim, na obtenção de valores de resistência de união adesiva superiores para o grupo 3 cujas amostras cerâmicas foram limpas em ultra-som com água deionizada antes da cimentação. Fato este que corrobora com os resultados de Leite<sup>30</sup> (2005), cujos dados mostraram que quando realizado o processo de limpeza sônica, maior foi a resistência de união adesiva cimento-cerâmica feldspática.

Quando se associou ao processo de neutralização a limpeza sônica (grupo 4), os resultados foram estatisticamente significantes ( $p= 0,0001$ ) em relação aos três outros grupos, apresentando valores médios de resistência de união adesiva (29,36MPa) superiores. Isso pode ter ocorrido devido ao fato do processo de neutralização limitar o efeito do ácido fluorídrico na superfície cerâmica, criando um padrão de condicionamento regular e uniforme (poros e fendas), o que favorece o estabelecimento de um melhor intertravamento mecânico entre o sistema adesivo e a cerâmica. Já a limpeza sônica, por sua vez, favorece a remoção do precipitado ácido e do sal, formado pela reação com o bicarbonato de sódio, na superfície cerâmica, facilitando assim a penetração do agente de união pelos poros, o que poderia ter aumentado a retenção mecânica entre esse último e a cerâmica, resultando assim, na obtenção de valores de resistência adesiva superiores para o grupo 4 cujas amostras cerâmicas foram neutralizadas e limpas em ultra-som com água deionizada antes da cimentação.

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>25</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.<sup>10</sup>, 2001, a aplicação do silano sobre a superfície cerâmica condicionada pelo ácido fluorídrico, pode causar uma dissociação dos sais de fluorsilicato. Isso é realizado pela hidrólise e absorção do silano na superfície cerâmica condicionada. Outro fator importante é a capacidade do silano em promover um melhor umedecimento de superfície, levando ao maior contato e infiltração do agente de união nas porosidades da superfície cerâmicas pelo condicionamento com ácido fluorídrico (SÖDERHOLM & REETZ<sup>48</sup>, 1996).

## **6.2 Da análise topográfica por MEV**

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

Primeiramente foi realizada a análise da superfície cerâmica antes de receber o condicionamento pelo ácido fluorídrico para realizar a comparação com as figuras do MEV obtidas após o condicionamento ácido, neutralização, limpeza sônica e após a associação dos dois processos anteriores. Ao se analisar as Figuras 21a e 21b, pode-se notar a presença de uma alteração morfológica da superfície cerâmica representada pelas ranhuras ocasionadas pelas lixas d'água.

O tratamento da superfície com ácido fluorídrico (grupo 1) (Figuras 22a e 22b) produziu um padrão de condicionamento esperado, com a presença de porosidades, sulcos, fendas e precipitados, o que corrobora com Tylca & Stewart<sup>54</sup>, 1994; Della Bona et al.<sup>19</sup>, 2000; Canay et al.<sup>10</sup>, 2001; Della Bona & Anusavice<sup>16</sup>, 2002; Della Bona et al.<sup>18</sup>, 2002,

resultantes da dissolução seletiva da matriz vítrea o que vai favorecer a penetração do agente de união.

Observando as imagens do MEV no grupo 2, onde foi realizado o processo de neutralização (Figuras 22c e 22d), notou-se a presença de uma maior quantidade de precipitados obliterando os poros, sulcos e fendas. Isto provavelmente dificultou a penetração do agente de união, sendo uma possível causa para a diminuição da retenção mecânica entre este último e a cerâmica. Após a limpeza sônica com água deionizada das amostras cerâmicas (grupo 3), verificou-se pela observação das Figuras 22e e 22f que houve uma limpeza superfície cerâmica, o que favoreceu a visualização dos sulcos (setas azuis) e dos poros (círculos amarelos) . Ao se analisar as Figuras 22g e h, onde foi associado ao processo de neutralização a limpeza sônica (grupo 4), visualizou-se de maneira mais evidente uma maior quantidade de fendas e sulcos, criando um padrão de condicionamento regular e uniforme, e um menor número de precipitados ácidos. Isto provavelmente favoreceu o intertravamento mecânico sistema adesivo-cerâmica, levando a valores de resistência de união adesiva superiores para este grupo em relação a todos os outros.

Quanto à análise das imagens obtidas por MEV (Figura 23), 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 tração (amostras com áreas reduzidas e padronizadas) promoveria maior incidência de fraturas adesivas do que os ensaios convencionais de resistência adesiva, os quais nos fornecem uma grande incidência de fraturas coesivas (SANO et al.<sup>41</sup>, 1994; SCHEREINER et al.<sup>43</sup>, 1998; PHRUKKANON et al.<sup>37</sup>, 1998; PASHLEY et al.<sup>34</sup>, 1999; SHONO et al.<sup>45</sup>, 1999; DELLA BONA et al.<sup>19</sup>, 2000).

### 6.3 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 24) 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 raios-X das amostras cerâmicas do grupo 1 (Figura 25) 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 uma dificuldade em se detectar as linhas características de raios-X do íon Flúor pois ele é um elemento químico muito leve o que faz com que suas linhas espectrais sejam pouco intensas. Quando se analisou os espectros de raios-X referentes às amostras cerâmicas que foram neutralizadas e/ou limpas com água deionizada em ultra-som (grupos 2, 3 e 4) (Figuras 26, 27 e 28, respectivamente), observou-se que não há mais a presença do Flúor, demonstrando que a neutralização e a limpeza sônica foram efetivas na remoção do precipitado ácido, o que corroborou com o estudo de Canay et al.<sup>10</sup>, 2001 e Leite<sup>30</sup>, 2005.

O mapeamento via MEV e EDS dos elementos químicos foi realizado em: uma amostra cerâmica que não recebeu qualquer tipo de tratamento (Figura 29), uma amostra condicionada com ácido fluorídrico por 20s (Figura 30) e uma onde foi realizado o condicionamento citado anteriormente mais a limpeza com água deionizada em ultra-som (Figura 31) para verificar a distribuição dos elementos químicos sobre a superfície cerâmica de uma forma mais precisa e detalhada.

Na Figura 29, a região em que se observam os pontos brancos, é onde estão localizados os elementos químicos. Notou-se uma 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 30, observou-se o que houve uma 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 uma dissolução da matriz vítrea dessa cerâmica. O elemento químico Flúor 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.

De acordo com os resultados obtidos neste estudo, pode-se afirmar que a neutralização associada à limpeza sônica influenciou a resistência de união adesiva entre o agente cimentante e a cerâmica de maneira significativa, sendo, portanto, procedimentos clínicos pré-cimentação efetivos e necessários para se conseguir trabalhos restauradores mais qualificados e duradouros.

## 7 CONCLUSÕES

Os resultados deste estudo confirmaram as três hipóteses experimentais de que:

- a) o processo de neutralização dos precipitados do ácido fluorídrico influencia nos valores de resistência de união entre uma cerâmica feldspática e um cimento resinoso;
- b) a limpeza sônica (ultra-som) com água deionizada dos precipitados do ácido fluorídrico, formados sobre a superfície cerâmica após o condicionamento ácido, aumenta os valores de resistência de união entre uma cerâmica feldspática e um cimento resinoso.
- c) a associação entre o processo de neutralização dos precipitados do ácido fluorídrico e a limpeza sônica melhora a resistência de união entre uma cerâmica feldspática e um cimento resinoso.

## 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 (Resumo 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 BIANCHI, J. **Estudo sobre a resistência à microtração em função das dimensões, modo de prensão 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.

---

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

- 6 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.(Trabalho apresentado no 21º Annual SBPqO Meeting - Abstract Pb240)
- 7 BOTTINO, M. A.; VALANDRO, L.F.; BUSO, L. Prótese metal free: tratamento da superfície cerâmica pré-cimentação.In: **Atualização na clínica odontológica**. São Paulo: Artes Médicas, 2004. Cap.21, p. 369-411.
- 8 BOTTINO, M. A. et al. **Estética em reabilitação oral-metal free**. São Paulo: Artes Médicas, 2002. Cap.5, p.211-21.
- 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, 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 posteriores**. 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.2, 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. (Trabalho apresentado no 21º Annual SBPqO Meeting - Abstract Pa210).
- 21 FLÔR, P.C G.M. et al. Efeito da neutralização do ácido fluorídrico na resistência adesiva entre um cimento resinoso e uma cerâmica prensada. **Pesq Odontol Bras**, v.17, Supl. 2, p.76, 2003. (Trabalho apresentado no 20º Annual SBPqO Meeting - Abstract lb 161).
- 22 FOWLER, C.S. et al. Influence of selected variables on adhesin testing. **Dent Mater**, v.8, n.4, p.265-9, July 1992.
- 23 GARCIA, F.C.P. et al. Testes mecânicos para a avaliação laboratorial da união resina/dentina. **Rev Fac Odontol Bauru**, v.10, n.3, p.118-27, 2002.
- 24 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.
- 25 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.
- 26 KAMADA, K.; YOSHIDA, K.; ATSUTA, M. Effect of ceramic surface treatments on the bond of four resin luting agents to a ceramic material. **J Prosthet Dent**, v.79, n. 5, p. 508-13, May 1998.
- 27 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.

- 28 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.
- 29 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. (Trabalho apresentado no 21º Annual SBPqO Meeting - Abstract Pa 268).
- 30 LEITE, F. P. P. **Efeito do tempo do condicionamento e da limpeza em ultrassom do precipitado do ácido fluorídrico sobre a resistência de união entre uma cerâmica e um cimento resinoso**. 2005. 123f. 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.
- 31 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.
- 32 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.
- 33 PASHLEY, D.H. et al. Adhesion testing of dentin bonding agents: a review. **Dent Mater**, v. 11, n.3, p.117-25, Mar 1995.

- 34 PASHLEY, D.H. et al. The microtensile bond test: a review. **J Adhes Dent**, v.1, p.299-309, 1999.
- 35 PEUMANS, M. et al. Porcelain veneers bonded to tooth structure: an ultra-morphological FE-SEM examination of the adhesive interface. **Dent Mater**, v.15, n.2, p. 105-19, Mar 1999.
- 36 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.
- 37 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.
- 38 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.
- 39 ROSA, V.; DELLA-BONA, Á.; PENZETTA, C. Tenacidade de fratura e dureza de uma nova cerâmica de uso odontológico. **Pesq Odontol Bras**, v.18, supl1, p.37, 2004. (Trabalho apresentado no 21º Annual SBPqO Meeting - Abstract PI 022)
- 40 SAAVEDRA, G. et al. Influência da neutralização do precipitado do ácido fluorídrico na resistência de união entre um cimento resinoso e uma cerâmica vítrea. **Pesq Odontol Bras**, v. 19, supl 1, p.146, 2005. (Trabalho apresentado no 22º Annual SBPqO Meeting - Abstract Pa285).

- 41 SANO, H. et al. Relationship between surface area for adhesion and tensile bond strength: evaluation of microtensile bond test. **Dent Mater**, v.10, p.236-40, July 1994.
- 42 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.
- 43 SCHREINER, R.F. et al. Microtensile testing of dentin adhesives. **Dent Mater**, v.14, p.194-201, June 1998.
- 44 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.
- 45 SHONO, Y. et al. Durability of resin-dentin bonds. **J Adhes Dent**, v.1, p.211-8, 1999.
- 46 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.
- 47 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).
- 48 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.
- 49 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.

- 50 STANGEL, I.; NATHANSON, D.; HSU, C.S. Shear strength of the composite bond to etched porcelain. **J Dent Res**, v.66, n.9, p.1460, Sept 1987.
- 51 STEWART, 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.
- 52 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.
- 53 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.
- 54 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, n.2, p.121-7, Aug 1994.
- 55 VALANDRO, L.F. et al. 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.
- 56 VAN NOORT, R. et al. A critique of bond strength measurements. **J Dent**, v.17,n.2, p.61-7, 1989.
- 57 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.

- 58 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.
- 59 WOLF, D.M. et al. Bond strength of composite to etched and sandblasted porcelain. **Am J Dent**, v.6, n.3, p.155-8, June 1993.

**SAAVEDRA, G. S. F. A. Effect of neutralization and ultrasonic cleaning of hydrofluoric acid precipitates on the bond strength between a ceramic and a resin cement.**

**ABSTRACT**

This study evaluated three hypotheses: a) the neutralization process influences the bond strength values between a feldspar ceramic and a resin cement; b) ultrasonic cleaning of hydrofluoric acid precipitates increases the bond strength values; c) association between the neutralization process and ultrasonic cleaning improves the bond strength. Thirty-two ceramic blocks of VM7 VITA Zahnfabrik were fabricated and duplicated in composite resin (W3D Master). Each ceramic block (1 aspect) was etched (20s) with 10% hydrofluoric acid (Dentsply), followed by air-water rinsing (60s) and drying. The blocks were randomly divided into 4 groups (n=8): G1- silane (Porcelain Primer, BISCO) was applied on the ceramic surface followed by luting to resin blocks; G2- blocks were immersed (40s) in supersaturated sodium bicarbonate solution, air-water rinsed (60s) and dried before application of silane and luting; G3- ultrasonic cleaning (4 minutes), silane and luting; G4- association of neutralization and ultrasonic cleaning, followed by silanization and luting. Then, each treated ceramic block was luted to the corresponding composite resin block with the resin cement Rely X ARC (3M). After storage (distilled water for 7 days at 37°C), each ceramic/cement/composite resin assembly was sectioned into two axes (X and Y) for achievement of samples (reduced and standardized areas) that were fixated to an adapted pachymeter, which in turn was adapted to a universal testing machine (EMIC) with load cell of 10Kgf, crosshead speed of 1.0mm/min and submitted to tensile testing. The bond strength values and standard deviations (MPa) for the groups were as follows: G1:  $19.86 \pm 2.42^a$ ; G2:  $15.64 \pm 2.29^b$ ; G3:  $23.53 \pm 1.07^c$ ; G4:  $29.36 \pm 0.98^d$ . The four experimental conditions presented statistically significant difference to each other ( $p=0.0001$ ) (one-way ANOVA and Tukey test,  $p<0.05$ ). The present results confirmed that: a) the neutralization process influences the bond strength values between a feldspar ceramic and a resin cement; b) ultrasonic cleaning of hydrofluoric acid precipitates increases the bond strength values; c) association between the neutralization process and ultrasonic cleaning improves the bond strength.

Key words: acid etching, hydrofluoric acid, neutralization, ultrasonic cleaning, bond strength, ceramic.



# 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](#)