

CAROLINA NEMESIO DE BARROS PEREIRA

**INFLUÊNCIA DO PADRÃO DE EVAPORAÇÃO DO
SILANO SOBRE A RESISTÊNCIA DE UNIÃO ENTRE
UMA CERÂMICA À BASE DE DISSILICATO DE LÍTIO
E UM CIMENTO RESINOSO QUIMICAMENTE**

ATIVADO:

*Avaliação in vitro através de um ensaio mecânico de
microtração*

UNIVERSIDADE FEDERAL DE MINAS GERAIS

FACULDADE DE ODONTOLOGIA

BELO HORIZONTE - MINAS GERAIS

2006

CAROLINA NEMESIO DE BARROS PEREIRA

**INFLUÊNCIA DO PADRÃO DE EVAPORAÇÃO DO SILANO
SOBRE A RESISTÊNCIA DE UNIÃO ENTRE UMA
CERÂMICA À BASE DE DISSILICATO DE LÍTIO E UM
CIMENTO RESINOSO QUIMICAMENTE ATIVADO:**

Avaliação in vitro através de um ensaio mecânico de microtração

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação como parte dos requisitos para a obtenção do título de Mestre em Odontologia.

Área de Concentração: Materiais Odontológicos

Orientador: Prof. Dr. João Maurício Lima de Figueiredo Mota

Co-orientador: Prof. Dr. Vicente Tadeu Lopes Buono

UNIVERSIDADE FEDERAL DE MINAS GERAIS

FACULDADE DE ODONTOLOGIA

BELO HORIZONTE - MINAS GERAIS

2006

DEDICATÓRIA

À minha Mãe, exemplo de garra e determinação
aquela que em mim fez brotar os valores
que norteiam meu caminhar...

A você, meu maior orgulho e minha maior alegria,
dedico este trabalho e mais esta conquista.

AGRADECIMENTOS ESPECIAIS

A Deus, nosso Pai de luz e bondade, pela oportunidade de perceber em mim o desejo de reaprender, a vontade de caminhar junto com os meus, de me reconhecer entre os diferentes, para que no final pudéssemos juntos, fazer o nosso melhor!

Ao Professor Dr. Vicente Tadeu Lopes Buono, muito mais do que co-orientador, foi aquele que abriu o coração para a nossa idéia, assim como as portas da Escola de Engenharia e o caminho que nos levou a tantos outros tão imprescindíveis para tornar possível este trabalho, minha gratidão e admiração! Nada disso teria acontecido sem você, a quem tudo devo: sua competência, seu carinho, sua paciência e seu profundo amor pela arte de orientar me deram ânimo e estímulo para seguir em frente, em busca do que parecia impossível... Muito, muito obrigada!

Ao Professor Dr. Luiz Thadeu de Abreu Poletto, meu mestre maior e amigo querido, sempre presente nas minhas decisões e conquistas mais importantes, o meu muito obrigada pela sua acolhida, sempre! Meu respeito, minha admiração e minha amizade!

AGRADECIMENTOS

Ao Professor Dr. João Maurício Lima de Figueiredo Mota, pela amizade e carinho, que juntamente com o Colegiado de Pós-graduação concedeu-me a oportunidade de regressar como discente a esta casa onde senti nascer a vontade de buscar sempre oferecer o melhor e mais justo para aqueles a quem servimos.

Aos responsáveis pelo Laboratório Robert Hooke do Setor de Testes Físicos do CETEC, Sr. Jorge Milton Elian Saffar e Ademir Severino Duarte que me receberam com tanta atenção e carinho, tornando possível a concretização e o desenvolvimento de uma nova perspectiva de trabalho, agradeço pelo apoio e pela oportunidade de aprendizado! Agradeço também a toda a equipe do setor, muito especialmente ao Geraldo Afonso Ferreira, Vladimir Brandi de Abreu e Admilson Rodrigues Gomes pela colaboração no projeto do dispositivo proposto no presente estudo. À Eunice Marta Ferreira Marques, muitíssimo obrigada pela sua doçura, paciência e esmero com a análise estatística.

Aos Professores da Escola de Engenharia que também acreditaram em nosso projeto, muito especialmente ao Professor Dr. Ronaldo Barbosa, Professor Dr. Paulo Brandão e Professor Dr. Dagoberto Santos, que me receberam com interesse e paciência e permitiram que eu expandisse meus horizontes dentro dos seus laboratórios! Obrigada pelo apoio e pela confiança!

Ao Professor Dr. Juvenil Alves Diniz Ferreira, sem cujos esforços as pedras do meu caminho certamente teriam sido infinitamente mais numerosas e difíceis de transpor... Não tenho palavras para expressar minha gratidão por ter aberto para nós as portas do laboratório, juntamente com todas as suas credenciais pessoais, endossando sempre o nosso trabalho. Meu respeito e minha amizade.

Ao Prof. Dr. Álvaro Della Bona, pelo incentivo para buscar desenvolver a microtração em nossa Escola e pela atenção dispensada sempre que precisei.

Ao Professor Dr. Walisson Vasconcelos, que me levou pela mão e me ensinou passo a passo o que aprendeu sobre o ensaio de microtração. Alguém cuja vontade

de ensinar e ajudar me fizeram entender melhor isso de querer ser “mestre”. Muito obrigada pelo estímulo, pelo apoio e pela preciosa ajuda!

Àquela que se tornou grande amiga, Maria Lúcia Lomeu, protética responsável pela confecção dos blocos cerâmicos. O que seria de mim sem seu sorriso aberto e seu ombro amigo nos momentos de dificuldades... que não foram poucas! E ao seu companheiro de trabalho e esposo, Cláudio, pelas valiosas informações sobre a cerâmica estudada e pela dedicação e amizade.

Àqueles que tornaram possível o desenvolvimento de todas as fases laboratoriais na Escola de Engenharia da UFMG: Juliano, Roberto Couceiro, Roney Eduardo Lino, Camila Pontes Pena, cada um de vocês sabe, ainda que por um detalhe, fizeram nesta minha passagem a maior diferença! À Patrícia Mara Trigueiro de Azevedo e João Alves Ribeiro pela colaboração durante a fractografia. Obrigada pela atenção, pela paciência, pelo carinho e por tudo o que aprendi com vocês.

Aos funcionários da Escola de Engenharia, em especial ao Vicente Paulo Carvalho Alves, que permitiram nosso acesso a esse mundo onde a pesquisa já tomou vulto e nos conquista cada dia mais.

À Professora Dra. Cláudia Silame, pela confiança ao permitir a utilização da máquina de corte adquirida para os projetos do Departamento de Odontologia Restauradora.

Ao Bruno Ferreira Lourenço, do Laboratório de Materiais na FOUFG, sem cuja dedicação e empenho as dificuldades seriam imensas. Meu muito obrigada!

À minha querida Juliene, muito mais que colega, uma grata surpresa nessa caminhada tão incerta... Minha amizade, admiração e alegria por ter tido você como companheira durante todo esse tempo!

Aos amigos e companheiros de jornada, Lucianinho, Henrique e todos os colegas do mestrado. A certeza de vocês ao meu lado me dava o conforto de não estar só! Aos professores Alexandre Drumond e Eduardo Lemos, colegas de pós graduação, com quem compartilhamos momentos difíceis e dividimos nossas descobertas!

Às Professoras Dra. Maria Carmen Cavalho e Dra. Maria Antonieta Siqueira, exemplos de amor e dedicação: mestres, mas sempre com muito carinho! Obrigada pela oportunidade de trabalhar e conviver com vocês!

À Silvilene Giovanne, nossa querida Gio, pelo apoio, amizade e carinho.

À Maria da Conceição Carneiro Gonçalves Moreira, cúmplice das nossas aflições e incertezas, obrigada pelo ombro amigo de todas as horas.

A todos os funcionários da FOUFMG pelo acolhimento e disponibilidade.

Aos alunos da graduação, que nos reconhecem como seus professores durante o estágio docente, ajudando-nos a aprender com suas dúvidas e dificuldades.

Ao meu primo Rodrigo Barros de Oliveira, pela ajuda e paciência na usinagem das peças para o dispositivo de ensaio.

À CAPES, pelo apoio financeiro.

À Ivoclar Vivadent e seus representantes em Belo Horizonte, Verlaine e Themístocles Duarte, por fornecerem parte do material para a realização deste trabalho. À SDI e seu representante Helder de Souza, por cederem parte do material para a realização deste estudo.

Aos meus familiares e amigos queridos, por compreenderem minhas ausências e pela torcida, com a qual pude contar ao longo desses dois anos. A todos os que apoiaram minha escolha, torceram por mim e colaboraram para a concretização deste sonho!

"Pensei então que o ato de plantar uma árvore é um anúncio de esperança. Especialmente se for uma árvore de crescimento lento. E isso porque, sendo lento o seu crescimento, eu a plantaria sabendo que nem vou comer dos seus frutos, nem vou me assentar à sua sombra... Eu a plantarei pensando naqueles que comerão dos seus frutos e se assentarão à sua sombra. E isso bastará para me trazer felicidade!"

Rubem Alves

RESUMO

A longevidade e durabilidade das restaurações cerâmicas cimentadas adesivamente dependem da qualidade e da estabilidade da união entre a superfície interna da cerâmica e o cimento resinoso. Os valores de resistência de união por microtração têm sido utilizados como preditivos do sucesso clínico destes trabalhos. Com o objetivo de avaliar a influência do tratamento térmico do silano sobre a resistência adesiva entre uma cerâmica e um cimento resinoso quimicamente ativado (C&B™), dezoito blocos de IPS Empress®2 foram confeccionados, planificados com lixas (granos 240 e 320) e cimentados a dezoito blocos de resina composta (InTen-S®) utilizando-se um sistema adesivo químico (Lok®). Definiram-se 6 grupos de 3 blocos, conforme o tipo de tratamento da superfície da cerâmica: G1) sem tratamento; G2) HF (Ácido Fluorídrico 10%) + S (silano Monobond-S® com microbrush, seco a temperatura ambiente 3min); G3) S + enxágüe em água corrente + temperatura ambiente (3min); G4) S + enxágüe com água em ebulição 5s + temperatura ambiente (3min); G5) S + enxágüe com água em ebulição 5s + secagem a 50°C (3min); G6) silano seco a 50°C (3min) + enxágüe com água em ebulição 5s + temperatura ambiente (3min). Os corpos-de-prova em forma de palito (CP) foram obtidos por corte dos blocos de cerâmica/resina 7 dias após a cimentação e submetidos à microtração (0,5mm/min) após 30 dias de armazenamento em água. Desenvolveu-se um dispositivo para a fixação dos CP pelas extremidades ao invés de pelas laterais. Todos os CP do G1 desuniram durante o corte. Os valores médios de tensão de ruptura em MPa (com desvio padrão) foram estatisticamente superiores para G2 (14,77±8,31) comparados aos de G4 (8,45±4,51) e G5 (9,46±5,26), estatisticamente semelhantes entre si e superiores a G3 (6,60±3,50) e G6 (5,94±4,27), estatisticamente semelhantes entre si. A fractografia por microscopia óptica (50x) demonstrou que todas as fraturas ocorreram dentro da “zona de adesão” e foram adesivas em 100% das amostras de G3 e G6. Observaram-se falhas coesivas em 24% das amostras em G4, 30% em G2 e em 40% das amostras de G5. Observou-se correlação entre a ocorrência de fraturas coesivas e maiores valores de resistência de união. Concluiu-se que a aplicação do Silano influenciou positivamente a resistência de união, em comparação com o controle negativo, mas sua efetividade foi maior quando sobreposto ao condicionamento com HF (G2).

ABSTRACT

Ceramic-bonded restoration longevity and durability are related with the quality and stability of the bond between the ceramic surface and the luting agent. Microtensile bond strength values have been used to predict the clinical success of these restorations. With the aim to evaluating the influence of silane heat treatment on the bond strength between a ceramic and a composite chemmically activated resin cement (C&B™), eighteen blocks of IPS Empress®2 were fabricated, flattened (240 320-grit metallographic paper) and luted to composite resin blocks (InTen-S®) using a chemical adhesive system (Lok®). Six groups with three blocks each were analyzed according to the ceramic surface treatment: G1) no treatment; G2) HF (Hydrofluoric Acid 10%) + S (silane Monobond-S® with microbrush dried at room temperature for 3min); G3) S + rinsed + room temperature (3min); G4) S + rinsed with boiling water + room temperature (3min); G5) S + rinsed with boiling water + dried at 50±5°C (3min); G6) S + dried at 50±5°C (3min) + rinsed with boiling water + room temperature (3min). The ceramic / resin luted blocks were sectioned in sticks 7 days after the cementation procedure and stored in water for 30 days until microtensile test were performed (0,5mm/min). A device to attach the sticks by their top and buttom surfaces, instead of at the lateral surface was developed. All the specimens of G1 debonded during the cutting procedures. Mean tensile bond strength and standard deviation values were statistically higher for G2 than for G4, statistically similar to G5, and these were higher to G3 and G6, which were statistically similar. Fracture surfaces were examined using lighth microscopy (50x), revealing that all fractures occurred within the “adhesion zone”. For G2, 51% were coesive fractures in the composite luting structure. One hundred percent of the fractures were adhesive for G3 and G6. The coesive failure mode was observed in G4 (24%), G2 (30%) and G5 (40%). It has being demonstred a direct relationship between coesive failure mode and higher bond strength values. It was possible to conclude that the silane improved bond strength, being most effective when used before HF conditioning (G2).

LISTA DE FIGURAS

FIGURA 1: (a) Posicionamento do bloco de cera no anel plástico (fornecido pelo fabricante); (b) anel para inclusão com revestimento especial.....	73
FIGURA 2: (a) Eliminação da cera em forno convencional e aquecimento do êmbolo; (b) molde de revestimento com êmbolo posicionado, no forno IPS Empress® Systems EP 600.....	73
FIGURA 3: (a) Molde em polivinilsiloxano para obtenção dos blocos de resina composta; (b) resina In Ten-S®; (c) blocos de cerâmica (acima) e resina (abaixo) após o acabamento.....	74
FIGURA 4: Proporcionamento e aplicação do adesivo quimicamente ativado na superfície da cerâmica (C) e da resina (R).....	76
FIGURA 5: (a) Cimento Resinoso; (b) Dispositivo adaptado para cimentação (carga de 100gf); (c) Blocos cimentados: observa-se a presença dos excessos de cimento.....	76
FIGURA 6: Seqüência de fixação e corte do bloco em tiras e destas em CP paralelos.....	77
FIGURA 7: Dispositivo convencional com duas hastes paralelas (a); ensaio preliminar (b).....	79
FIGURA 8: Dispositivo proposto, desenvolvido e utilizado para os ensaios de microtração.....	79
FIGURA 9: Desenho esquemático do dispositivo desenvolvido para os ensaios.....	80
FIGURA 10: Tubos cortados e perfurados (a); dispositivo do tipo “tripé” (b) para apoio do tubo e fixação dos CP pela extremidade em Resina Composta(c).....	81
FIGURA 11: Dispositivo para microtração adaptado à máquina de ensaios.....	82
FIGURA 12: (a) Adaptação do CP fixado ao tubo na parte superior do dispositivo para microtração, com alto grau de mobilidade, já acoplado à máquina de ensaios; (b) tubo inferior posicionado, recebendo o adesivo cianoacrilato; (c) CP sendo baixado para posicionamento no tubo acoplado à porção inferior do dispositivo ; (d) aplicação do acelerador de presa; (e) CP posicionado e (f) após o rompimento.....	83
FIGURA 13: Superfície preparada, sem aplicação do Silano (G1).....	85
FIGURA 14: Silano, seco a temperatura ambiente (G2), sem HF prévio.....	85
FIGURA 15 : Silano + água corrente + secagem a temperatura ambiente (G3).....	85
FIGURA 16: Silano + água em ebulição + secagem a temperatura ambiente (G4).....	85
FIGURA 17: Silano + água ebulição + secagem a 50°C (G5).....	85

FIGURA 18: Silano + secagem a 50°C + água ebulição + temperatura ambiente (G6).....	85
FIGURA 19: Padrões de fratura ADESIVA, por microscopia óptica (50x): (CE) cerâmica; (RC) resina composta.....	90
FIGURA 20: Padrões de fratura COESIVA por microscopia óptica (50x): (CE) cerâmica; (RC) resina composta.....	91
FIGURA 21: MEV representativa de fratura ADESIVA (65x): (CE) cerâmica; (RC) resina composta.....	92
FIGURA 22: MEV representativa de fratura ADESIVA (1500x): (CE) cerâmica; (RC) resina composta.....	93
FIGURA 23: MEV representativa de fratura ADESIVA com fratura de borda: aumentos de 65x e 300x (cerâmica).....	94
FIGURA 24: MEV representativa de fratura ADESIVA com fratura de borda: aumentos de 65x e 300x (resina composta).....	95
FIGURA 25: MEV representativa de fratura COESIVA parcial (65x): (CE) cerâmica; (RC) resina composta.....	96
FIGURA 26: MEV representativa de fratura COESIVA (65x): (CE) cerâmica; (RC) resina composta.....	97
FIGURA 27: MEV representativa de fratura COESIVA (1500x): (a) cimento resinoso aderido à resina composta; (b) fratura coesiva na estrutura do cimento resinoso.....	98

LISTA DE TABELAS

TABELA 1: Resultado da análise estatística ANOVA.....	86
TABELA 2: Comparação entre os valores médios de resistência dos grupos avaliados (letras diferentes indicam diferença estatisticamente significativa).....	87
TABELA 3: Relação entre o tratamento de superfície, valores de resistência de união em MPa e o percentual do padrão de fratura por grupo (A: adesivo; C: coesivo).....	88
TABELA 4: Grupo G2 / bloco 1 – Comportamento sob microtração.....	118
TABELA 5: Grupo G2 / bloco 2 – Comportamento sob microtração.....	119
TABELA 6: Grupo G2 / bloco 3 – Comportamento sob microtração.....	119
TABELA 7: Grupo G3 / bloco 1 – Comportamento sob microtração.....	120
TABELA 8: Grupo G3 / bloco 2 – Comportamento sob microtração.....	121
TABELA 9: Grupo G3 / bloco 3 – Comportamento sob microtração.....	122
TABELA 10: Grupo G4 / bloco 1 – Comportamento sob microtração.....	123
TABELA 11: Grupo G4 / bloco 2 – Comportamento sob microtração.....	124
TABELA 12: Grupo G4 / bloco 3 – Comportamento sob microtração.....	124
TABELA 13: Grupo G5 / bloco 1 – Comportamento sob microtração.....	125
TABELA 14: Grupo G5 / bloco 2 – Comportamento sob microtração.....	126
TABELA 15: Grupo G5 / bloco 3 – Comportamento sob microtração.....	127
TABELA 16: Grupo G6 / bloco 1 – Comportamento sob microtração.....	128
TABELA 17: Grupo G6 / bloco 2 – Comportamento sob microtração.....	129
TABELA 18: Grupo G6 / bloco 3 – Comportamento sob microtração.....	130
TABELA 19: Cálculo amostral – Teste de Grubbs.....	131
TABELA 20: Classificação dos dados em ordem crescente.....	132
TABELA 21: <i>One way</i> ANOVA test.....	135

LISTA DE QUADROS

QUADRO 1: Material utilizado para confecção e cimentação dos espécimes.....	72
QUADRO 2: Análise das comparações dos valores de Tensão de Ruptura entre os grupos.....	87

LISTA DE GRÁFICOS

GRÁFICO 1: Comportamento por microtração - Valores médios (MPa) por Grupo.....	87
---	-----------

LISTA DE ABREVIATURAS

A	- Asperização com Ponta Adiamantada
AEF	- Análise de Elementos Finitos
AF	- Ácido Fosfórico
BFA	- Bifluoreto de Amônio
BSI	- (Back Scattered Electron Imaging) Imagem por Elétrons Retro- espalhados
CAD/CAM	- (Computer-Aided Design – Computer-Aided Manufacturing) Desenhado por Computador – Confeccionado com Auxílio de um Computador
CBA	- Clapearl Bonding Agent [®]
CE	- Cerâmica
CETEC	- Fundação Centro Tecnológico de Minas Gerais
CLB	- Clearfil Liner Bond [®]
CLP	- Clapearl D
CP	- Corpo(s)-de-Prova
CPB	- Clearfil Porcelain Bond [®]
CR	- Cimento Resinoso
DCA	- (Dynamic Contact Angle) Ângulo de Contato Dinâmico
EDS	- (Energy Dispersive Spectroscopy) Espectroscopia de Energia de Superfície
EEUFMG	- Escola de Engenharia da Universidade Federal de Minas Gerais
EP	- Etch&Prime [®]
FFA	- Flúor Fosfato Acidulado
FOUFMG	- Faculdade de odontologia da Universidade Federal de Minas Gerais
FS	- Fusion [®]
HF	- Ácido Fluorídrico
ISO/TR	- International Standards for Organization / Technical Report
JOA	- Jato de Óxido de Alumínio
kgf	- Kilograma Força
kgf/cm ²	- Kilograma Força por Centímetro Quadrado
kN	- Kilonewton
kV	- Kilovolts
lb/pol ²	- Libras por Polegada ao Quadrado

MEV	- Microscopia Eletrônica de Varredura
MPa	- Mega Pascal
MPS	- γ -metacriloxipropiltrimetoxissilano
mW/cm ²	- Miliwatts por Centímetro Quadrado
μ m	- Micrometro(s)
nm	- Nanometro(s)
PB	- Porcelain Bond [®]
PBA	- Porcelain Bond Activator [®]
PFC	- Panavia Fluoro Cement [®]
PR	- Porcelain Repair Bonding System [®]
P21	- Panavia [®] 21
RC	- Resina Composta
S	- Silano
SB	- Single Bond [®]
SBMP	- Scotchbond Multi Purpose [®]
SiC	- Carbetto de Silício
SP	- Scotchprime [®]
ST	- Sem Tratamento
VCDC	- Vita Cerec Duo Cement [®]
VTC	- Viniltriclorossilano
WDS	- (Wavelength Dispersive Spectroscopy) Dispersão de Comprimento de Onda
XDR	- (X-Ray Diffraction) Difração de Raios-X
®	- Marca Registrada
™	- Trade Mark (Marca Registrada)

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	18
2	REVISÃO DA LITERATURA.....	24
2.1	Cerâmicas odontológicas – aspectos gerais e tratamento de superfície.....	24
2.2	Agente de união silano.....	35
2.3	Cimentos resinosos – aspectos gerais e cimentação.....	44
2.4	Ensaio mecânicos convencionais – questionamentos.....	48
2.5	Ensaio de Microtração.....	55
3	OBJETIVOS.....	70
4	MATERIAL E MÉTODOS.....	71
4.1	Material.....	71
4.2	Confecção dos blocos cerâmicos.....	73
4.3	Confecção dos blocos de resina composta.....	74
4.4	Determinação dos grupos de estudo.....	74
4.5	MEV representativa da cerâmica	75
4.6	Cimentação da cerâmica à resina composta	75
4.7	Preparação dos corpos-de-prova.....	77
4.8	Ensaio mecânico de microtração	78
4.8.1	Elaboração do dispositivo para microtração.....	78
4.8.2	Determinação das dimensões do CP e fixação no dispositivo de ensaio.....	81
4.9	Análise do padrão de fratura.....	84
5	RESULTADOS.....	85
6	DISCUSSÃO.....	99
7	CONCLUSÕES.....	112
	REFERÊNCIAS	113
	ANEXOS.....	118

1 INTRODUÇÃO

A demanda atual por restaurações que reproduzam com naturalidade a função, a textura, a cor e a forma da estrutura dentária perdida tem sido cada vez maior, tanto por parte dos profissionais quanto dos pacientes.

Historicamente, o interesse pela estética das restaurações intra e extra coronárias data de 1856, com cerâmicas pré-fabricadas e seladas com ouro coesivo. Até a década de 60, para a confecção de restaurações indiretas estéticas, as alternativas eram as coroas de resina acrílica, as veneers e as metalo-cerâmicas. As primeiras apresentavam um bom resultado estético inicial, que se perdia com pouco tempo devido à porosidade, baixa estabilidade de cor e pela baixa resistência mecânica. As coroas veneer apresentavam melhores propriedades mecânicas, mas com maiores limitações estéticas. As metalo-cerâmicas levaram a resultados estéticos mais aceitáveis, considerando-se a perda da naturalidade devido à necessidade de se opacificar o coping metálico e ao alto brilho da restauração final (JONES, 1988).

Em busca de melhores resultados estéticos, tentou-se produzir coroas de cerâmica pura a partir das cerâmicas feldspáticas convencionais, mas os índices de falha destas foram muito altos por sua friabilidade e baixa resistência à flexão. A primeira alteração significativa das propriedades mecânicas das cerâmicas odontológicas ocorreu em 1965, quando McLEAN e HUGHES propuseram seu reforço através do aumento do conteúdo de Óxido de Alumínio. Atingiram-se assim valores de resistência à flexão que indicavam seu uso clínico sem uma subestrutura metálica.

A ausência de um material de cimentação satisfatório era um sério obstáculo ao sucesso clínico dessas restaurações totalmente cerâmicas. A fixação com cimento Fosfato de Zinco ou com cimento de polialcenoato de vidro, devido à desadaptação marginal inerente à contração da cerâmica durante o processo de cocção, gerava uma espessura da película de cimento de até 200 μ m, bem maior que a obtida em restaurações metálicas. O resultado era uma linha de cimentação com propriedades mecânicas insatisfatórias e mais susceptível a solubilidade nos fluidos orais. A utilização da cimentação adesiva para esses trabalhos pressupunha

a obtenção de um corpo único final formado entre a restauração e a estrutura dentária remanescente, o que permitiria uma melhor distribuição das cargas durante a mastigação, diminuindo o risco de fratura da restauração (BLATZ et al., 2003). O cimento resinoso poderia apresentar uma espessura de película maior sem aumento da solubilidade ou perda significativa de propriedades mecânicas (BRAGA et al., 1999).

A filosofia da cimentação adesiva considera duas interfaces com as quais o Cirurgião-Dentista lida no momento da fixação das restaurações cerâmicas. A primeira é a interface estrutura dentária / adesivo / cimento resinoso. A segunda, entre cimento resinoso / adesivo / restauração cerâmica. Em relação à primeira interface, têm sido observadas grandes variações nos valores de resistência adesiva entre o esmalte e a dentina, e, principalmente, nas diferentes áreas da dentina de um mesmo dente, dependendo da profundidade, da presença de dentina reacional ou reparadora e do grau de atividade de cárie, entre outros fatores. Além disso, cada tipo de sistema adesivo trata a *smear layer* de maneira diferente, podendo ou não removê-la durante o processo de hibridização dos tecidos dentários, determinando diferentes padrões de união. Apesar das questões abordadas, seguindo-se o protocolo pré-determinado para cada sistema adesivo, a utilização destes sobre a estrutura dentária para a união de materiais resinosos já está bem descrita na literatura (TAO & PASHLEY, 1989; SANO et al., 1994; NAKABAYASHI & PASHLEY, 2000).

Um dos problemas da cimentação adesiva estaria na outra interface, na união entre cimento resinoso / adesivo / superfície interna da restauração cerâmica. A indicação de um tratamento superficial do substrato cerâmico estaria condicionada à sua composição química e estrutural. Além disso, não está bem estabelecido o real papel da silanização da superfície tratada, assim como a necessidade de aplicação de um sistema adesivo previamente à utilização do cimento resinoso (CARNEIRO JR. et al., 1999; KAMADA et al., 2001; DELLA BONA & ANUSAVICE, 2002; DELLA BONA et al., 2003; BLATZ et al., 2003).

Diversos tipos de tratamento da superfície interna das restaurações cerâmicas têm sido propostos na literatura, sempre de acordo com sua composição química e microestrutura, visando produzir retenções micromecânicas que auxiliem no processo de adesão. A utilização do jato de Óxido de Alumínio com partículas entre 50 e 110µm tem se mostrado eficaz em promover essas microretenções em

todas as cerâmicas à base de sílica, inclusive as reforçadas por Leucita ou Dissilicato de Lítio, e em menor intensidade sobre as reforçadas por Alumina ou Zircônia, assim como as densamente sinterizadas. Entretanto, seu emprego pode levar a perdas estruturais nas margens da restauração, comprometendo a adaptação final. O condicionamento com ácidos também tem sido proposto, sendo que o Ácido Fluorídrico tem se mostrado efetivo sobre os grupos de cerâmica passíveis de jateamento, excetuando-se as reforçadas por Alumina ou Zircônia e as altamente sinterizadas. O Bifluoreto de Amônia e o Flúor Fosfato Acidulado são capazes de promover o condicionamento daquelas cerâmicas, porém em padrões menos acentuados que o observado quando se utiliza o Ácido Fluorídrico (DELLA BONA & VAN NOORT, 1998; PACHECO et al., 1999; BLATZ et al., 2003).

Em Odontologia, o Silano é utilizado como o agente responsável pela união entre as fases orgânica e inorgânica das resinas compostas. Por essas características, tem sido proposta sua utilização para otimizar os resultados clínicos na cimentação de restaurações indiretas de resina e de cerâmica, assim como em reparos quando ocorrem fraturas desses trabalhos na cavidade oral. A aplicação do Silano sobre a superfície da cerâmica, previamente tratada ou não, tem o objetivo de melhorar a união entre esta e o cimento resinoso. Sua atuação seria tanto física, por aumentar o molhamento da superfície da cerâmica tornando-a mais receptiva ao adesivo, quanto química, unindo-a ao cimento à semelhança da união entre a partícula inorgânica e a matriz orgânica quando da fabricação das resinas compostas (ROULET et al., 1995).

O processo de silanização representa um passo clínico importante na cimentação das restaurações adesivas. A técnica de tratamento da superfície interna da restauração executada pelo clínico consome um tempo considerável da consulta para a cimentação da prótese. A efetividade do agente Silano pode variar de acordo com a marca comercial e com a forma e o tempo de armazenagem do produto, devido à sua instabilidade química. A longevidade da restauração ficará na dependência da estabilidade da união entre o material indireto, o cimento resinoso e a estrutura dentária no meio bucal. Desta forma, deve estar claro o papel da silanização e sua real necessidade em função da composição e microestrutura da cerâmica, do sistema adesivo e do cimento resinoso selecionados.

Buscou-se determinar a efetividade da silanização da superfície da cerâmica abrasionada ou condicionada por ácidos. O jateamento com partículas de Óxido de

Alumínio por um período inadequado poderia comprometer a integridade marginal da restauração. Em contrapartida, o Ácido Fluorídrico, que tem se mostrado mais eficiente em um período de utilização de aproximadamente um minuto, é uma substância altamente nociva, cujo uso deveria ser evitado clinicamente. A possibilidade de o Silano substituir qualquer tratamento prévio também tem sido proposta (ROULET et al., 1995; HOOSHMAND et al., 2002; DELLA BONA et al., 2003).

Os avanços na química dos polímeros têm permitido o desenvolvimento de uma nova geração de líquidos multicomponentes para tratamento superficial de cerâmicas que as une ao cimento resinoso ou à resina composta: primers cerâmicos, primer cerâmico autocondicionante dentinário associado a um agente de união Silano e agentes adesivos dentinários combinados com um agente de união Silano. Consistem de 2 ou 3 solventes ou de um monômero ácido para catalisar a reação de união. O solvente geralmente é a água ou uma substância orgânica, como o etanol, podendo conter monômero hidrofílico (HEMA). A durabilidade da união entre a resina e a cerâmica é de crucial importância para a longevidade das restaurações cerâmicas, mas pode ser comprometida se a adesão for susceptível à degradação hidrolítica. Esta tem sido avaliada por termociclagem ou armazenamento em água. Entretanto, a termociclagem induziria à expansão térmica dos substratos causando estresse na interface adesiva, enquanto o armazenamento em água avalia a resistência da união adesiva à degradação hidrolítica (FOXTON et al., 2002).

Devido à natureza química do agente de união Silano, com a presença de solventes à base de álcool, a forma como a evaporação ocorre após sua aplicação na superfície da cerâmica poderia gerar diferentes resultados da resistência de união. Após a secagem, não se observa uma monocamada de Silano, mas uma interface com três diferentes estruturas: uma camada mais externa de oligômeros pequenos que são adsorvidos ao vidro, passível de ser removida por solventes orgânicos ou por água à temperatura ambiente. Uma segunda região consistiria de oligômeros similares ligados por pontes siloxanas hidrolisáveis por água quente. Na região mais próxima da superfície do vidro as ligações cruzadas são mais frequentes e uniformes, formando uma rede tridimensional regular, hidroliticamente mais estável. Apenas esta última camada seria necessária para melhorar a adesão. A remoção da camada mais externa do filme de Silano poderia favorecer a adesão,

deixando-se apenas a camada mais estável adsorvida quimicamente à superfície da cerâmica (HOOSHMAND et al., 2002).

Entretanto, a efetividade da união entre a cerâmica e o cimento resinoso não deveria ser inferida apenas pela comparação entre os valores de resistência de união obtidos nos ensaios mecânicos. Considera-se de grande importância a análise da natureza da fratura, uma vez que um alto índice de fraturas coesivas no substrato cerâmico ou no cimento resinoso não seria indicativo de que a resistência adesiva superou a resistência coesiva do material, mas sim que a metodologia aplicada pode não ter sido adequada. Tal questionamento surgiu ao se analisarem os ensaios de cisalhamento convencionais, que culminam por induzir à fratura do substrato por tensões de corte, e não de deslizamento (VAN NOORT et al., 1989; DELLA BONA & VAN NOORT, 1995; VERSLUIS et al., 1997). Desta forma, optou-se, no presente estudo, pela realização de um ensaio sob força de tração, que tem se mostrado mais apropriado para avaliar a união na interface adesiva devido à maior uniformidade do estresse induzido. Além disso, a integridade da zona de fratura ao final do ensaio de tração permite uma adequada análise da natureza da mesma, se adesiva, coesiva ou complexa. As avaliações mais recentes têm apontado o ensaio de microtração como uma alternativa para a avaliação de valores mais próximos da resistência de união efetiva, uma vez que os corpos-de-prova apresentam área adesiva muito reduzida, com menos defeitos intrínsecos e maior probabilidade de se incidir uma força perpendicular a essa superfície (PASHLEY et al., 1999; DELLA BONA et al., 2000; LOPES et al., 2003; FOXTON et al., 2002; SADEK et al., 2004).

O ensaio de microtração remete a uma relação inversa entre a resistência adesiva e o tamanho da área a ser estudada. Uma área reduzida permite a distribuição mais uniforme do estresse ao longo da superfície aderida, possibilitando a análise com uma maior aproximação da resistência adesiva real (SANO et al., 1994; PASHLEY et al., 1999). Entretanto, EL ZOHAIRY et al. (2004) questionaram os valores obtidos através dos ensaios de microtração utilizando um modelo de análise de elementos finitos. Apesar de nominalmente mais elevados, os resultados desconsideram que o esforço não seria de tração pura, uma vez que os corpos-de-prova são fixados pela sua porção lateral, e não em seu longo eixo.

Diante do exposto, o presente trabalho tem como propósito avaliar a relação entre diferentes padrões de evaporação do agente de união Silano, aplicado sobre a superfície de uma cerâmica reforçada por Dissilicato de Lítio, e a resistência de

união, por microtração, entre esta e um cimento resinoso quimicamente ativado, utilizando-se um sistema adesivo de ativação química. Realizou-se a caracterização da cerâmica por microscopia eletrônica de varredura após a evaporação do Silano sob os diferentes padrões propostos, além da análise do padrão de fratura após o ensaio mecânico sob microscopia óptica. Para o ensaio de microtração, foi desenvolvido um dispositivo que permitiu a fixação dos corpos-de-prova pelas extremidades de tal forma que preferencialmente forças de tração incidissem sobre seu longo eixo durante o ensaio.

2 REVISÃO DA LITERATURA

Para uma melhor organização das informações obtidas na consulta à literatura, este tópico está subdividido nos seguintes itens:

2.1 Cerâmicas odontológicas – aspectos gerais e tratamento de superfície

2.2 Agente de união Silano

2.3 Cimentos resinosos – aspectos gerais e cimentação

2.4 Ensaios mecânicos convencionais – questionamentos

2.5 Ensaio de Microtração

2.1 Cerâmicas odontológicas – aspectos gerais e tratamento de superfície

Desde sua introdução a partir de 1980, as cerâmicas condicionadas por ácidos alcançaram grande aceitação junto aos profissionais Cirurgiões-Dentistas e aos pacientes por suas qualidades estéticas e compatibilidade periodontal. O condicionamento da superfície cerâmica criava microporosidades que promoviam a retenção mecânica do adesivo. A aplicação de um agente de união Silano poderia aumentar ainda mais essa resistência de união. O condicionamento efetivo da superfície interna era, então, considerado essencial para o sucesso das restaurações cerâmicas. Diversos agentes condicionadores foram propostos para este fim, sendo o mais comum a solução de Ácido Fluorídrico (HF) a 10%. Entretanto, esta era considerada nociva à saúde e requeria um ambiente de trabalho muito ventilado. Os produtos propostos para substituir o HF eram igualmente perigosos para manipulação em consultório, o que levou AL EDRIS et al. (1990) a avaliarem o padrão de condicionamento de 3 agentes condicionadores (Super Etch[®], Mirage – Ácidos Nítrico, Clorídrico e Fluorídrico, por 90s; Stripit[®], National Keystone – Ácidos Fluorídrico e Sulfúrico, por 2min; Flúor Fosfato Acidulado gel[®] – FFA – Oral B Labs – Fluoreto de Sódio, Ácido Fluorídrico e Fosfórico, por 10min) sobre 3 cerâmicas odontológicas (Mirage[®], Mirage; Vita VMK[®], H. Rauter GmbH; Ceramco II[®], Johnson & Johnson), sob microscopia eletrônica de varredura (MEV, 2000x). Foram confeccionados doze espécimes de cada cerâmica (12 x 12 x 1mm), sendo que seis foram deixados com o glaze final e seis foram abrasionados com jato de Óxido de Alumínio (JOA), removendo-se o glaze. Observaram-se lacunas e canais entre 0,5 a 12 μ m, que pareceram maiores e mais profundos na Ceramco que na Vita

e mais numerosos que na Mirage. As combinações ácidas presentes em Strip[®] e Super Etch[®] resultaram em um padrão de condicionamento semelhante, porém mais pronunciado e agressivo com o primeiro. O FFA produziu menos alterações morfológicas na superfície das cerâmicas, que se apresentaram menos retentivas. O condicionamento da cerâmica glazeada resultou em um padrão menos proeminente de rugosidade, com muitas porções intactas nas superfícies.

ROULET et al. (1995) levantaram a hipótese de que os vários tipos de tratamento de superfície poderiam afetar a resistência de união na interface cerâmica / compósito em *inlays* cerâmicas de maneira diferente. A influência da composição do material, o método para promover rugosidade de superfície, o tratamento com Silano, a silanização associada ao aquecimento e as condições de armazenagem sobre a resistência de união foram investigados neste estudo. Três cerâmicas foram utilizadas: A) Dicor[®] (Dentsply); B) Mirage[®] (Mirage); C) Vitablock[®] (Vita Zahnfabrik) e três métodos de tratamento de superfície: 1) abrasão com lixa de Carbetto de Silício grana 600; 2) JOA com partículas de 50µm; 3) condicionamento com Bifluoreto de Amônia (BFA) gel a 10% para o grupo A; ou condicionamento com Ácido Fluorídrico (HF) gel a 10% para os grupos B e C; três grupos de Silano (soluções à base de etanol manipuladas imediatamente antes do uso): a) 2,5vol% γ -metacriloxipropiltrimetoxisilano (MPS); b) 2,5vol% MPS + 0,5vol% N,N dimetilparatoluidina; c) 2,5vol% viniltriclorosilano (VTC). Os espécimes foram então silanizados e secos: 1) em temperatura ambiente por 60s; 2) por jato de ar quente (Heat Gun) a $100 \pm 5^\circ\text{C}$ por 60s e resfriados até a temperatura ambiente antes da aplicação da resina fluida fotoativada (Experimental Enamel Bond, Dentsply). Amostras de cerâmica de diâmetro menor foram fixadas às maiores, utilizando-se cimento resinoso de dupla ativação (Dual Cement[®], Vivadent). Todos os 540 espécimes foram armazenados secos por 24 horas em temperatura ambiente. Cinco dos dez espécimes por grupo foram então submetidos ao ensaio de cisalhamento, sendo os remanescentes colocados em uma vasilha plástica com água, onde ficaram por 12 meses a 37°C . O condicionamento ácido foi o procedimento mais efetivo na promoção de uma integridade adesiva retentiva e eficiente, não se alterando em função do armazenamento em água. Os menores valores foram observados para as amostras asperizadas, sendo que estas e as jateadas tiveram sua resistência diminuída em 75% e 50%, respectivamente, após armazenamento em água. O efeito da textura superficial na resistência à fratura sugeriu que a

retenção mecânica obtida pela infiltração da resina nas cavidades superficiais microscópicas era o fator chave no procedimento de adesão dos materiais cerâmicos. Quanto ao agente Silano, o VTC foi associado aos maiores valores de resistência de união. A adição do N,N-paratoluidina ao MPS reduziu a resistência adesiva, sugerindo que esta molécula competiria com o MPS quando reage com os grupos Silanol na superfície da cerâmica. O tratamento térmico a 100°C por 60 segundos na superfície tratada com MPS dobrou a resistência de união ao cisalhamento, o que poderia ser atribuído à eliminação de água e outros contaminantes, possibilitando a formação de uma ligação covalente Silano-sílica. Essa evaporação também aumentou o número de sítios de união disponíveis para reagir com o Silano. O MPS modificado e o VTC não apresentaram variação sob aplicação do calor, sendo que o VTC teve o melhor resultado quando seco à temperatura ambiente.

A crescente indicação e utilização de restaurações cerâmicas estéticas foi possível, segundo KATO et al. (1996), devido às melhorias alcançadas em suas propriedades mecânicas e nos sistemas de união. A adesão dessas restaurações à estrutura dentária preparada seria baseada num sistema mecânico-químico, através do preparo da cerâmica por JOA, ponta adiamantada ou condicionamento ácido e a aplicação de um agente de união Silano. Devido às limitações das avaliações de longo prazo, investigou-se a resistência de união por cisalhamento entre uma cerâmica feldspática (G-Cera Cosmotec II[®] Porcelain) a seis cimentos e cinco sistemas adesivos em função da termociclagem. Os discos de cerâmica receberam acabamento com lixa (grana 600) e JOA (50µm) seguido da aplicação do sistema adesivo/cimento por grupo, aos pares: 1) Clearfil Porcelain Bond[®] + Panavia[®] 21 autoativado; 2) Clearfil Porcelain Bond[®] + Panavia[®] EX autoativado; 3) G-Cera Cosmotec II Primer[®]/G-Cera Cosmotec II Composite[®] dual; 4) Imperva Porcelain[®] Primer/Imperva[®] Dual; 5) Porcelain Liner M[®]/Super Bond C&B[®] autoativado; 6) Tokuso Ceramic[®] Primer + Bistite Resin Cement[®] dual. Após 24h de armazenamento em água a 37°C, metade dos espécimes de cada grupo foi submetida ao cisalhamento enquanto a outra metade passou por termociclagem (4°C e 60°C por 20.000 ciclos de 1min) previamente ao ensaio mecânico. Os valores de resistência foram estatisticamente maiores antes da termociclagem para as combinações avaliadas, exceto para os grupos 5 e 6, este último apresentando valores semelhantes antes e após a termociclagem. O melhor desempenho destes

após termociclagem foi atribuído à presença de um monômero carboxílico no processo de ativação do Silano, que teria conferido maior estabilidade à união. A grande diferença observada nos valores após a termociclagem entre os grupos 1 e 2 sugeriu que o desempenho do sistema adesivo pode ser afetado pelo tipo de agente cimentante utilizado.

O efeito da hidratação na resistência de união ao cisalhamento de uma resina composta (RC) aderida à cerâmica foi avaliado em um estudo *in vitro* realizado por EIKENBERG & SHURTLEFF, em 1996. Foram confeccionados 120 discos de porcelana glazeada (Excelco[®], Deerfield Beach, FL) que tiveram uma superfície abrasionada com ponta adiamantada e tratada segundo as instruções do fabricante de cada sistema de reparo de porcelana: Fusion[®] – FS (George A. Taub Products and Fusion Co), Scotchprime[®] - SP (3M) e Command Ultrafine Porcelain Repair Primer[®] - CUPRP (Kerr). O agente de união Prisma Universal Bond 3[®] (L. D. Caulk) foi aplicado na superfície da porcelana e fotoativado por 40 segundos seguido de incrementos da RC (Prisma APH[®]) numa matriz de 7mm de diâmetro e 2mm de profundidade. Não foi realizado nenhum tipo de polimento. Dos 40 espécimes de cada grupo, 20 foram armazenados em solução salina a 37°C por 7 meses e 20 sob umidade ambiente a 37°C por 7 meses. Todos foram então submetidos a termociclagem (500 ciclos de 5 a 50°C). Mediram-se os valores no momento do rompimento dos corpos-de-prova (CP), que foram então analisados em um microscópio óptico para avaliar o tipo de fratura (coesiva na RC, coesiva na porcelana, adesiva na interface, ou combinada). Em todos os grupos armazenados em solução salina os valores de resistência de união foram significativamente menores do que nos grupos sob umidade ambiente, sendo que para o FS a redução foi de 75%, para o SP 63,5% e para CUPRP 30,3%. O efeito adicional da imersão por sete meses em solução salina indicou que a termociclagem apenas poderia não ser um método adequado para avaliar a resistência de união ao cisalhamento a longo prazo de materiais de reparo em porcelana.

A descoberta de que o condicionamento ácido poderia criar retenções micromecânicas na maioria das cerâmicas odontológicas levou ao desenvolvimento de novas restaurações de cerâmica cimentadas adesivamente, além de possibilitar o reparo intra-oral de restaurações cerâmicas fraturadas após a cimentação, visto que este provê melhor custo benefício com resultados clinicamente aceitáveis. DELLA BONA & VAN NOORT (1998) avaliaram, através de microscopia eletrônica de

varredura (MEV) a ação do Ácido Fluorídrico (HF) e do Flúor Fosfato Acidulado (FFA) na superfície de uma cerâmica feldspática à base de Leucita. Utilizou-se o sistema cerâmico Vita VMK68[®] para a confecção de 16 discos cilíndricos que foram embutidos em resina epóxica e polidos com borrachas adiamantadas, cujas superfícies, em duplicata, receberam um dos seguintes tratamentos: 1) HF 9,6% 10s; 2) HF 9,6% 2min (recomendação do fabricante); 3) FFA 4% 1min; 4) FFA 4% 2min (recomendação do fabricante); 5) limpeza ultra-sônica, jateamento (Micro Etcher[®]) + HF 2min; 6) jateamento (Micro Etcher[®]) + FFA 2min; 7) asperização com ponta adiamantada (A) + HF 2min; 8) A + FFA 2min. Todos os espécimes foram limpos em ultra-som com água destilada; as superfícies tratadas foram examinadas por MEV. O efeito do HF por 10 segundos mostrou maior reação com a fase cristalina do que com a matriz, sendo a presença de retenção micromecânica maior após a aplicação de HF por 2 minutos na cerâmica polida, com remoção da Leucita e dissolução da matriz vítrea. A superfície abrasionada com ponta adiamantada antes do HF apresentou muitas fissuras. A aplicação do FFA sobre a superfície polida produziu múltiplos depósitos e aglomerados, sugerindo sua reação com os defeitos da cerâmica e exposição dos cristais de Leucita, com pequeno efeito sobre a matriz vítrea. Observaram-se microfraturas ao redor da Leucita na matriz vítrea, provavelmente por causa da contração associada à transformação da forma cúbica da Leucita para a tetragonal. A asperização ou o jateamento geraram uma topografia similar. O uso do HF por 2 minutos produziu um padrão retentivo, com maior perda de estrutura. O condicionamento com FFA mostrou uma combinação de dissolução da superfície e precipitação (deposição sobre os cristais de Leucita ou dissolução da matriz vítrea com maior exposição dos cristais de Leucita). Demonstraram que os ácidos avaliados reagiram de forma muito distinta com a superfície da cerâmica feldspática à base de Leucita: o HF 9,6% produziu retenções micromecânicas por dissolução independentemente do tratamento superficial prévio e o FFA 4% aumentou a rugosidade superficial, de forma superposta ao tratamento prévio.

CARNEIRO JUNIOR et al. (1999) realizaram uma avaliação *in vitro* da resistência de união por tração de uma resina composta (RC) à porcelana feldspática submetida a diferentes tratamentos de superfície. Foram confeccionadas 90 amostras de porcelana que, após regularização com lixa de granulação 220, foram divididas em 9 grupos: 1) controle; 2) asperização com ponta adiamantada (A) 3) A + Ácido Fosfórico 35% 15s – AF; 4) A + HF (10%) 1min; 5) A + HF 4min;

6) JOA 50 μ m, 5s –; 7) JOA + AF; 8) JOA + HF 1min; 9) JOA + HF 4min. Todas as amostras foram limpas com Tergentol[®] (Inodon) e receberam o agente de ligação Silano (Scotchprime[®], 3M) e o adesivo SBMP Plus[®] (3M) previamente à união à RC Z100[®] (3M). Os CP foram armazenados em estufa a 37°C por 7 dias e submetidos a 600 ciclos térmicos de 1min entre 5 e 55°C. O grupo 1 apresentou os menores valores de resistência à tração (6,36MPa); os grupos 6 e 8 apresentaram valores estatisticamente maiores (19,46 e 20,63MPa, respectivamente) que os do grupo 2 (12,42MPa), mas não superiores aos dos grupos 3, 4, 5, 7 e 9 (entre 16,0 e 18,4MPa). A utilização da lixa anteriormente ao tratamento da superfície foi importante para remover o glaze e regularizar a superfície da porcelana. Concluiu-se que todos os tratamentos empregados promoveram alguma melhora nos valores de resistência de união da RC à porcelana; o uso do JOA ofereceu maior resistência que a asperização com ponta adiamantada; não houve diferença estatisticamente significativa entre o condicionamento com Ácido Fluorídrico ou Fosfórico, provavelmente devido à asperização prévia das amostras, assim como entre os tempos de 1 e 4 minutos para o HF, informação importante dada a periculosidade do uso clínico do mesmo.

As técnicas adesivas têm sido empregadas na cimentação de restaurações cerâmicas buscando-se aumentar a durabilidade e longevidade clínica de trabalhos que se apresentam como soluções estéticas bastante aceitáveis. O tipo de tratamento ideal para cada cerâmica depende da sua estrutura, da possibilidade de ser condicionada por ácidos que geram retenções micromecânicas e da afinidade por agentes de união que aumentam sua reatividade aos polímeros. Os resultados dos estudos mecânicos sobre adesão variam de acordo com o material avaliado e com o método utilizado, dificultando as comparações entre ensaios diferentes. A perfilometria táctil tridimensional poderia ser utilizada como um método não destrutivo para avaliar o efeito do HF sobre a superfície cerâmica. Uma avaliação do efeito das modificações de superfície por HF e um agente Silano sobre a resistência de união de duas cerâmicas feldspáticas (GC ceramic[®], GC; PVS ceramic[®], SS White) à resina sem carga Super-Bond[®] (Sun Medical) foi realizado por JARDEL et al. em 1999. Oitenta discos de cada cerâmica foram sinterizados sobre uma haste de Níquel-Cromo, adequada para adaptação à máquina de tração. Formaram-se 4 grupos de cada cerâmica, segundo o tratamento da superfície: controle - C (nenhum tratamento); HF (10%, 5min); Silano – S (Silicoup[®], Hearaeus Kulzer); HF + S. Todas

as amostras receberam a aplicação da resina sem carga sendo posicionadas aos pares garantindo-se seu alinhamento uniaxial. Os CP foram armazenados a 37°C por uma hora. Os valores médios de resistência de união em Mega Pascal (MPa) para GC foram maiores (C \pm 8,3; HF \pm 11,6; S \pm 19,6; HF + S \pm 21,7) que para PVS (C \pm 6,2; HF \pm 11,2; S \pm 12,4; HF + S \pm 14,6). Para GC o condicionamento foi menos eficiente que a silanização, enquanto para PVS ambos foram estatisticamente semelhantes. A caracterização topográfica mostrou que o condicionamento com HF foi mais efetivo em aumentar a rugosidade na cerâmica PVS (68%) que em GC (40%), justificado pelo maior conteúdo vítreo da primeira cerâmica. Esta investigação demonstrou que o HF é insuficiente como tratamento superficial para a adesão das cerâmicas avaliadas. A aplicação do Silano apenas foi mais eficiente que o HF por aumentar a molhabilidade e contribuir para a adesão química, particularmente para GC; associada ao condicionamento mostrou os melhores valores médios de resistência para as duas cerâmicas avaliadas. A silanização é um procedimento simples na prática clínica e mostrou-se mais efetivo que o condicionamento. Apesar da combinação de ambos os procedimentos ter alcançado os melhores resultados, salientou-se para os cuidados que devem ser tomados durante o uso clínico do Ácido Fluorídrico.

O sucesso clínico do reparo de uma restauração de cerâmica dependeria do selamento marginal e da resistência de união entre o material restaurador e a cerâmica remanescente. PACHECO et al. (1999) avaliaram a influência do condicionamento com HF a 10% e da aplicação do Silano na superfície de uma cerâmica feldspática sobre a resistência ao cisalhamento utilizando três sistemas adesivos. Foram confeccionados 100 discos de Duceram N[®], cujas superfícies foram planificadas com lixas abrasivas números 120, 220, 320 e 400, seguida por abrasão com ponta adiantada. As amostras foram divididas em cinco grupos, conforme o sistema adesivo utilizado, sendo que em cada grupo 10 amostras foram silanizadas segundo as recomendações do fabricante e dez receberam apenas o adesivo após o condicionamento com ácido: 1) Porcelain Etch Gel[®] 2min + Silano (1 aplicação) + Resina Bond (Multi Bond Alpha[®]); 2) Scotchbond Etchant[®] 15s + Scotchprimer Ceramic Primer[®] (3 aplicações) + Scotchbond Adhesive[®]; 3) Fluor Etchant 4min + Porcelain Repair Primer[®] (1 aplicação) + Optibond Adhesive[®] + Herculite XRV[®]; 4) Fluor Etchant[®] 4min + Silano (1 aplicação) + Resina Bond 1[®]; 5) Fluor Etchant[®] 4min + Scotchprimer Ceramic Primer[®] (3 aplicações) + Scotchbond Adhesive[®]. Um

bloco da RC Z100[®] (3M) foi construído com o auxílio de uma matriz metálica de 4mm de diâmetro acoplada à área de adesão da porcelana. Os CP foram armazenados a 37°C por 24h e então submetidos ao cisalhamento. Somente o agente Silano do sistema Multi Bond Alpha[®] não aumentou significativamente a resistência de união porcelana / resina composta. Os grupos 3 e 5 apresentaram os maiores valores de resistência de união (10,08MPa e 9,99MPa). A diferença dos resultados entre os grupos 2 e 5 (6,94MPa e 9,99MPa) deveu-se à modificação do condicionador, do ácido maléico do sistema Scotchbond Multi Uso para o Ácido Fluorídrico a 10%. A ocorrência de 17 fraturas coesivas independentemente da aplicação do Silano pôde ser atribuída à utilização do Ácido Fluorídrico a 9,6% (Porcelain Etch Gel[®]) por 2 minutos, que promoveu um aspecto alveolar uniforme na superfície da cerâmica, tornando-a micro-retentiva. No grupo 4, as fraturas foram coesivas na porcelana com ausência de falhas adesivas na união: o aspecto superficial sob MEV foi bastante irregular com poros extensos e profundos, semelhante ao do grupo 1, que não apresentou diferenças entre amostras silanizadas ou não. Os maiores valores de resistência de união da interface porcelana-resina foram obtidos com a utilização dos agentes de silanização Scotchprimer Ceramic Primer[®] e Porcelain Repair Primer[®], associados ao condicionamento com Ácido Fluorídrico a 10%. Os ácidos Porcelain Etch Gel[®] e Fluor Etchant[®] apresentaram um padrão favorável à retenção micromecânica sob microscopia óptica.

Devido à sua fragilidade intrínseca, as restaurações cerâmicas remetem a uma porcentagem bem mais elevada de fraturas quando submetidas aos esforços mastigatórios se comparadas às restaurações metálicas. Os reparos com resina composta têm sido uma alternativa clínica à substituição de todo o trabalho. Baseados nesta proposta, KELSEY et al. (2000) avaliaram *in vitro* a resistência de união por cisalhamento de três sistemas adesivos à cerâmica Ceramco[®] II em reparos com a resina Clearfil AP-X[®]. Oitenta espécimes cerâmicos cilíndricos (6 x 3mm) foram confeccionados e posteriormente jateados com Óxido de Alumínio (50µm por 10seg), enxagüados, secos e divididos em 4 grupos: 1) controle; 2) Clearfil Photo Bond[®] (K-Etchant gel + Clearfil Porcelain Bond Activator, Clearfil Photobond Catalyst e Clearfil Photobond Universal); 3) SE Bond[®] (K-Etchant gel + Clearfil Porcelain Bond Activator e SE Bond Primer); 4) Single Bond[®] (Scotchbond Etchant + Scotchbond Ceramic Primer). Cilindros de resina foram então construídos

com Clearfil AP-X, fotoativados por 7 minutos. As amostras foram colocadas em água deionizada a 37°C. Metade delas foi submetida ao cisalhamento com 24 horas, a outra metade com 30 dias, após termociclagem (1000 ciclos entre 5 e 55°C). Os valores de resistência de união foram analisados estatisticamente e o padrão de fratura classificado como coesivo na resina, coesivo na porcelana ou falha adesiva. Todos os espécimes do grupo controle e do Single Bond® apresentaram falha adesiva, assim como o Photobond com 24 horas. Os outros grupos / tempos apresentaram falhas coesivas na porcelana. Apenas o Photobond não mostrou valores de resistência diminuídos de 24 horas para 30 dias (± 17 MPa). O Single Bond® comportou-se de maneira similar ao grupo controle nos dois tempos (de 12 para 3,3MPa). SE Bond apresentou os melhores resultados iniciais (24MPa). Após 30 dias, o valor não foi estatisticamente diferente do Photobond (17,4 e 16,6MPa), mas foi maior que o Single Bond®. O grupo controle mostrou que apenas a abrasão da cerâmica não foi suficiente para produzir uma união adequada à resina composta. Como a cavidade oral está sujeita a variações de temperatura, a indicação de sistemas adesivos que permitam uma união mecânico-química resistente com a cerâmica seria desejável, como observado nos grupos 2 e 3. Os resultados apresentados pelo grupo 4 poderiam ser devidos à falta de estabilidade da adesão do Single Bond® em água.

A maior utilização clínica das restaurações em cerâmica pura levou à necessidade de se criarem sistemas de reparo intra-oral devido à ocorrência de pequenas fraturas. Preconizou-se o reparo em resina composta com o emprego de substâncias ácidas que promoveriam a união entre esta e a cerâmica fraturada, sendo que a incorporação do Silano nos sistemas de união parecia aumentar a longevidade dos reparos. O tipo de ácido, sua concentração e tempo de aplicação deveriam ser ajustados de acordo com a cerâmica utilizada. CANAY et al (2001) questionaram se o Ácido Fluorídrico (HF), em função da periculosidade de sua utilização intra-oral, não poderia ser substituído pelo Flúor Fosfato Acidulado (FFA), e se o precipitado originado do condicionamento com essas substâncias ácidas seria adequadamente removido apenas com spray de água e ar. Propôs-se uma caracterização por MEV de uma cerâmica feldspática submetida a condicionamento ácido, comparando-se o efeito da silanização e da limpeza ultra-sônica por espectroscopia de energia de superfície (EDS). Vinte e quatro discos de Ceramco® II foram planificados com lixa de Carbetto de Silício (600), limpos e armazenados em

água a 37°C por 24 horas. Três padrões de condicionamento foram determinados: 1) FFA 1,23% por 10min; 2) HF 9,5% por 1min; 3) HF 9,5% por 4min, sendo que 4 amostras de cada grupo foram lavadas com água destilada por 10 segundos, e quatro foram limpas em ultra-som por 1 minuto. Após cada processo de limpeza duas amostras foram tratadas com Silano (Scotchprime®, 3M) aplicado com microbrush e seco com ar por 10 segundos. Realizou-se então, nos 12 grupos, análise por MEV e EDS. O efeito observado após a aplicação do FFA pareceu não ser suficiente para promover retenção micromecânica efetiva em comparação com as amostras condicionadas com HF, sendo que o maior tempo de condicionamento gerou um padrão mais pronunciado e agressivo. Para todas as amostras, a limpeza ultra-sônica foi mais efetiva na remoção do precipitado cristalino que apenas a utilização da água destilada tanto nas avaliações por MEV quanto por EDS. A aplicação do Silano nas superfícies condicionadas diminuiu as reentrâncias, deixando-as com um aspecto turvo.

O condicionamento efetivo da superfície da cerâmica foi considerado um passo essencial para o sucesso clínico das restaurações de cerâmicas cimentadas adesivamente e para os procedimentos de reparo direto em cerâmicas. A análise estrutural e de superfície das cerâmicas condicionadas têm mostrado que diferentes padrões são criados de acordo com a concentração, o tempo de aplicação e o tipo de ácido. As alterações topográficas modificam a área de superfície da cerâmica e sua capacidade de molhamento, assim como a energia de superfície e o potencial de adesão da cerâmica à resina. As diferenças de composição entre as cerâmicas também produzem padrões individuais após cada tipo de condicionamento. Uma análise quantitativa microestrutural permitiria uma associação entre a constituição, as propriedades e as características estruturais dos materiais. DELLA BONA & ANUSAVICE (2002) realizaram uma análise topográfica dos padrões de retenção micromecânica que o condicionamento ácido provê à superfície da cerâmica. Avaliou-se a hipótese de que o mecanismo do condicionamento mudaria de acordo com o tipo de ácido e com a composição e microestrutura da cerâmica. Foi realizada a análise quantitativa e qualitativa da microestrutura de 15 cerâmicas odontológicas. Utilizou-se MEV, imagem por elétrons retro-espalhados (BSI), difração de raios-X (XDR), perfilometria óptica e análise espectroscópica por dispersão de comprimento de onda (WDS). Estruturalmente, os materiais apresentaram-se cristalinos, parcialmente cristalinos ou amorfos. Foram consideradas policristalinas as

cerâmicas compostas por pequenos cristais ou grãos numerosos e separados por grãos circundantes. O papel do processo de fabricação seria promover uma microestrutura com características químicas e propriedades desejáveis. O tipo de cocção determinaria o coeficiente de expansão térmica, os valores de resistência mecânica e a solubilidade química, definindo o potencial de translucidez e estética. A Leucita, mineral de alta expansão térmica, estava presente em várias cerâmicas estudadas. Observou-se certa similaridade nos padrões de microestrutura entre as cerâmicas do mesmo grupo: feldspáticas para metalo-cerâmicas, feldspáticas vítreas amorfas para próteses sem metal, reforçadas por Leucita ou reforçadas por Alumina. A cerâmica de baixa fusão apresentou uma estrutura de fase vítrea homogênea. Quanto ao padrão de condicionamento produzido pelos ácidos, o HF provocou mais poros na superfície condicionada, de forma mais evidente nas cerâmicas à base de Leucita. Observou-se um padrão de condicionamento mais proeminente com o HF. O BFA provocou maior número de lacunas onde existiam fendas superficiais, trincas ou fase circundante. O FFA pareceu induzir a deposição de grãos preferencialmente sobre os cristais de Leucita, não sendo observada nenhuma alteração sobre a cerâmica de fase única com esse tratamento. As cerâmicas para subestrutura apresentaram menores alterações superficiais devido ao alto conteúdo de Alumina, que não se mostrou passível de condicionamento por ácidos.

Restaurações de cerâmica reforçada por Dissilicato de Lítio podem ser cimentadas de forma convencional. Entretanto, quando a retenção não é adequada, a utilização de um agente cimentante adesivo é recomendável. Na tentativa de identificar o tipo de tratamento que poderia melhorar a união entre a estrutura de Dissilicato de Lítio e o agente cimentante, SPOHR et al. (2003) avaliaram o efeito de diferentes tratamentos da cerâmica de estrutura IPS Empress[®]2 (Ivoclar) sobre a resistência de união à tração entre esta e o cimento resinoso RelyX[®] (3M), com ou sem a aplicação do agente de união Silano. Cento e vinte espécimes de IPS Empress[®]2, foram obtidos segundo instruções do fabricante, desincluídos, limpos por JOA (100 µm por 3s) e enxaguados em ultra-som (20s). As amostras foram divididas aleatoriamente em seis grupos que receberam diferentes tratamentos de superfície: 1) JOA 100µm (5s, 2bar de pressão a 10mm de distância), lavadas em ultra-som por 20min e secas; 2) JOA 100µm + S (Scotchbond Ceramic Primer[®], 3M), deixada secar por 2min; 3) JOA 50µm similar ao 1; 4) JOA 50µm + S; 5) HF 10% por 20s, lavada por 1min, limpa em ultra-som por 20min e seca; 6) HF + S. Uma

camada do adesivo Single Bond[®] (3M) foi aplicada, seca com ar por 5s e fotoativada por 10s. Os discos cerâmicos foram cimentados aos pares com cimento resinoso dual (Rely X ARC[®], 3M), manipulado de acordo com as instruções do fabricante, sob força de 500gf por 1min, fotoativado por 40s. Após armazenamento em água destilada a 37°C por 24 horas, seguido por termociclagem de 500 ciclos entre 5 e 55°C, os CP foram submetidos à tração em máquina de ensaios universal Instron (1,0mm/min). As superfícies fraturadas foram avaliadas em lupa estereoscópica (20x) e classificadas como: (1) adesiva, em uma das interfaces cerâmicas; (2) coesiva, com fratura do cimento resinoso; (3) mista. As amostras silanizadas apresentaram valores médios de resistência significativamente maiores quando condicionadas com HF (25,6MPa) do que JOA 50 ou 100µm (11,8 e 8,4MPa). Na ausência do Silano, os valores observados para HF foram significativamente maiores (16,4MPa) do que para JOA 50 ou 100µm, que não apresentaram diferença estatisticamente significativa (5,4 e 3,8MPa). A maioria das falhas observadas foi mista. Os agentes de união Silano são espécies monoméricas nas quais o silicone se liga aos radicais orgânicos reativos e grupos hidrolisáveis. Os grupos orgânicos reativos tornam-se quimicamente aderidos às moléculas da resina (por exemplo o HEMA, presente no adesivo e no cimento utilizados). Os grupos monovalentes hidrolisáveis se unem quimicamente ao silicone contido na matriz vítrea e aos cristais de Dissilicato de Lítio. Além disso, os Silanos melhorariam o molhamento, o contato e a infiltração do adesivo nas rugosidades superficiais da cerâmica. Quanto mais alto o grau de hidrólise do Silano, melhor união ele proveria. Observou-se que a aplicação do Silano foi efetiva no aumento da resistência de união entre o IPS Empress[®]2 e o agente resinoso.

2.2 Agente de união Silano

A resistência e a durabilidade da união entre o cimento resinoso e a restauração cerâmica seriam diretamente influenciadas pela natureza desta união. O condicionamento com HF, apesar de efetivo, não parecia ser suficiente para garantir o sucesso clínico dos trabalhos cimentados adesivamente. A aplicação de um agente Silano na superfície cerâmica mostrava-se uma alternativa por propiciar uma união química entre os substratos. Entretanto, não estava clara a necessidade de

sobreposição do tratamento químico ao mecânico da cerâmica a ser aderida, o que levou ÖZDEN et al. (1994) a avaliarem o efeito do tratamento superficial de uma cerâmica feldspática (Ivoclar) sobre a resistência de união ao cimento resinoso – CR (Opaque[®] dual cure, Vivadent), por cisalhamento. Setenta e sete espécimes cerâmicos formaram 7 grupos que receberam: 1) S (Monobond-S[®], Ivoclar); 2) HF 36% 10min, enxaguado 30s e seco com ar; 3) asperização com ponta adiamantada – A; 4) A + HF + S; 5) A + S; 6) HF + S; 7) A + HF. Um bloco do CR foi então confeccionado e fotoativado sobre a cerâmica, ficando os CP armazenados em água destilada 37°C por 24h e posteriormente submetidos a termociclagem (100 ciclos entre 6°C e 60°C). Observou-se que a utilização de dois tratamentos mecânicos previamente à silanização (A + HF + S) gerou valores de resistência de união mais baixos que os observados quando o Silano foi aplicado sobre a cerâmica apenas asperizada, sugerindo que esta prática apenas consome maior tempo clínico. A silanização apenas foi mais efetiva que sua sobreposição ao condicionamento com HF. Observou-se que as retenções micromecânicas não foram suficientes para promover uma adesão adequada, observada apenas após a aplicação do Silano.

A maioria dos sistemas para cimentação cerâmicos consistiam de um cimento resinoso e um primer Silano, com este último apresentado em frasco único não hidrolizado, frasco único pré-hidrolizado ou em dois ou três frascos com o agente de união separado do ativador ácido. Os cimentos resinosos, por sua vez, poderiam ser quimicamente ativados, fotoativados ou de dupla ativação, sendo o desempenho final dos cimentos ativados por luz influenciado pela espessura e pelo coeficiente de transmissão de luz do material cerâmico. Dada a importância da compatibilidade entre esses agentes, MATSUMURA et al. (1997) avaliaram a resistência de união dos agentes de cimentação segundo a forma de ativação do Silano. Oitenta pares de discos da cerâmica VMK68[®] (Vita) tiveram a superfície abrasionada por partículas de Óxido de Alumínio (50µm) por 10s, tratada com Ácido Fosfórico 40% por 5s, lavada e seca. Uma fita demarcou a espessura do cimento resinoso em 50µm. Utilizaram-se 3 sistemas adesivos (Claparl Bonding Agent[®], 3 líquidos, dual; Clearfil Porcelain Bond[®], 3 líquidos, químico; e Panavia[®] Ceramic Primer, frasco único, experimental) e 2 cimentos (Claparl DC[®], dual; e Panavia[®] 21, químico), todos do mesmo fabricante (Kuraray). Os 8 grupos foram definidos para os dois agentes cimentantes, variando-se os 3 Silanos mais um grupo não silanizado (controle

negativo). Os espécimes (n=10) foram armazenados em água a 37°C por 24h, quando metade foi submetida ao ensaio de cisalhamento e a outra metade passou por termociclagem (20.000 ciclos entre 4°C e 60°C) antes do teste. Pôde-se concluir que o cimento dual após a aplicação de um agente Silano apresentou melhor desempenho independentemente da termociclagem; o Panavia® 21 foi mais susceptível a variações nos valores de resistência de união antes e depois da termociclagem; os três agentes de união Silano avaliados pareceram melhorar a resistência de união entre os cimentos resinosos e a cerâmica, e a supressão do Silano (controle negativo) teve impacto estatisticamente significativo na diminuição da resistência de união entre os grupos antes e após a termociclagem.

A técnica de união entre compósitos e a cerâmicas odontológicas possibilitou a realização de reparos intra-orais de restaurações metalo-cerâmicas ou de cerâmica pura, quando indicado. Avaliou-se o efeito da concentração do HF, do tempo de condicionamento da superfície cerâmica e da combinação condicionamento e silanização sobre a resistência de união, por cisalhamento, entre uma resina composta e uma cerâmica feldspática. CHEN et al. (1998) confeccionaram 208 discos da cerâmica VMK68® (Vita), que receberam acabamento com papel abrasivo (grana 600) e foram divididos segundo o padrão de condicionamento: controle (sem condicionamento), HF 2,5% e HF 5%. Os grupos condicionados foram subdivididos conforme o tempo de condicionamento: 30, 60, 90, 120, 150 e 180 segundos. Ao final, cada grupo (n = 16) foi subdividido para a aplicação do agente de união: 8 receberam o Clearfil New Bond® (sistema auto ativado de 2 frascos) e em 8 discos aplicou-se o Clearfil Porcelain Bond® (sistema de 3 frascos com Silano). Um cilindro de 2mm de resina composta (Clearfil APX®, J Morita) foi então construído. Trinta minutos após o preparo os CP foram armazenados em água a 37°C por 24 horas. Cada CP foi fixado em um molde de resina acrílica e submetido ao ensaio de cisalhamento em máquina universal utilizando-se o dispositivo recomendado na norma ISO/TR 11405. Para a concentração de 2,5% do HF, o grupo não silanizado apresentou os maiores valores de resistência com 150 segundos de condicionamento. Os menores valores, com os dois adesivos, foram dos grupos controle (sem condicionamento ácido), mas o controle silanizado apresentou valor médio 6 vezes maior que o controle não silanizado, comparáveis ao não silanizado e condicionado por 90 ou 180 segundos. A silanização após o condicionamento ácido aumentou a resistência de união até

120 segundos de condicionamento, com os valores decrescendo após 150 e 180 segundos. Quando se utilizou HF a 5%, os valores foram discretamente menores, acompanhando o mesmo padrão já descrito o HF 2,5%.

O aumento da utilização de restaurações cerâmicas levou à necessidade de um sistema adesivo adequado para cimentação e reparo das porcelanas. Os primeiros sistemas de reparo de porcelanas baseavam-se na retenção mecânica associada à aplicação de um agente de união organossilano, como preparo químico para a adesão. Discutiu-se, entretanto, a efetividade dos agentes Silanos, questionando-se sua curta vida útil, baixa estabilidade química e durabilidade em meio úmido. No intuito de avaliar o efeito do armazenamento em água sobre a silanização da porcelana unida à resina, BERRY et al. (1999) avaliaram CP imersos em água por períodos entre 24 horas e 3 meses. Cento e sessenta espécimes de 12 x 12 x 2mm da cerâmica VMK68[®] (Vita) foram confeccionados, planificados e limpos em ultra-som, divididos em 4 grupos e subdivididos em 16 subgrupos com 10 espécimes em cada. Quatro marcas comerciais de agentes Silano foram utilizadas, sendo dois sistemas de frasco único (Cerinate Prime[®] e Mirage One-mix[®]) e dois sistemas de dois frascos (Mirage Two-mix[®] e Fusion[®]). Após a silanização aplicou-se uma resina composta de dupla ativação (Mirage FLC[®]) e um cilindro de resina composta foi fotoativado por 2 minutos. Os CP de cada subgrupo foram armazenados em água à temperatura ambiente por períodos de 24 horas, uma semana, 1 mês ou 3 meses. Realizou-se ensaio mecânico de cisalhamento em máquina de ensaio universal Instron (0,5mm/min), registrando-se a força no momento do rompimento. Observaram-se as superfícies fraturadas sob aumento de 10 vezes para determinação do modo de fratura. Com exceção do Cerinate Primer[®] (de 4,38 para 8,46MPa), todos os grupos mostraram aumento estatisticamente significativo após uma semana, 1 mês e 3 meses de armazenamento comparado ao grupo controle de 24h (de 8,25 para 23,90MPa, em média). O modo de fratura foi predominantemente coesivo na porcelana. Sugeriu-se que a união entre os sistemas Mirage[®] e Fusion[®] e a porcelana foi mais química do que mecânica. Cerinate Primer[®] não demonstrou aumento estatisticamente significativo durante os períodos avaliados, com a maioria dos espécimes falhando adesivamente na superfície resina / cerâmica. O Silano teria a habilidade de unir o Dióxido de Silicene e vários metacrilatos por união de dupla ativação e um grupo funcional degradável. No estado ativo, o Silano reage com os grupos OH da superfície da cerâmica, formando

pontes siloxanas. Seu componente acídico melhora a formação dessas pontes, facilitando a adesão entre a resina composta e a porcelana. A maior resistência de união inicial do Mirage Two-mix[®] (11,59MPa) pode ter sido devida à ação do componente acídico como acelerador no estágio inicial. O aumento da resistência com o tempo de imersão observado com Mirage One-mix[®] e Fusion[®] foi atribuído ao aumento da umidade na interface, que promoveria mais ligações cruzadas e maior densificação do Silano ao compósito. Não se observou diferença estatisticamente significativa na melhora da resistência obtida com o Silano de um ou dois frascos. Concluiu-se que a resistência de união da resina composta à cerâmica resultante da silanização desta aumentou durante o período do experimento e foi variável para os diferentes Silanos utilizados.

O sucesso clínico de uma restauração cerâmica depende do sistema que a mantém firmemente aderida à estrutura dentária de forma a prevenir microinfiltração, fraturas marginais, descoloração e cáries secundárias. A integridade marginal estaria relacionada com a espessura da película de cimento e com a resistência intrínseca do agente cimentante. Com o objetivo de avaliar a eficácia de um catalisador para o agente Silano e de um iniciador para o agente de união, SATO et al. (1999) utilizaram blocos da cerâmica feldspática Vitablocks Mark II[®] (Vita) e dois sistemas de união de 3 frascos: Clapearl Bonding Agent[®], CBA, dual, e Clearfil Porcelain Bond[®], CPB, químico (Kuraray). Os espécimes foram cimentados aos pares utilizando-se o cimento de dupla ativação Clapearl DC[®] (Kuraray, com 70% de partículas inorgânicas) numa espessura de 50 μ m. Definiram-se os grupos: 1) CBA controle, não recebeu a aplicação do Silano; 2) CBA, sem o ativador do Silano; 3) CBA, seguidas as recomendações do fabricante; 4) similar ao 3, sem fotoativar o adesivo; 5) aplicou-se apenas o líquido ativador do Silano; 6) CPB sem o líquido universal; 8) CPB sem o ativador do Silano; 9) CPB segundo orientação do fabricante. Após armazenamento em água a 37°C por 24 horas, os CP foram submetidos ao cisalhamento. Os grupos que não usaram o ativador ou o catalisador apresentaram valores de resistência de união baixos e comparáveis entre si. O grupo 7 mostrou melhora da resistência, embora o líquido universal tenha sido retirado. Valores mais altos e semelhantes entre si foram observados quando foram seguidas as orientações do fabricante, sendo a maior resistência ao cisalhamento observada no grupo 4, quando se omitiu a fotoativação do adesivo antes da cimentação. Concluiu-se que a utilização de agentes de silanização separados dos

componentes acídicos foi mais favorável à resistência de união para ambos os sistemas adesivos estudados.

A maioria dos Silanos consistiria de dois componentes: uma base de Silano e um componente acídico, que melhora a formação das pontes siloxanas e facilita a adesão da resina composta à porcelana. A forma de aplicação e o tratamento térmico da porcelana silanizada aumentariam esta eficácia da união. Os contaminantes da superfície poderiam diminuir o número de sítios (Hidroxilas) na cerâmica disponíveis para reagir com o Silano. Um mínimo de 3 minutos após a silanização seria o tempo de espera necessário para se realizar a cimentação. A silanização poderia ser feita antes dos procedimentos de prova, para proteger e selar a superfície interna da restauração de cerâmica. Pode-se executar uma limpeza posterior com acetona ou álcool, sem prejuízo para a qualidade da adesão. Apesar de não ser imprescindível, recomendou-se a resilanização após a limpeza com solventes (BARGHI, 2000).

Devido à periculosidade do emprego clínico do HF, HOOSHMAND et al. (2002) avaliaram métodos de se otimizar a adesão com Silano, de tal forma que as falhas adesivas fossem predominantes no adesivo resinoso. A hipótese neste estudo seria que o tratamento com Silano poderia melhorar a adesão de forma a substituir o condicionamento com HF. Realizou-se um ensaio de resistência à tração de superfícies cerâmicas lisas e rugosas aderidas à resina sob diferentes métodos de tratamento com Silano. Avaliou-se ainda a durabilidade da união devido à possibilidade de falha hidrolítica da união com Silano. Foram confeccionados cilindros com liga de Ni-Cr (4mm de diâmetro e 15mm de comprimento), com perfurações a 2mm da base, que receberiam os três parafusos do dispositivo de tração. A outra extremidade do metal recebeu tratamento com JOA por 2min e limpeza ultra-sônica em água destilada. Uma cerâmica reforçada por Leucita (Mirage[®]) foi aplicada sobre o metal seguindo as recomendações do fabricante. Por apresentar resistência à flexão maior que a feldspática, a possibilidade de fraturas coesivas na cerâmica selecionada seria menor. As superfícies cerâmicas foram planificadas e polidas, apresentando-se com 2mm de altura por 3,4mm de diâmetro. A solução de Silano preparada consistia de 2,5% γ -metacriloxipropiltrimetoxisilano (MPS – Sigma Chemical Co., USA) em 2,5% de Ácido Acético e 95% de Etanol por volume, deixada por duas horas para hidrólise antes do uso. Os 7 grupos (n=30) receberam as seguintes formas de aplicação do Silano: 1) imersão por 60s e

secagem com jato de ar à temperatura ambiente (15s); 2) imersão por 60s e secagem em forno a 100°C (2min); 3) aplicação com microbrush (60s) e secagem com jato de ar à temperatura ambiente (15s); 4) aplicação com microbrush (60s) e secagem a 100°C (2min); 5) aplicação com microbrush (60s) e secagem com ar quente a 50±5°C (15s); 6) semelhante ao 5, seguido de enxágüe com água em ebulição (15s) e secagem com ar quente (30s); 7) semelhante ao 6, aplicando-se uma fina camada de resina sem carga antes da cimentação com cimento resinoso. Aplicou-se o Variolink®, Vivadent (CR dual) e a cimentação foi realizada com o auxílio de um dispositivo de alinhamento, resultando em uma fina camada (400 a 600µm) fotoativada por 120s em diferentes direções. Os excessos foram removidos com borrachas de polimento e os espécimes foram armazenados por 24h antes dos ensaios de tração (1mm/min). O tipo de fratura foi avaliado em microscópio óptico (40x). Para comparação dos resultados com a cerâmica polida utilizaram-se três grupos com preparo adicional da superfície: 8) JOA 50µm; 9) HF 10% (2 min); 10) JOA + HF sendo o tratamento com Silano semelhante ao do grupo 7. Outros 6 grupos para cada tratamento de superfície (semelhantes aos grupos 7 a 10) foram preparados (n=30) para avaliar diferentes condições de armazenagem: I – água destilada a 37°C por 24 horas, uma semana, 1 mês e 3 meses; II – água destilada a 37°C por 24 horas e termociclagem por 3000 ciclos de 5 e 55°C (30s); armazenamento em água destilada em ebulição por 24 horas. Todos os CP foram mantidos secos por 30min antes dos ensaios de tração. Quanto ao modo de aplicação do Silano, não houve diferença estatisticamente significativa entre os grupos 7 e 5, que apresentaram valores significativamente maiores (25,7 e 21,0MPa) que os grupos 1, 2, 3, 4 e 6 (13,7 a 19,6MPa). Não houve fratura coesiva na cerâmica, apenas no cimento resinoso ou fratura adesiva. Maiores valores de resistência adesiva implicaram em maior número de falhas coesivas no cimento resinoso. O tipo de falha foi predominantemente adesiva nos grupos 1 a 4 e coesiva no cimento nos grupos 5 a 7. Os valores de resistência à tração foram significativamente maiores em 7 (25,7MPa) que em 6 (19,6MPa), com menos fraturas adesivas que 5 (21,0MPa). Comparando-se os diferentes tratamentos da superfície da cerâmica, os valores do grupo 7 foram estatisticamente semelhantes aos dos grupos 8 (26,3MPa), 9 (23,8MPa) e 10 (28,3MPa), tendo sido o tipo de falha predominantemente coesivo na resina nesses quatro grupos. Quanto à durabilidade da união para as amostras polidas nem o armazenamento em água

nem a ciclagem térmica alteraram a resistência de união. Para as jateadas e/ou condicionadas houve um aumento gradativo na resistência à tração, que se tornou estatisticamente significativa após 3 meses de armazenamento em água. Observou-se também significativo aumento na resistência após a termociclagem. As amostras armazenadas em água em ebulição por 24 horas apresentaram menores valores de resistência de união para todos os tipos de tratamento de superfície, sem diferenças estatísticas entre eles. O tipo de fratura foi predominantemente coesivo na resina em todos os grupos avaliados. O desenho do experimento sob tração permitiu uma distribuição uniforme do estresse através da interface, enquanto o ensaio de cisalhamento gerou uma distribuição complexa da força, inviabilizando o cálculo do estresse na interface. Além disso, a fratura neste iniciou geralmente em um ponto de maior concentração de tensão, não refletindo uma característica adesiva da interface de união. O ensaio de tração possibilitou a identificação da ligação mais fraca do sistema pela posição da falha, que em nenhum grupo foi coesiva na cerâmica. O método empregado no grupo 7 produziu valores de resistência à tração mais confiáveis, apresentando o efeito desejável de melhorar a resistência de união da interface adesiva de tal forma a exceder a do cimento resinoso. A aplicação do Silano com pincel em vez da imersão do espécime promoveu uma camada mais fina; o tratamento com calor eliminou água, álcool e outros subprodutos auxiliando na reação de condensação Silano-sílica, promovendo a formação de uma ligação covalente (50°C, grupo 5, foi preferível a 100°C, grupo 4); o enxágüe com água em ebulição aumentou muito o número de fraturas coesivas no cimento, provavelmente pela remoção da camada mais externa do filme de Silano; a utilização de uma resina sem carga melhorou a resistência por aumentar o molhamento e diminuir o número e tamanho das falhas na interface adesiva. No grupo armazenado em água em ebulição o CR foi mais susceptível a hidrólise do que a interface adesiva silanizada. Concluiu-se que uma adesão durável e adequada entre a cerâmica feldspática reforçada por Leucita e o CR poderia ser obtida pela otimização dos procedimentos de silanização, sem necessidade de retenções micromecânicas. Se nessas condições a resistência ao cisalhamento também fosse adequada, não seria necessária a utilização do HF, o que significaria a remoção de uma substância altamente tóxica do ambiente clínico.

A tecnologia de recobrimento das partículas inorgânicas com organosilano melhorou a união entre estas e a matriz resinosa. A união adesiva dependeria da

energia de superfície e da molhabilidade do aderente pelo adesivo. A adesão entre as cerâmicas odontológicas e os compósitos resultaria de uma interação físico-química através da interface entre o adesivo e o substrato. Desta forma, o processo de adesão dependeria da topografia do substrato, que poderia ser caracterizada por sua energia de superfície. O valor do ângulo de contato de um líquido aspergido em um substrato é utilizado como indicador da energia de superfície total e da molhabilidade do substrato. Para a análise do ângulo de contato dinâmico (DCA) geralmente se utiliza água de alta pureza. DELLA BONA et al. (2004) questionaram se para esta análise em cerâmicas deveria ser utilizado um líquido equivalente ao adesivo, para caracterizar as alterações no molhamento do substrato causado pelo condicionamento ácido e recobrimento com Silano. Foram confeccionadas oitenta pastilhas cerâmicas de acordo com as recomendações do fabricante (IPS Empress[®]2, Ivoclar). Os espécimes foram limpos e submetidos ao JOA 100 μ m, polidos e limpos em água destilada e em álcool (ultra-som) por 10min (controle). Avaliou-se a influência do meio (líquido) de sondagem sobre o ângulo de contato e o efeito do condicionamento e da aplicação do Silano sobre o ângulo de contato utilizando resina líquida como meio de sondagem. Formaram-se 8 grupos (n=10), conforme o tratamento da superfície: 1 e 3) polimento; 2 e 4) HF 1min; 5) FFA 2min; 6) S (Ultradent Silane Coupling Agent[®]); 7) HF 1min + Silano; 8) FFA 2min + Silano. Nos grupos 1 e 2 as medidas do ângulo de contato inicial e final foram feitas utilizando-se água de alta pureza; de 3 a 8 utilizou-se resina líquida. O Silano foi aplicado com pincel, permitindo-se a evaporação do solvente. A topografia da cerâmica tratada mostrou que o HF produziu um padrão de condicionamento mais efetivo que FFA enquanto a aplicação do Silano cobriu completamente a superfície condicionada quimicamente. A resina líquida apresentou menor tensão superficial e maior viscosidade que a água. Entretanto, a diferença dos valores médios do ângulo de contato na mesma superfície não foi estatisticamente significativa apesar do cálculo do potencial de adesão utilizando a tensão superficial da água ter sido maior que utilizando a tensão superficial da resina líquida. Os espécimes condicionados apresentaram melhor molhamento que os não tratados. A aplicação do Silano promoveu uma energia de superfície mais baixa que a do adesivo resinoso: o agente de união produziu uma fina camada que ocluiu os poros da cerâmica condicionada, anulando o efeito do condicionamento com ácidos. A efetividade do Silano foi menos evidente nas superfícies rugosas. O agente de união se liga ao grupo Silanol (Si-OH)

da superfície cerâmica por reação de condensação e polimeriza com o adesivo por ligações duplas com o metil-metacrilato.

2.3 Cimentos resinosos – aspectos gerais e cimentação

Um dos passos mais críticos da utilização de restaurações cerâmicas é a cimentação. Os agentes cimentantes deveriam atender a duas condições: tempo de trabalho longo o bastante para permitir a colocação cuidadosa e remoção dos excessos, e tempo de presa tão curto que garantisse resistência para os ajustes iniciais e à mastigação. BRAGA et al. (1999) avaliaram *in vitro* a resistência de união por cisalhamento entre a dentina e a cerâmica Ceramco® II silanizada, utilizando um cimento de ativação dual e um químico. Espécimes cônicos da porcelana tiveram sua superfície menor condicionada com HF (9%) por 5min, lavada por 1min e seca com jato de ar. Aplicou-se então Ácido Fosfórico 37% (AF) por 90s, enxaguado e seco, seguido de duas camadas de Silano (Herculite Porcelain Repair Bonding System®, Kerr). Após 1min a superfície foi novamente lavada por 1min e seca com jato de ar. O adesivo Optibond® (Kerr) foi aplicado e fotoativado por 30s. Na superfície dentinária aplicou-se AF por 15s, enxaguado por 15s, seguido da aplicação e fotoativação do adesivo. Os CR de dupla ativação (Porcelite®, Bisco; Dual®, Vivadent) e quimicamente ativado (C&B™, Bisco) foram manipulados e aplicados segundo as orientações dos fabricantes. Três minutos após o início da mistura, os espécimes foram armazenados em água destilada a 37°C por 10, 30 e 90min ou 7 dias. Os 5 CP de cada grupo foram submetidos ao ensaio de cisalhamento sob força de 8kgf/min. A resistência média foi menor para o cimento químico que para os duais. Para o fator tempo, não houve diferença estatisticamente significativa entre 10 e 30 minutos ($\pm 14\text{MPa}$ para os duais, $\pm 4\text{MPa}$ para o químico). Aos 90 minutos esses valores médios aumentaram para $\pm 20\text{MPa}$ e $\pm 10\text{MPa}$, respectivamente, e aos 7 dias para $\pm 71\text{MPa}$ e $\pm 60\text{MPa}$. O desvio padrão observado aos 7 dias foi muito alto, impedindo a detecção de diferenças estatisticamente significativas. Os autores relacionaram o alto desvio padrão com as diferenças inerentes ao substrato dentinário, assim como à dificuldade de proporcionamento dos cimentos, realizada sob critérios visuais, dispensando-se quantidades iguais da

pasta base e catalisadora. A resistência de união do cimento dual foi três vezes maior que a do químico aos 90 minutos, mas esses valores ficaram bem próximos após 7 dias, sugerindo que a cerâmica cimentada com compósito químico não deveria ser submetida a estresse nos primeiros 90 minutos após a fixação. Os autores salientaram ser importante definir não apenas a resistência máxima dos cimentos, mas também seu comportamento nos estágios iniciais em relação ao desenvolvimento de uma resistência de união imediata e sua relação com os valores máximos observados.

Com o objetivo de avaliar a influência da espessura e da cor da cerâmica odontológica Duceram[®] (Degussa) na transmissão da luz, PAULINELLI (1990) utilizou 128 discos nas cores A1, A4, B1, B4, C1, C4, D2 e D4 nas espessuras de 1,5; 2,0; 3,0 e 4,0mm. As amostras foram irradiadas com 2 aparelhos fotoativadores Optilux[®] (Demetron) com intensidade máxima num comprimento de onda de 500nm. O coeficiente de transmissão foi obtido pela razão entre a potência transmitida e a potência incidente, não tendo sido observada diferença estatisticamente significativa entre os aparelhos utilizados. A análise de variância revelou diferença estatística na porcentagem de luz transmitida entre as espessuras e cores das amostras: as amostras de cores mais claras apresentaram porcentagens significativamente superiores às das cores mais escuras. As cores A1 e D2 apresentaram as maiores porcentagens de transmissão, enquanto os menores resultados foram observados com as cores A4 e D4. Quanto maior a espessura, menor foi o coeficiente de transmissão de luz observado.

O desenvolvimento dos materiais cerâmicos e dos sistemas para adesão de porcelanas cresceu juntamente com a demanda por estética em Odontologia. Os avanços nos sistemas de desenho por computador (CAD) e confecção com auxílio de computador (CAM) têm sido uma alternativa à técnica convencional de moldagem e cocção para a obtenção de restaurações cerâmicas. As próteses (*inlays*, *onlays* e coroas totais) são usinadas em blocos de cerâmica homogêneos, de qualidade controlada e padronizada em um equipamento com frezas em três eixos. A cimentação dos trabalhos poderia ser feita com cimentos de ativação química ou dual, sendo que estes últimos apresentavam melhores características de trabalho e presa. KAMADA et al. (2001) realizaram uma avaliação da resistência de união imediata e da durabilidade da adesão entre a cerâmica feldspática Cerec 2 Vitablocks Mark II[®] e cinco agentes cimentantes de ativação química ou dual. A

superfície das amostras foi polida e limpa em ultra-som, condicionada com AF 37% (K-etchant gel[®]) 60s e lavada por 5s para a aplicação do Silano (Clearfil Porcelain Bond[®]) 30s, seco com ar por 5s. Como agentes de cimentação, utilizaram-se dois cimentos químicos (Panavia[®] 21 – P21 e Superbond C&B[®] – SB) e três de ativação dual (Panavia[®] Fluoro Cement– PFC; Clapearl DC[®] – CLP; Vita Cerec Duo Cement[®] – VCDC). A área para adesão foi de 4mm de diâmetro, sendo a camada de cimento controlada em cerca de 50µm. Os agentes duais foram fotoativados por 40s, sendo que cada cimento foi utilizado em 20 espécimes cerâmicos, divididos em 4 subgrupos cada: dois permaneceram a temperatura ambiente por 10 e 20min após a cimentação, sendo submetidos ao ensaio de cisalhamento logo após esse tempo; os outros dois subgrupos permaneceram em temperatura ambiente por 30min e foram armazenados em água destilada a 37°C por 24h, com apenas um grupo sofrendo termociclagem (20000 ciclos entre 4°C e 60°C, 1min) para avaliação da durabilidade da união. As fraturas foram categorizadas em: A) falha adesiva na interface cerâmica/agente resinoso; B) falha coesiva na cerâmica; C) falha coesiva no cimento resinoso; D) complexa A e B , e complexa B e C. Os cimentos químicos apresentaram valores médios de resistência de união menores nos intervalos de 10 (7,9 e 15,3 MPa) e 20min (20,4 e 18,4 MPa); após 24h estes foram equivalentes aos dos cimentos de ativação dual, que não apresentaram diferença significativa de resistência nos quatro intervalos de tempo analisados (± 44 MPa). Após 24h, com ou sem termociclagem, apenas o cimento Superbond C&B[®] não apresentou 100% de falha coesiva na cerâmica (B) ou complexa (D). Os cimentos químicos e o VCDC não apresentaram nenhuma falha coesiva nos intervalos iniciais. A diferença de valores de resistência iniciais entre os cimentos químicos e duais foi atribuída à fotoativação, que ocorreria mais prontamente do que a ativação química. A porção fotoativada do cimento dual proveria a fixação inicial, enquanto a porção química seria responsável pela adesão final. O ajuste oclusal da restauração após a cimentação poderia ocasionar falha na adesão do cimento à cerâmica. O cimento resinoso deveria apresentar resistência de união a mais alta possível, inclusive nos estágios iniciais, mantendo a durabilidade da união com o tempo. No presente estudo, os cimentos de ativação dual apresentaram maiores valores de resistência de união inicial, que permaneceram duráveis após 20000 termociclagens, sugerindo serem a primeira escolha para a cimentação de restaurações com a cerâmica Vitablock Mark II[®].

As restaurações em cerâmica pura, devido à sua fragilidade, teriam sua adesão à estrutura dentária favorecida pela utilização dos cimentos resinosos. Quando desta união, duas interfaces deveriam ser consideradas: a interface dentina / adesivo e a interface cerâmica / cimento. A resistência de união de ambas deveria ser otimizada, uma vez que a mais fraca iria determinar a resistência adesiva final da restauração cimentada. STEWART et al. (2002) salientaram não estar claro qual o tipo de cimento, de tratamento superficial da cerâmica e de sistema adesivo dentinário produziram valores de resistência de união mais altos e com maior longevidade. Avaliou-se a resistência de união por cisalhamento entre uma cerâmica feldspática (Ceramco II[®]) a quatro tipos de cimentos resinosos (Nexus[®] dual, Panavia[®] 21 auto-ativado, RelyX ARC[®] fotoativado, Calibra[®] dual). Quatrocentos e oitenta discos cerâmicos, após jateamento e limpeza, foram embutidos em resina acrílica e divididos em 6 grupos de acordo com o tratamento de superfície: 1) sem tratamento – controle; 2) JOA (50µm a 80psi, distância de 1mm por 3s); 3) S (fornecido pelo fabricante do cimento), aplicado com Microbrush[®] e seco com jato de ar; 4) JOA + S; 5) HF (9,6% por 5min, enxagüado por 5s e seco por 10s); 6) HF + S. Cada grupo foi dividido em 4 (n=20) para cada cimento avaliado, foi manipulado segundo as orientações do fabricante e aplicado sobre a cerâmica através de um dispositivo de 4mm de diâmetro. Blocos de 2mm da resina Prodigy[®] foram aderidos ao cimento para conferir a espessura necessária para os testes. Dez CP foram submetidos ao ensaio de cisalhamento após 24h e 10 após 6 meses de armazenamento em solução salina isotônica (pH7,5) a 37°C. A resistência entre os quatro cimentos e a dentina também foi mensurada utilizando-se 60 molares extraídos, divididos em 6 grupos, acrescidos pela avaliação dos cimentos Nexus[®] e Calibra[®] também na forma fotoativada. Para o cimento Nexus[®], a média dos valores observados com HF + S (16MPa) foi superior aos outros tratamentos nos dois intervalos de tempo. Para Panavia[®] 21, HF + S apresentou valores médios de resistência superiores com 24h (21,7MPa), sendo que após 6 meses os valores do grupo silanizado aumentaram de 11,9 para 18,5MPa, JOA + S de 9,5 para 23,8MPa, enquanto HF + S atingiu 21,8MPa, com aumento no desvio padrão. O cimento RelyX[®] ARC apresentou valores médios muito baixos nos grupos controle e JOA nos dois tempos observados, sendo que HF + S caiu de 19 para 11,8MPa de 24h para 6 meses, permanecendo praticamente inalteradas as demais médias (S 20,6MPa; JOA + S 23,1MPa; HF + S 19,1MPa). Os valores observados para o Calibra[®] foram

semelhantes ao RelyX[®]. Não houve diferença estatisticamente significativa nos valores de resistência de união dos grupos HF + S, independentemente do tipo de cimento utilizado. Em dentina os maiores valores foram observados para o cimento autoativado Panavia[®] 21 (19,6MPa) seguido pelos fotoativados (Nexus[®] 15,6MPa; RelyX[®] 15,2MPa; Calibra[®] 17,8MPa). Os agentes de ativação dupla apresentaram os menores valores (Nexus[®] 11,9MPa; Calibra[®] 8,1MPa). O condicionamento com HF associado à aplicação do Silano foi o tratamento de superfície mais efetivo em todos os grupos, embora não necessariamente tenha sido estatisticamente o melhor sempre. Os valores observados nos grupos submetidos ao JOA foram significativamente menores que os condicionados com HF nos dois intervalos de tempo. Essa diferença tornou-se muito menor quando ambos os grupos foram tratados com agente Silano. Quanto ao agente adesivo, obtiveram-se melhores resultados com agentes de ativação de passo único (químico ou fotoativado) sobre os de dupla ativação. Concluiu-se que a resistência de união foi altamente dependente do tipo de condicionamento da superfície cerâmica, com maior efetividade do HF + S para os quatro cimentos avaliados.

2.4 Ensaios mecânicos convencionais – questionamentos

A observação da grande disparidade entre os resultados apresentados nas publicações que avaliavam o comportamento adesivo dos materiais odontológicos levou VAN NOORT et al., em 1989, a questionarem a consistência dos valores de resistência de união à dentina obtidos pelos ensaios de tração e cisalhamento. Considerava-se que a variação entre os valores de resistência relacionava-se com alterações nos procedimentos adesivos. Realizou-se uma avaliação dos métodos então utilizados para medir a resistência de união a partir de um grupo controle. Para tanto, utilizou-se análise de elementos finitos (AEF), considerando-se espécimes em resina composta – RC (6 x 6mm) aderidos à dentina planificada (configuração aproximada da apresentada nos estudos anteriores). Os valores definidos como parâmetros foram 2 a 6MPa entre a RC e a dentina, e 15 a 20MPa entre a RC e o esmalte condicionado. A força de tração ou cisalhamento aplicada na interface correspondia a 10MPa, pela aplicação de 60N. Considerando-se a diferença na composição da RC microparticulada para a híbrida, os valores variaram entre 5 e 23MPa. Quanto maior o módulo de elasticidade da RC, maior a concentração do estresse observado nas extremidades. O estresse de tração

máximo foi observado com maior frequência ao longo da superfície, não entre RC e a dentina, dificultando uma predição do local de fratura sob aplicação de uma força. Se o material fosse frágil ou apresentasse defeitos intrínsecos, a fratura poderia ocorrer e se propagar através da região de maior estresse próxima à base da interface. Quando a resistência foi baixa a falha foi observada na interface, região de estresse máximo. Reduzindo-se a altura da RC de 6 até 0,5mm observou-se um pico do estresse ao longo da linha adesiva. Numa espessura de 3mm ou menos o estresse diminuiu nos extremos e aumentou no centro da RC, sendo que a falha poderia ser transferida para uma parte imprevisível do corpo do material. Desta forma, uma espessura de 4 a 5mm acima da dentina é requerida para assegurar a aplicação de uma força uniforme. O estresse sob cisalhamento foi maior à medida que se aumentou a distância do ponto de aplicação da força, por gerar um momento de dobramento. A falha poderia iniciar na superfície do bloco, não na interface. Apenas se a distribuição do estresse na interface fosse uniforme seria possível comparar os dados obtidos, sem que se pudesse, contudo, relacioná-la ao comportamento da união clinicamente. Concluiu-se que a distribuição do estresse nos modelos propostos até então não era uniforme, sendo sensível à geometria, forma e tamanho do aderente e seu módulo de elasticidade. O ensaio do tipo cisalhamento foi considerado particularmente crítico. Os detalhes geométricos da interface adesiva poderiam influenciar as medidas de resistência.

VAN NOORT et al. (1991) compararam os valores de resistência de união por tração entre a dentina e a camada de adesivo com e sem excessos, relacionando-os com a distribuição do estresse através de um modelo de AEF. Vinte e quatro molares humanos extraídos foram planejados até a exposição da dentina. Utilizou-se o sistema adesivo SBMP[®] e a resina composta P-50[®] (3M). Formaram-se dois grupos: A) com excesso de adesivo na borda das amostras; B) sem excesso do adesivo. Os valores médios de resistência à tração observados para o grupo A foram estatisticamente superiores (6,9MPa) aos do grupo B (3,1MPa). A análise do padrão de fratura demonstrou a presença do adesivo além da região de interface para as amostras do grupo A, enquanto as do grupo B apresentaram uma separação clara entre o adesivo e a dentina, com ausência de remanescentes de adesivo na superfície dentinária. Ambos os modelos computadorizados mostraram alta concentração do estresse nas bordas dos cilindros de RC em contato com a superfície dentinária. Em A, o padrão do estresse concentrou-se ao redor da

circunferência do cilindro, na interface, sugerindo que os valores obtidos seriam mais representativos da união entre o adesivo e a RC ao longo da circunferência onde se concentrava o excesso de adesivo do que propriamente da resistência de união à dentina. Para o grupo B o efeito de concentração do estresse foi observado na mesma circunferência, entretanto com o mesmo padrão tanto próximo à interface dentina / adesivo quanto à interface adesivo / RC, sugerindo que os resultados obtidos quando o adesivo foi confinado à superfície de adesão seriam mais preditivos da resistência de união na interface adesiva.

A validade dos testes de resistência de união da resina à cerâmica, largamente utilizados nas pesquisas científicas, foi questionada por DELLA BONA & VAN NOORT (1995). O tipo de falha observado na cerâmica com maior frequência era coesivo (na estrutura do material) e não adesivo (na interface com o adesivo), sugerindo que a resistência de união excederia a resistência coesiva da cerâmica. Esses resultados desconsideravam a natureza do estresse gerado e sua distribuição na zona de adesão, que influenciava profundamente o padrão de ruptura. Os autores contestaram os ensaios de resistência ao cisalhamento, que seriam inadequados e inapropriados para avaliações *in vitro* da união resina / cerâmica, uma vez que as falhas ocorriam no corpo da cerâmica e não na interface adesiva, pelo estresse não uniforme gerado sobre as amostras. Para tanto, examinaram várias configurações de testes de resistência ao cisalhamento e avaliaram, por AEF, o efeito da distribuição do estresse na resistência de união e no tipo de falha. Propuseram uma técnica de avaliação da resistência de união por tração para cerâmicas aderidas à resina composta como uma alternativa mais apropriada. Utilizou-se uma cerâmica feldspática cor A2 (Vita VMK68[®]), um adesivo e uma resina composta híbrida (Prisma Universal Bond-3[®] e Prisma APH[®], Dentsply), soluções de HF 9,6% em gel e FFA 4%, além de um agente de união Silano (Mirage Dental System[®]). Foram elaboradas três configurações com o mesmo desenho de amostra em relação à geometria e área de superfície, divididas nos seguintes grupos: A) configuração convencional: consistiu numa base de cerâmica à qual foi aderido um cilindro de RC; B) os materiais foram invertidos, sendo a base de RC aderida a um cilindro de cerâmica; C) consistiu de um cilindro de RC, sem nenhuma interface adesiva. Para (A) foram confeccionados 10 discos de cerâmica feldspática Vita com 10mm de diâmetro e 3mm de altura, incluídos em resina epóxica por 24 horas; a superfície foi tratada com HF por 2min, lavada por 2min, seca com jato de

ar para aplicação do S (Mirage Dental System[®]) com microbrush limpo, seco naturalmente. Os espécimes foram colocados em um dispositivo e após aplicação de uma fina camada do adesivo fotoativado por 10s, foi construído um cilindro da RC APH[®] em 2 incrementos, fotoativados por 20s cada em um molde de silicone. Após a remoção do molde as amostras foram fotoativadas por mais 40s em diferentes posições laterais; (B) dez amostras da mesma cerâmica com 3mm de diâmetro, planificadas até 4mm de altura com lixas de papel impregnadas com Carbetto de Silício granas 400 e 600, limpas no ultra-som com água destilada, secas e condicionadas, silanizadas antes da aplicação do adesivo e RC como em A; incluiu-se cada amostra em resina epóxica, aguardando-se 24h para a polimerização desta; (C) cilindros de RC foram construídos em um molde de silicone em incrementos e incluídos em resina epóxica como em B. Todas as amostras foram armazenadas em água destilada a 37°C por 3 dias antes dos testes. Para o ensaio mecânico de cisalhamento utilizou-se uma máquina de ensaio universal, com lâmina de faca junto à união base-cilindro, a uma velocidade de 0,5mm/min; a resistência de união foi medida calculando-se F/A , onde F foi a força no momento da fratura e A foi a área do corte seccional do cilindro. As superfícies fraturadas foram examinadas sob aumento de 40x para a determinação do tipo de fratura. A AEF foi empregada para avaliar a distribuição do estresse para as três configurações propostas, determinadas por um modelo computadorizado bi-dimensional, com dimensões idênticas às das amostras experimentais (força de 10N paralela à base). O desenho dos espécimes para o ensaio de resistência à tração consistiu em duas hastes de secção transversal uniforme unidas pela superfície cerâmica e separadas numa máquina universal. Os 20 espécimes cerâmicos foram divididos em 2 grupos: 1) HF 9,6% por 2min, enxagüado, seco, silanizado e coberto com fina camada de adesivo, fotoativado por 10s. A RC foi aplicada e comprimida até uma fina camada, fotoativada por 120s; 2) trocou-se apenas o ácido HF por FFA 4% por 2min. Os CP foram armazenados em água destilada a 37°C por 3 dias antes do ensaio de tração a uma velocidade de 1mm/min e posteriormente analisados sob MEV. A resistência ao cisalhamento do grupo A, em MPa, foi menor ($10,37 \pm 1,99$) que dos grupos B ($18,02 \pm 2,52$) e C ($21,82 \pm 2,45$). No grupo A as fraturas adesivas e coesivas foram equivalentes; em B, 80% foram coesivas na RC e em C todas foram coesivas na base de RC. A análise de elementos finitos mostrou um estresse máximo na direção vertical próximo ao ponto onde foi aplicada a força. O maior estresse foi

observado na direção horizontal da superfície da base à esquerda do cilindro. A resistência à tração não variou estatisticamente entre os grupos 1 e 2 (média de 13,4MPa) e todos os espécimes fraturaram na interface adesiva. O condicionamento com HF mostrou resultados mais consistentes, com menor variação que o FFA. Pôde-se observar que os resultados de resistência ao cisalhamento foram diferentes quando a base era de cerâmica e quando era de RC, ainda que a interface adesiva fosse idêntica. O tipo de fratura sob tração mostrou que a interface adesiva foi o elo mais fraco do sistema. Concluiu-se que os resultados dos ensaios de cisalhamento dizem respeito à resistência coesiva do material de base, não à resistência de união da interface adesiva, sendo este teste inadequado para medir a qualidade da adesão cerâmica / resina composta, melhor avaliada sob tração, quando se observaram mais fraturas adesivas.

Apesar dos adesivos dentinários se mostrarem efetivos clinicamente, o ensaio de resistência de união por cisalhamento era freqüentemente utilizado na tentativa de validar esses achados clínicos. Sua simplicidade parecia justificar a variação nos resultados observados, dada sua popularidade. Entretanto, observou-se que o ensaio de resistência por cisalhamento em dentina provocava o rompimento da mesma, levando à conclusão de que a resistência adesiva do material avaliado seria superior à resistência coesiva da dentina. Supondo haver um acúmulo de tensões na dentina sob cisalhamento, VERSLUIS et al. (1997) testaram a hipótese de que esta alta concentração de tensões poderia iniciar fraturas no interior da dentina, que se propagariam monoliticamente deixando a interface adesiva fora do teste. Para tanto desenvolveram um programa de elementos finitos que simulava o acúmulo de tensões e o padrão das fraturas. Um teste adesivo experimental validou a simulação: um cilindro de resina composta (P-50[®], 3M) foi construído sobre dentina bovina após a aplicação do sistema adesivo SBMP[®] (3M), armazenado por 24h a 37°C e então submetido ao cisalhamento. A superfície fraturada foi analisada sob MEV quanto ao modo de fratura. A simulação confirmou a hipótese da fratura monolítica por tensão. O rompimento e deslocamento da dentina eram parcialmente devidos ao mecanismo do teste e não indicavam que a adesão era superior à coesão dentinária. Concluiu-se que havia a necessidade de uma nova tecnologia para a avaliação de interfaces biológicas, mostrando-se o importante papel dos modelos numéricos na interpretação dos procedimentos experimentais.

O sucesso clínico das restaurações de cerâmica cimentadas adesivamente e do reparo direto destas dependeria da efetiva adesão à superfície da cerâmica, cuja microestrutura e composição influenciam significativamente a resistência à fratura das mesmas. Segundo DELLA BONA et al. (2002), os testes de resistência de união utilizados para restaurações cerâmicas / cimentos resinosos apresentavam uma grande variabilidade nos padrões de fratura. Os ensaios de cisalhamento comumente geram fraturas coesivas, levando a conclusões equivocadas sobre a qualidade da união. Sugeriu-se que os ensaios de resistência à tração seriam mais apropriados para avaliar a união na interface adesiva devido à maior uniformidade do estresse nessa interface. Avaliaram-se as seguintes hipóteses: A) se o condicionamento da cerâmica com HF produziria maior resistência de união por tração, independentemente da composição e microestrutura da cerâmica; B) se o ensaio de resistência à tração seria adequado para avaliar a qualidade da interface dos sistemas de cerâmicas aderidas a resinas. Sete cerâmicas foram estudadas: Vitadur- α [®] (VA), Vitadur-N[®] core (NC), Vita Omega[®] opaca (OO), Vita Omega[®] Dentina (OD), da Vita; Fortress[®] (MF) e Mirage II Fiber[®] (MII), da Mirage; Duceram LFC[®] (LC), da Ducera. Quatro grupos com 10 espécimes de cada cerâmica foram divididos aleatoriamente e cada um recebeu um dos seguintes tratamentos de superfície: HF, FFA, BFA ou Silano (Ceramic Primer[®] – 3M). Aplicou-se o catalisador 3.5 do SBMPPlus[®] (3M) em todas as superfícies tratadas antes da cimentação com um cimento resinoso de ativação dual (RelyX[®] – 3M) sob força de 0,73N. Todas as amostras foram armazenadas por 24h a 37°C antes do ensaio de tração em máquina de ensaio universal Instron a uma velocidade de 0,5mm/min, sendo os dados submetidos a análise estatística. As superfícies fraturadas foram avaliadas sob MEV para se determinar o tipo e a origem da fratura, que foi confirmado através de mapeamento por raios-X. As médias de resistência de união por tração variaram de 2,6MPa para a cerâmica LC tratada com FFA até 11,4MPa para MF silanizada. A cerâmica LC apresentou os menores valores de união quando condicionada com qualquer das três soluções ácidas. O tratamento com o agente de união Silano produziu valores médios de resistência de união por tração estatisticamente maiores (9,2MPa) do que os observados com qualquer dos ácidos nas sete cerâmicas testadas (HF \pm 5,0MPa; BFA \pm 3,8MPa; FFA \pm 3,4MPa). Não se observou diferença estatisticamente significativa entre as médias de resistência de união do condicionamento com BFA ou FFA, sendo que o uso do HF aumentou

significativamente esses valores. A análise por MEV revelou que todas as fraturas ocorreram na “zona de adesão”, região onde o adesivo interage com os dois substratos para promover a união, que neste estudo foi dividida da seguinte forma: 1) região de interface entre o adesivo e o cimento resinoso, com interações moleculares e união química entre os dois materiais; 2) adesivo; 3) região de interface entre o adesivo e a cerâmica odontológica, incluindo a região superficial tratada com ácido ou recoberta por Silano para promover união micromecânica ou química. Não ocorreu fratura de incrementos de cimento resinoso ou de cerâmica. O mapeamento por raios-X das superfícies fraturadas confirmou que elas continham elementos da interface adesiva da zona de adesão, sugerindo que a configuração do ensaio de resistência à tração foi adequada para analisar a zona de adesão dos sistemas cerâmica / resina utilizados nesse estudo. Os espécimes silanizados fraturaram no adesivo resinoso ou na cerâmica. Todas as cerâmicas condicionadas com BFA e FFA apresentaram falhas iniciadas na interface adesivo / cerâmica, sendo esta a falha predominante nos espécimes condicionados com HF. Avaliações clínicas de longo prazo seriam o último teste para justificar o uso de um novo produto, sendo onerosas e demoradas. Os ensaios laboratoriais de resistência de união por tração e cisalhamento são mais freqüentemente utilizados para demonstrar a qualidade da adesão. Têm sido observados problemas associados aos ensaios de cisalhamento, mais populares na odontologia, questionando-se a viabilidade de tais medidas proverem informações relevantes quanto ao comportamento clínico do adesivo. A identificação de uma distribuição não uniforme ao longo da interface adesiva sugeriu que um protocolo padronizado poderia solucionar ao menos uma parte do problema.

A constante introdução de novos produtos no mercado odontológico leva a relatos de estudos clínicos de materiais não mais disponíveis. Os estudos laboratoriais são imediatos, apesar de não permitirem uma avaliação global ou a extrapolação para o uso clínico. Com base nessas afirmações, GARCIA et al. (2002) apresentaram e discutiram os ensaios mecânicos rotineiramente empregados para avaliar a união adesiva entre materiais adesivos e a estrutura dentária. O ensaio de tração implica numa força aplicada perpendicularmente à interface adesiva, tendo como maior limitação a dificuldade de manutenção do alinhamento do CP durante o ensaio. O ensaio de cisalhamento, com a força aplicada paralelamente à interface adesiva, pode induzir ao rompimento em um plano determinado pelo teste e não

pelas características da interface adesiva. Além disso, a diversidade de pontas aplicadoras de força, a variação na distância da mesma em relação à interface avaliada e a dificuldade de padronização tornam este ensaio crítico, apesar de ser o mais freqüentemente empregado para avaliação da resistência de união entre materiais e a estrutura dentária. A ISO/TR 11405 normatiza os dispositivos para os ensaios de tração e cisalhamento. A observação de que a diminuição da área adesiva gerava valores mais elevados de resistência de união levou ao desenvolvimento da metodologia de microtração, que não induzia fraturas coesivas nos substratos. Os autores afirmaram que os estudos de avaliação da resistência adesiva deveriam sempre considerar o modo de fratura dos espécimes (adesiva, coesiva ou mista) através da fractografia, para uma análise crítica do método aplicado e das conclusões obtidas. Por registrar valores representativos da resistência adesiva, a microtração tem sido considerada o método mais confiável e fidedigno para estas avaliações, com a vantagem de que várias superfícies fraturadas podem ser visualizadas por MEV em uma única imagem.

2.5 Ensaio de Microtração

O desenvolvimento de um ensaio de tração miniatura para a avaliação da resistência adesiva em áreas superficiais de adesão pequenas foi proposto por SANO et al. em 1994. Vinte terceiros molares extraídos tiveram o esmalte oclusal, mesial e distal removido (disco adiamantado em baixa rotação sob irrigação com água). Avaliaram-se 3 combinações de sistema adesivo / material restaurador: 1) SBMP[®] / RC Z100[®]; 2) CLB 2[®] / RC Photo Clearfil A[®]; 3) Vitremer[®] (com primer do próprio cimento de poliacenoato de vidro modificado por resina), em blocos de 5mm de altura. Os espécimes ficaram armazenados por 24h a 37°C, quando a porção radicular foi removida e tiras de 0,5mm a 3,0mm de espessura foram obtidas por cortes na direção do longo eixo dos dentes, através da dentina e do compósito. Cada tira foi desgastada com uma ponta adiamantada super-fina na altura da interface adesiva, que ficou com um estreitamento. Os CP em forma de ampulheta foram fixados com adesivo cianoacrilato a um dispositivo de teste (Bencor Multi-T, Danville) e submetidos à força de tração (1mm/min). O tipo de fratura de cada espécime foi determinado (microscopia de dissecação, 10x). A força necessária para

romper a adesão foi dividida pela área trans-seccional da dentina aderida para obter-se a resistência de união em MPa. Foram feitas análises de regressão e regressão linear, que determinaram uma relação inversa entre a resistência adesiva e a área aderida para os três sistemas adesivos utilizados. Os maiores valores foram obtidos com o CLB 2, seguido pelo SBMP e os mais baixos com o Vitremer[®]. Para CLB 2 observaram-se áreas de adesão entre 0,25 a 11,65mm², ocorrendo mais fraturas coesivas quando esta foi maior que 7,17mm², coesivas e adesivas entre 2,31 e 7,17mm² e apenas falhas adesivas abaixo de 2,31mm². Para o SBMP a área de adesão apresentando apenas fraturas adesivas variou entre 0,45 e 4,95mm². Os valores observados com o primer do Vitremer[®] foram muito menores que dos adesivos resinosos, não ocorrendo falhas coesivas na dentina, mas muitas falhas coesivas no compósito. A resistência de união à tração mostrou-se dependente da área aderida. Concluiu-se que o ensaio de microtração poderia ser utilizado com segurança para avaliar a resistência de união utilizando-se espécimes com espessura entre 1,6 a 1,8mm². Essas dimensões promoveram menor dispersão nos resultados e geraram fraturas adesivas na maioria dos espécimes. A microtração também possibilitaria a análise da união nos diferentes substratos dentinários, assim como da longevidade da união nas mesmas condições.

CARDOSO et al. (1998) avaliaram a resistência de união de três sistemas adesivos à estrutura dentária comparando os resultados obtidos por microtração, cisalhamento e tração. Molares humanos extraídos tiveram sua superfície planificada expondo a dentina sobre a qual foi construído um cone de resina composta (Z100[®], 3M), utilizando-se os adesivos Single Bond[®] - SB (3M), SBMPPlus[®] (3M) ou Etch&Prime[®] - EP (Degussa). O ensaio de cisalhamento foi realizado com um cinzel, enquanto o de tração utilizou um grampo metálico para puxar o cone de resina. Para o ensaio de microtração, um bloco de RC de cerca de 5mm foi construído sobre a dentina exposta. Com um disco adiantado obtiveram-se palitos com 0,25mm² de secção transversal, fixados a um dispositivo adaptado à máquina para tração a uma velocidade de 0,5mm/minuto. Todos os testes apresentaram resultados semelhantes entre os sistemas adesivos. A comparação entre os testes mostrou que a microtração apresentou valores médios mais elevados (SB ±35MPa; SBMPP ±33MPa; EP ±28MPa) que a tração (SB ±9MPa; SBMPP ±6MPa; EP ±4MPa) ou o cisalhamento (SB ±13MPa; SBMPP ±10MPa; EP ±6MPa). O coeficiente de variação foi menor para os grupos submetidos à

microtração (33,67%, com média de 32MPa) que para os grupos de cisalhamento e tração (52,48% e 57,81%, com médias de 10MPa e 7MPa, respectivamente). Concluiu-se que o teste de microtração foi uma alternativa interessante, que abriria novas possibilidades de estudo.

Neste mesmo ano, PHRUKKANON et al. (1998a) questionaram os resultados dos testes de microtração observados com a utilização de CP com área transseccional quadrada, uma vez que a distribuição do estresse ao longo da interface adesiva com esse formato seria desigual. Foram desenvolvidos desenhos de ensaios de microtração e microcisalhamento utilizando-se espécimes com área transseccional cilíndrica para se avaliar a influência da forma da área adesiva sobre os valores de resistência de união. Sessenta molares humanos tiveram a superfície oclusal removida e planificada e foram divididos em 4 grupos (n=15) de acordo com o sistema adesivo: SBMPPlus[®] (3M), OptiBond FL[®] e OptiBond Solo[®] (Kerr), e One-Step[®] (Bisco). Cada dente foi dividido ao meio e uma metade foi utilizada para o preparo dos CP que seriam submetidos ao ensaio de tração e outra metade destinada ao ensaio de cisalhamento, utilizando-se o adesivo de escolha e construindo-se um bloco de 9mm da resina composta Silux Plus[®] (3M). Os CP foram armazenados por 48h em água a 37°C. De cada metade foram obtidas 3 barras de secção quadrada, que foram retificadas com ponta adiamantada de polimento até se tornarem cilíndricas com diâmetro de 1,2; 1,4 ou 2,0mm. Os ensaios foram realizados com o auxílio de um dispositivo Bencor Multi-T a uma velocidade de 1mm/min sob força de 100N e os valores foram convertidos em MPa. O padrão de fratura foi observado por MEV, classificado como: 1) falha adesiva entre o adesivo resinoso e a dentina; 2) falha adesiva parcial entre o adesivo resinoso e a dentina e falha coesiva parcial no adesivo resinoso; 3) falha coesiva parcial na dentina; e 4) falha coesiva no adesivo resinoso. Os valores médios observados para os 4 sistemas adesivos variaram, nos ensaios de microcisalhamento entre 21,5 e 26,5MPa para os diâmetros de 1,2 e 1,4mm, estatisticamente semelhantes entre si e maiores que 15,8MPa (2,0mm). Para microtração, observou-se um padrão similar de resistência para os diâmetros de 1,2 e 1,4mm (19,9 a 20,9MPa) superiores aos valores médios para 2,0mm (15,6 a 16,0MPa). O tipo de fratura observado foi diferente para os dois ensaios, predominando fraturas coesivas parciais ou totais no microcisalhamento e adesivas para microtração. Observou-se relação inversa entre a área de adesão e a

resistência de união. Sugeriu-se a utilização de espécimes com diâmetro de 1,4mm uma vez que os resultados são similares aos observados com 1,2mm, sendo estes mais passíveis de perdas durante o corte e preparo dos mesmos. Apesar dos valores obtidos para os ensaios de cisalhamento terem sido bastante similares aos de tração, são desenhos de testes muito diferentes, considerando-se a forma de aplicação da força e o padrão de distribuição do estresse, sendo, portanto, complementares.

Os ensaios de microtração poderiam desenvolver um importante papel nas avaliações de resistência de união por produzirem consideravelmente menos fraturas coesivas. Desta forma seriam mais bem correlacionados com a indicação clínica dos materiais. PHRUKKANON et al. (1998b) avaliaram o efeito da forma da área seccional (cilíndrica x retangular) e da área superficial de adesão sobre a resistência de união de 4 sistemas adesivos dentinários (SBMPPlus[®], OptiBond[®] FL, OptiBond[®] Solo e One-Step[®]). A distribuição do estresse foi investigada através de um modelo de AEF. O esmalte oclusal de 50 dentes humanos extraídos foi removido para a construção de um bloco de resina composta. Os espécimes cilíndricos e os retangulares foram obtidos com borrachas adiantadas apresentando 1,1; 1,5 ou 3,1mm² de área aderida e submetidos a tração a uma velocidade de 1mm/minuto. As superfícies fraturadas foram analisadas sob MEV e os tipos de fratura comparados. Não foram observadas diferenças estatisticamente significativas entre os espécimes cilíndricos e retangulares. Os espécimes com área de 3,1mm² apresentaram valores de resistência de união significativamente menores (± 16 MPa) que os grupos de 1,1mm² de área aderida (± 20 MPa). AEF simulou o padrão de distribuição do estresse: observou-se um estresse mínimo no centro da interface aderida e máximo nos cantos dos espécimes retangulares e na periferia dos cilíndricos. Sob MEV, constatou-se a presença de remanescentes de resina composta na periferia dos CP cilíndricos fraturados, assim como nos cantos dos CP retangulares. Concluiu-se que menores áreas de superfície produziram valores de resistência mais altos, independentemente da forma da área de união, provavelmente devido a uma menor ocorrência de defeitos estruturais em áreas pequenas.

Em uma revisão da literatura descrevendo as modificações ocorridas nos ensaios de microtração, PASHLEY et al. (1999) observaram que os espécimes para avaliação da resistência de união dentina / resina composta apresentavam

espessura entre 0,5 a 1,0mm cortados de maneira a concentrar a força de tração na interface adesiva, durante o teste. As vantagens associadas ao teste foram a possibilidade de obtenção de vários corpos-de-prova a partir de um único dente e de avaliar a união resina / tecidos dentais duros a longo prazo. Sua versatilidade não foi observada em nenhum outro ensaio convencional, com alto potencial para avaliação da resistência de união dos materiais adesivos utilizados em odontologia, apesar de exigir maior tempo de trabalho no laboratório.

O ensaio de microtração foi desenvolvido na tentativa de eliminar a distribuição não uniforme do estresse sobre a interface adesiva. Este padrão de distribuição era gerado nos ensaios convencionais de tração e cisalhamento, com fraturas precoces de partes da interface ou do substrato em áreas de alta concentração de estresse. A diminuição do número e do tamanho dos defeitos na zona adesiva diminuiria as falhas coesivas e aumentaria os valores de resistência de união, conforme a forma trans-seccional. Para avaliar a resistência da união entre cerâmicas prensadas sob altas temperaturas e uma resina composta, DELLA BONA et al. (2000) propuseram a utilização deste ensaio. A hipótese era de que a resistência seria determinada pela microestrutura e pelo tratamento da superfície da cerâmica. Segundo as orientações do fabricante, confeccionaram-se 80 blocos das cerâmicas IPS Empress[®] (à base de Leucita – E1) e IPS Empress[®]2 (à base de Lítio – E2), que foram planejados, polidos e limpos em ultra-som. Três espécimes de cada cerâmica foram aleatoriamente selecionados para estudo da microestrutura da superfície polida (espectroscopia dispersiva de comprimento de onda com microsonda de raios-X, e difração de raios-X) e das alterações topográficas produzidas pelos dois ácidos utilizados (MEV). Os seguintes tratamentos de superfície foram testados: HF (Porcelain Etching Gel[®], Chameleon) por 2min, enxaguado por 30s e seco com jato de ar; FFA (Porcelain Etchant[®], Chameleon) por 2 min, enxaguado por 30s e seco com jato de ar; S (Silane Bond Enhancer[®], Chameleon) aplicado na superfície, deixado evaporar por 5min e seco com ar. Os blocos restantes de cada cerâmica foram subdivididos em 10 grupos com três espécimes, segundo o tipo de cerâmica e o tratamento da superfície: 1) E1 – HF; 2) E1 – FFA; 3) E1 – S; 4) E1 – HF + S; 5) E1 – FFA + S; 6) E2 – HF; 7) E2 – FFA; 8) E2 – S; 9) E2 – HF + S; 10) E2 – FFA + S. Os blocos tratados foram estabilizados com polivinil siloxano para aplicação do adesivo (SBMP Plus[®]) e da resina composta (Z100[®], 3M) em camadas de 2mm de espessura, fotoativadas 40s cada

(430mW/cm²). Um disco adiamantado de baixa rotação foi utilizado para cortar os blocos de compósito / cerâmica em barras de $0,85 \pm 0,02 \text{mm}^2$. Foram selecionadas aleatoriamente 20 barras de cada grupo e armazenadas em água destilada a 37°C por 30 dias. Cada CP foi então fixado ao dispositivo Bencor Multi-T (Danville Engineering) com adesivo cianoacrilato (Zapit[®]) e submetido à fratura por tração (0,5mm/min). A área aderida de cada CP foi medida após a fratura para o cálculo da resistência de união. As superfícies fraturadas foram examinadas sob microscopia óptica e eletrônica de varredura, confirmando-se o modo de fratura através do mapeamento por raios-X. O desgaste superficial produzido pelo condicionamento químico com HF foi mais pronunciado que com FFA, independentemente do tipo de cerâmica. Não foi possível obter-se CP do grupo 2, pois os blocos desuniram durante o primeiro corte. As médias de resistência de união em MPa com desvio padrão foram: 1) $9,9 \pm 1,2$; 2) 0; 3) $27,2 \pm 4,8$; 4) $20,6 \pm 3,0$; 5) $13,6 \pm 4,5$; 6) $41,7 \pm 6,7$; 7) $19,1 \pm 2,6$; 8) $30,1 \pm 5,3$; 9) $56,1 \pm 4,1$; 10) $36,9 \pm 3,9$. Estatisticamente tratamentos similares foram associados a diferentes valores de resistência de união para as cerâmicas E1 e E2. Para cada tratamento de superfície, os valores médios observados para E2 foram mais altos que para E1. O Silano melhorou a resistência de união independentemente do tipo de cerâmica ou do condicionamento ácido da superfície. Todas as fraturas ocorreram na zona de adesão, definida pela região em que o adesivo interage com os dois substratos para promover a união, não sendo observada fratura na resina ou na cerâmica. A interpretação adequada do tipo de falha previne conclusões equivocadas sobre a utilidade do ensaio e os fenômenos na zona de adesão. As diferenças na microestrutura e composição da cerâmica foram determinantes no desenvolvimento da retenção micromecânica produzida pelos ácidos, mas não se mostraram críticas para a melhoria da adesão promovida pelo Silano. Clinicamente, médias experimentais de resistência de união não deveriam ser tomadas como indicadores da qualidade de união, devendo-se considerar um percentual entre 1 e 5% de falhas como tolerável. Concluiu-se que os valores obtidos por microtração poderiam ser indicadores viáveis da qualidade da união, uma vez que todas as fraturas ocorreram dentro da zona de adesão.

O efeito da espessura da cerâmica e da imersão dos corpos-de-prova em água por longo prazo foi avaliado por FOXTON et al., em 2002. Foi medida, *in vitro*, a resistência de união por microtração de um cimento resinoso dual a uma cerâmica de Óxido de Sílica utilizando-se 3 diferentes tipos de agente de união. Blocos da

cerâmica Vita Celay[®] (Vita Zanzfabrik, cor A2) foram cortados com disco adiamantado sob irrigação em fragmentos de 12 x 10 x 1, 2 ou 3mm de espessura. Os fragmentos foram polidos e limpos em ultra-som por 5min e então divididos aleatoriamente em dois grupos: 1) 3 pares de 1mm e 3mm; 2) 3 pares de 2mm e 3mm. Os fragmentos de 3mm receberam espaçadores de 200 μ m, ficando na porção inferior. As superfícies foram limpas com AF 40% por 10s, lavadas e secas. Os grupos foram divididos em 3 subgrupos por tratamento de superfície: 1) Clearfil Liner Bond 2V Primer[®] (2VPR) + Porcelain Bond Activator[®] (PBA); 2) Clearfil Liner Bond 2V Primer[®] + Porcelain Bond Activator[®] seguido de Clearfil Liner Bond 2V Bond[®]; 3) Clearfil Photobond[®] + Porcelain Bond Activator[®], segundo instruções dos fabricantes. Os espécimes foram cimentados com CR de dupla ativação (Panavia[®] F), fotoativado por vinte segundos em 6 direções. Todos os espécimes foram armazenados em água a 37°C por 24h e então cortados (disco adiamantado em baixa velocidade, sob irrigação) em 8 fatias de $\pm 0,7$ mm de espessura. Duas fatias de cada grupo foram selecionadas aleatoriamente imediatamente após o corte, uma e seis semanas depois e um ano depois para a obtenção dos CP (área seccional de $0,52 \pm 0,06 \text{mm}^2$), num máximo de 9 palitos por bloco, sendo que o primeiro e o último foram desprezados. Cada palito foi fixado ao dispositivo Bencor Multi-T (Danville Engineering) adaptado à máquina de ensaio e submetido à força de tração (1,0mm/min). As superfícies fraturadas (336) foram analisadas por microscopia confocal de varredura a laser por imagem em 3-D, fazendo-se um mapeamento da porcentagem de cerâmica / cimento resinoso visível na superfície desunida. As fraturas foram classificadas como: A) 100% adesiva na interface; B) mais de 50% de falha adesiva do cimento resinoso na interface de adesão; C) menos de 50% de falha adesiva do cimento resinoso na interface; D) falha coesiva no cimento resinoso; E) falha coesiva na cerâmica. No grupo 1 não houve diferença estatisticamente significativa nos valores observados após 1 dia entre os 3 subgrupos (± 30 MPa), mas após 1 ano 2VPR diminuiu para valores muito inferiores ($0,9 \pm 3,2$ MPa) aos de 2VPR + Bond ($7,7 \pm 15,1$ MPa), enquanto o grupo Photo se manteve estatisticamente sem alteração ($28,1 \pm 14,7$ MPa). Para o grupo 2, os valores de microtração foram semelhantes para os 3 subgrupos, com maiores valores para 2VPR ($32,0 \pm 8,1$ MPa) e menores para Photo ($25,8 \pm 9,3$ MPa) após 6 meses em água, 2VPR + Bond e Photo apresentaram valores similares aos do 1º. dia, mas 2VPR reduziu para $1,4 \pm 4,1$ MPa. Após 1 ano, Photo apresentou os maiores valores

($17,3 \pm 15,0$ MPa), sendo que 2VPR chegou a zero. Quanto ao tipo de falha, no grupo 1 os três subgrupos mostraram diminuição da percentagem de falhas coesivas no cimento resinoso e aumento do número de falhas adesivas completas com o tempo de armazenamento. O grupo 2 exibiu um padrão semelhante ao 1 em todos os tempos avaliados, com 2VPR apresentando maior porcentagem de falhas adesivas e Photo a menor, após um ano. Dos 336 palitos, 63 fraturaram quando do preparo para o teste, sendo incluídos com o valor zero. A susceptibilidade do cimento resinoso dual à degradação hidrolítica do adesivo cerâmico foi provavelmente devida à composição química do multicomponente do primer cerâmico (dois frascos, autocondicionante dentinário com Silano separado). A redução dos valores entre 1 e 6 semanas no grupo 2 em comparação com 6 semanas e 1 ano no grupo 1 indicou que a espessura da cerâmica afetou a durabilidade da união, ainda que a fonte de luz tenha sido multidirecional sobre o cimento resinoso. A aplicação adicional de uma camada de adesivo resinoso na superfície da cerâmica silanizada melhorou a durabilidade da união. Photo contém etanol e dimetacrilato em vez de água, o que o torna mais hidrofóbico que 2VPR, aumentando sua capacidade de molhamento da superfície cerâmica.

Para DELLA BONA et al. (2003) o ensaio de microtração seria apropriado para a avaliação da resistência de união entre uma resina composta e uma cerâmica devido à maior uniformidade do estresse na interface. Realizou-se um estudo *in vitro* considerando-se a hipótese de que maiores valores de resistência à tração levariam ao rompimento da interface resina-cerâmica, propagando-se dentro de um dos dois materiais. Quinze blocos da cerâmica prensada a alta temperatura à base de Leucita IPS Empress[®] (E1) e 15 da cerâmica à base de Dissilicato de Lítio IPS Empress[®]2 (E2) foram confeccionados pela técnica da cera perdida e posteriormente jateados, polidos e enxaguados. Cada 3 blocos de E1 e E2 receberam um dos seguintes tratamentos de superfície: HF 9,6% por 2min, enxaguado (30s) e seco com ar; FFA 4,0% por 2min, enxaguado (30s) e seco com ar; S – Silane Bond Enhancer[®], deixado evaporar por 5min e seco com ar; HF + S; FFA + S. Com os blocos estabilizados com polivinilsiloxano, aplicou-se na superfície tratada o adesivo (SBMPPlus[®], 3M), fotoativado por 10s previamente à RC (Z100[®], 3M) em camadas de 2mm fotoativadas por 10s ($430\text{mW}/\text{cm}^2$). Os blocos foram cortados com um disco serrilhado adiamantado em baixa rotação, obtendo-se 20 barras de cada grupo aleatoriamente, armazenadas em água destilada a 37°C por 30 dias. Cada barra foi

colada à superfície plana do dispositivo Bencor Multi-T com adesivo cianoacrilato (Zapit[®]) e submetida à força de tração (0,5mm/min) em uma máquina Instron e os dados foram submetidos a análise estatística. As superfícies fraturadas foram avaliadas em microscopia óptica e MEV para a determinação do tipo de falha (origem da fratura e princípios fractográficos), confirmado através de raio-X com mapeamento por pontos. A área média de adesão foi de $0,85 \pm 0,02\text{mm}^2$. Observou-se que o HF produziu um condicionamento mais pronunciado que o FFA independentemente do tipo de cerâmica. Todos os espécimes do grupo E1 FFA descolaram durante o corte. As médias de resistência de união, em MPa, para cada tipo de tratamento de superfície foram sempre maiores para E2 (HF $\pm 43,7$; FFA $\pm 20,1$; S $\pm 32,4$; HF + S $\pm 57,5$; FFA + S $\pm 38,8$) que para E1 (HF $\pm 10,6$; S $\pm 28,8$; HF + S $\pm 21,9$; FFA + S $\pm 15,3$), sendo que o Silano melhorou a resistência de união independentemente do tipo de cerâmica ou do tratamento de superfície. Para a análise do tipo de fratura, definiu-se como “zona de adesão” a região na qual o adesivo interagiu com os dois substratos promovendo a união. As superfícies fraturadas não apresentaram resíduos de resina composta ou de cerâmica. Todos os grupos condicionados com FFA apresentaram ruptura da interface adesivo / cerâmica. Os grupos E1 HF, E1 HF + S e E2 HF + S fraturaram predominantemente na interface adesivo/cerâmica restando parte do adesivo na superfície da cerâmica. Nos grupos E1 S e E2 HF o volume de adesivo aderido à cerâmica foi ainda maior que nos anteriores. Dois espécimes de E1 S apresentaram a mesma quantidade de adesivo aderido à cerâmica e à resina. Os ensaios convencionais de tração e cisalhamento produzem fraturas longe da zona de adesão. As falhas nos substratos impedem a medida de resistência de união interfacial e limitam melhorias nos sistemas adesivos. As diferenças na composição e microestrutura das cerâmicas determinaram padrões de condicionamento distintos, mas não foram críticas para a melhoria alcançada com a silanização. O ensaio de microtração mostrou-se viável na avaliação da qualidade da união cerâmica / compósito, uma vez que todas as fraturas ocorreram dentro da zona de adesão. A análise microscópica do tipo de fratura e o mapeamento por raios-X propiciariam uma descrição mais completa e consistente do processo de fratura, demonstrando que a qualidade da adesão não deveria ser avaliada apenas com base nos valores de resistência de união.

A obtenção de restaurações indiretas a partir de blocos de cerâmica ou resina composta pelo sistema CAD/CAM elimina os problemas inerentes à confecção do trabalho protético em incrementos, possibilitando a obtenção de uma restauração com características mais uniformes e propriedades mecânicas superiores. Para avaliar o efeito de diferentes tratamentos de superfície de uma cerâmica pré-fabricada sobre a resistência de união com o cimento resinoso, EL ZOHAIRY et al. (2003) utilizaram 12 blocos Cerec Vitablocks Mark II[®]. A superfície de cimentação foi preparada com lixa impregnada com Carbetto de Silício grana 600, limpa em ultra-som com água destilada por 5min e seca com jato de ar. Foram selecionados 3 compósitos, com seus respectivos sistemas adesivos: Tetric Flow[®] (fotoativado) + Syntac[®] (Vivadent); Nexus 2[®] (dupla ativação) + Optibond[®] Solo Plus (Kerr); RelyX[®] (dupla ativação) + Scotchbond[®] 1 (3M ESPE). Definiram-se 4 tipos de tratamento de superfície para cada cimento: 1) sem tratamento (controle); 2) adesivo fotoativado (uma camada); 3) HF 8% (2min) enxaguado por 1min e seco com jato de ar + S (Monobond-S[®] por 60s), seco com jato de ar; 4) semelhante ao 3 + adesivo fotoativado. O cimento resinoso de escolha foi aplicado em camadas, fotoativadas por 40s, até uma espessura de 5mm. Os espécimes foram então armazenados em água destilada a 37°C por 24h e submetidos a cortes com disco adiantado de baixa rotação (da resina para a cerâmica) até a obtenção dos CP com 1mm² de área aderida. Dez CP, escolhidos aleatoriamente de cada bloco, foram submetidos ao ensaio de microtração (1mm/min) em um dispositivo modificado. O padrão de fratura foi observado sob lupa estereoscópica e MEV, sendo classificado como: A) falha adesiva na interface cerâmica/resina; B) falha coesiva na cerâmica; C) falha coesiva na resina; D) falha mista A e B; E) falha mista A e C. As barras dos grupos controle ou tratados apenas com adesivo apresentaram 100% de desunião durante os procedimentos de corte. Os maiores valores médios de união foram observados para o grupo de tratamento 4 com o cimento Nexus 2[®] (± 37 MPa). Os outros grupos apresentaram valores médios em torno de 25MPa. Trinta por cento das falhas foram adesivas e 68% mistas. Observou-se a importância do condicionamento da cerâmica com HF e sua silanização previamente à cimentação adesiva, independentemente do cimento utilizado. A utilização de um adesivo associado à Tetric Flow[®] ou ao RelyX[®] não gerou valores de resistência de união mais altos. A presença de carga no adesivo Optibond[®] Solo Plus pode ter influenciado positivamente os valores mais altos observados no grupo 4 do Nexus 2[®]. O cimento RelyX[®] gerou maior número de

CP que sofreram desunião prematura. Concluiu-se que o ensaio de microtração seria viável para avaliar união entre o cimento resinoso e a cerâmica, sugerindo-se a utilização de um filme de cimento entre dois substratos em estudos posteriores, refletindo uma situação mais próxima da prática clínica.

As propriedades das cerâmicas odontológicas têm passado por várias modificações visando sua utilização com maior segurança clínica e melhores resultados estéticos. A introdução de vidros hidrotérmicos nas cerâmicas feldspáticas conferiu à restauração uma resistência ao desgaste semelhante à do esmalte dental, assim como diminuiu sua faixa de fusão e melhorou os resultados estéticos com camadas finas. Com a utilização de técnicas adesivas de cimentação, os testes de resistência de união tornaram-se importantes na pesquisa odontológica, conferindo parâmetros para utilização clínica. LOPES et al. (2003) avaliaram a resistência da adesão, por microtração, entre a cerâmica hidrotérmica Symbio Ceram[®] (Degussa) silanizada ou não e o cimento resinoso de dupla ativação Panavia[®] F (Kuraray). Foram confeccionados 2 blocos de cerâmica, radiografados para avaliar a presença de poros ou defeitos estruturais, que se presentes determinariam o descarte do referido bloco. Os blocos (6 x 6 x 15mm) foram divididos em 3 partes iguais no sentido do comprimento. A partir de um molde em silicona de adição pesada (Express[®], 3M) desses segmentos, obtiveram-se blocos de RC (Filtec Z 100[®]). A superfície da cerâmica foi asperizada com ponta adiamantada cilíndrica e tratada como se segue: 1) HF 10% por 5min, enxaguado por 15s, seco com jato de ar; 2) HF + Silano[®] (Dentsply – mistura dos líquidos A e B e aplicação 5min após a mesma). Os blocos de resina foram cimentados à superfície tratada com Panavia[®] F sob força de 1kgf, seguido de fotoativação por 40s em cada face. Os espécimes foram armazenados em água destilada a 37°C por 7 dias, quando foram cortados com disco adiamantado. A porção externa dos blocos foi removida para evitar que a presença de cimento em excesso influenciasse nos valores finais. Nove CP foram obtidos de cada bloco, perfazendo um total de até 27 CP por tratamento, com comprimento de ± 10 mm e área adesiva de $1 \pm 0,1$ mm². Foram selecionados para o teste de microtração 10 CP que não apresentavam nenhum tipo de fratura após o corte. Cada CP foi fixado a um paquímetro com cianoacrilato (Super Bonder[®]) com a região da zona adesiva livre entre as garras do dispositivo. O tracionamento foi realizado em máquina de ensaio universal a 0,5mm/min, com célula de força de 10kgf. Os valores médios obtidos para o grupo 1

foram $15,09 \pm 3,97$ MPa, estatisticamente menores que os do grupo 2 ($27,06 \pm 10,59$ MPa). A silanização da cerâmica Symbio[®] após a aplicação do HF aumentou a resistência adesiva entre esta e o cimento resinoso. Os autores afirmaram que embora os estudos de microtração na literatura enfoquem a adesão de materiais à dentina e ao esmalte, a metodologia apresentada mostrou-se eficaz para a avaliação da resistência de união entre o CR e materiais cerâmicos.

Com o objetivo de avaliar a influência do condicionamento com HF e do agente de união Silano (RelyX Ceramic Primer[®], 3M) na resistência de união entre uma RC e a cerâmica IPS Empress[®]2 (Ivoclar), FILHO et al. (2004) confeccionaram 4 blocos da cerâmica. Estes foram preparados com lixas de número 220, 360 e 600 e então submetidos a JOA por 15s a 10mm de distância. Após limpeza com água destilada em ultra-som, foram definidos 4 tipos de tratamento: 1) HF 9,5% 20s + S (3min seco com ar por 30s); 2) S (3min seco com ar por 30s); 3) HF 20s; 4) sem tratamento. Aplicou-se o adesivo SBMP[®] (3M) que foi fotoativado previamente à colocação da RC Z250[®] (3M) em camadas de 1mm. Após armazenamento por 24h em água destilada a 37°C, obtiveram-se os CP em forma de palitos com as dimensões de 0,9 x 0,9mm. Todos os CP do grupo 4 desuniram durante o procedimento de corte. Vinte e cinco CP de cada grupo foram selecionados aleatoriamente para o ensaio de microtração. Utilizando o dispositivo Bencor Multi-T, os CP foram fixados com cianoacrilato e submetidos ao ensaio a uma velocidade de 0,5mm/min. Os valores médios, em MPa, foram estatisticamente diferentes: 1) $56,8 \pm 10,4$; 2) $44,8 \pm 11,6$; 3) $35,1 \pm 7,7$. A análise sob MEV das superfícies fraturadas evidenciou que não houve fraturas coesivas na cerâmica ou na RC. Predominantemente, os grupos 3 e 4 apresentaram fraturas mistas e o grupo 2 fraturas adesivas. Concluiu-se que o HF melhorou a resistência adesiva, mas que o Silano exerceu grande influência no resultado final. Entretanto, a aplicação do JOA previamente ao tratamento de superfície proposto pode ter influenciado positivamente os resultados do grupo 2 (apenas silanizado), apesar do jateamento apenas não promover retenção micromecânica adequada, uma vez que não foi possível se obter nenhum CP do grupo 4 (sem tratamento, apenas JOA + adesivo).

O ensaio de microtração seria capaz de solucionar algumas limitações dos ensaios tradicionais de tração e cisalhamento, nos quais freqüentemente ocorrem fraturas coesivas, o que dificulta a obtenção de valores reais de resistência adesiva acima de 25MPa. Na microtração, uma força puramente de tração é aplicada numa

secção transversal muito pequena da interface adesiva. A distribuição do estresse nessa interface seria uniforme, evitando fraturas coesivas e diminuindo a variabilidade do teste. Baseados nessas afirmações, SADEK et al. (2004) avaliaram a influência da geometria dos espécimes em dentina e esmalte para o ensaio de microtração. Trinta e dois molares hígidos, extraídos por razões ortodônticas, foram divididos em dois grupos: esmalte (E), onde se fez a asperização e planificação da superfície vestibular; e dentina (D), removendo-se o terço oclusal com exposição da dentina planificada. As superfícies preparadas receberam a aplicação de um sistema adesivo experimental (ABF, Kuraray) e um bloco de resina composta de 5 x 5 x 5mm (Clearfil APX[®], Kuraray) foi construído sobre o dente (técnica incremental, 40s de fotoativação por incremento, a 600mW/cm²). Após armazenamento em soro fisiológico a 37°C por 24 horas, os dentes foram divididos aleatoriamente em 4 subgrupos de acordo com o formato (ampulheta ou palito) e a área de união (0,5 x 0,5mm ou 1 x 1mm). Os espécimes foram seccionados com disco adiantado paralelamente ao longo eixo do dente. Para a obtenção das ampulhetas, entalhes foram realizados com ponta adiantada de granulação fina. Para os palitos, foram feitos cortes perpendiculares aos primeiros. Três CP de cada condição experimental foram aleatoriamente selecionados e preparados para MEV, sendo os demais submetidos à microtração (aderidos com adesivo a base de cianoacrilato, Zapit[®], a um paquímetro digital com precisão de 0,01mm a uma velocidade de 0,5mm/min). Os espécimes em dentina obtiveram valores médios de resistência adesiva significativamente maiores (51,24MPa) que em esmalte (41,97MPa). Os CP em forma de palito apresentaram valores médios maiores (51,54MPa) que os de ampulheta (41,66MPa). Quanto maior a área de união do CP, menor a resistência adesiva observada. A porcentagem de perdas prematuras em esmalte foi 3 a 4 vezes maior que na dentina. Em MEV, linhas de fratura foram observadas na interface adesiva da ampulheta, na área de atuação da broca para a confecção do entalhe, também com maior frequência em esmalte. Concluiu-se que os CP para ensaios de microtração devem ter o formato de palito, uma vez que o estrangulamento dos espécimes gera maior estresse na interface adesiva, observando-se redução dos valores de resistência adesiva e trincas, visualizadas em MEV.

Entretanto, REIS et al. (2004) questionaram a reprodutibilidade do método de microtração, relacionando variáveis a serem consideradas no procedimento de

adesão, assim como diferenças metodológicas que poderiam alterar os resultados de avaliação de um mesmo material sob condições diversas. São citados a forma do espécime, o tamanho da área de adesão, a velocidade utilizada durante o ensaio, o protocolo de armazenamento e a velocidade de corte durante o preparo dos espécimes. Frequentemente utiliza-se um disco adiantado em baixa velocidade, mas a velocidade do corte não é indicada, e comumente realizam-se as avaliações 24h após o procedimento adesivo. Avaliou-se a relação entre o tempo de armazenamento dos espécimes cimentados, anteriormente ao corte, assim como a velocidade do corte durante o preparo dos CP, e os valores de resistência de união entre a dentina e o adesivo. Trinta e seis terceiros molares humanos extraídos foram cortados, expondo a dentina a ser tratada pelo sistema adesivo Single Bond® (3M) previamente à construção de um bloco da RC Z250® (3M). Variou-se o tempo de armazenamento dos espécimes em água destilada a 37°C (10 minutos, 24 horas e uma semana) e a velocidade de corte para a obtenção dos CP em forma de palito (100, 300 e 500rpm), com área adesiva de cerca de 0,8mm². O ensaio de microtração foi realizado a uma velocidade de 0,5mm/min, em máquina de ensaios universal. O padrão de falhas, sob aumento de 400x, foi classificado como: C - coesiva na dentina ou na RC; A - adesiva na interface entre a dentina e a RC; M - mista, combinação das falhas adesiva e coesiva. Os maiores valores de resistência de união foram observados no grupo armazenado por uma semana e cortado a 500rpm (± 49 MPa) e os menores no grupo cortado imediatamente após a construção do bloco de RC e a uma velocidade menor, 100rpm (± 34 MPa). Não ocorreu nenhuma falha coesiva. Os autores sugeriram que as variáveis tempo de armazenamento e velocidade de corte dos espécimes fossem consideradas e padronizadas no preparo dos CP para microtração, para permitir a comparação dos resultados observados por diferentes autores.

Os valores de resistência de união calculados dividindo-se a força no momento da fratura pela área de adesão são tidos como valores de “resistência nominal”, mas seriam válidos apenas quando a força aplicada fosse distribuída igualmente através de toda a interface aderida. Um fator crucial na determinação da utilidade de ensaios mecânicos específicos seria o domínio do padrão de estresse envolvido na falha adesiva. Os ensaios de microtração têm resultado em valores de resistência de união bastante elevados, mas EL ZOHAIRY et al. (2004) questionaram a influência da fixação dos CP por sua porção lateral, e não pelo topo

das extremidades, como preconizado no ensaio de tração convencional. Avaliou-se a resistência por microtração de barras de compósito retangulares, variando-se a largura e a espessura da porção fixada ao dispositivo de tração e através de AEF na determinação do padrão de estresse envolvido. Três blocos da RC Sinergy® (Coltène) com 15 x 10 x 10mm foram preparados em incrementos fotoativados por 40s e armazenados em água destilada a 37°C por 1 dia, cortados em sete tiras de 1mm de espessura e 10mm de comprimento. Obtiveram-se então palitos com diferentes larguras, divididos em 5 grupos: um com CP de 1 x 1mm, dois com 1 x 2mm e dois com 1 x 3mm. A fixação dos CP no dispositivo de tração foi realizada ao longo de toda a face de 1mm de espessura em três grupos e ao longo da face de 2mm e 3mm em dois grupos, ficando uma largura padrão de 2mm livre entre as partes do dispositivo, para todos os grupos. A velocidade de tracionamento foi de 1mm/min calculando-se os valores de resistência à tração de cada barra dividindo-se 80% do valor da força no momento da falha pela área trans-seccional, considerando-se que apenas 80% da força é de fato transmitida, uma vez que a fixação do CP foi lateral. Para os grupos com área de fixação de 1mm os valores de resistência de união diminuíram com o aumento da espessura do CP (1mm \pm 44,3MPa; 2mm \pm 27,7MPa; 3mm \pm 19,0MPa). Quando a área de fixação variou entre 1, 2 e 3mm mantendo-se constante a espessura do CP (1mm) não houve alteração significativa entre os valores observados (44,3 ; 38,7 e 36,5MPa, respectivamente). Ficou demonstrada a relação inversa entre a largura do CP e a resistência à microtração. Na AEF observou-se uma distribuição não uniforme do estresse gerado sob força, com a fixação lateral do CP, observando-se maior concentração na região mais próxima do ponto de fixação. A diminuição da espessura do CP melhorou a distribuição do estresse, que não se alterou quando a largura da face aderida do CP aumentou para 2 e 3mm. No desenho controle, onde a força de tração foi aplicada nas extremidades da barra, no sentido axial, não houve concentração de estresse, mostrando ser este o modelo ideal para o ensaio de microtração. Entretanto, dada a impossibilidade de fixação dos CP em forma de palito pelas extremidades, concluiu-se que estes deveriam ter a menor espessura possível, considerando-se a dificuldade de corte sem fraturas prematuras, e ser fixados lateralmente e com a superfície livre o mais próxima possível do ponto de aplicação da força.

3 OBJETIVOS

3.1 OBJETIVO GERAL:

Avaliar a influência do tratamento térmico do Silano Monobond-S[®] sobre a resistência de união entre a cerâmica IPS Empress[®]2 e o cimento resinoso quimicamente ativado C&B[™] Cement, após a aplicação do adesivo de ativação química Lok[®], através de ensaio de microtração.

3.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS:

I – observar morfologicamente a superfície da cerâmica estudada, sob microscopia eletrônica de varredura, após os diferentes padrões de evaporação propostos para o agente Silano, em comparação com a superfície não silanizada;

II – avaliar se diferentes formas de evaporação do Silano (à temperatura ambiente e a $50^{\circ}\pm 5^{\circ}\text{C}$) e se a remoção da camada mais superficial do Silano com água em diferentes temperaturas (ambiente e em ebulição) levariam a valores de resistência de união distintos;

III – determinar se métodos alternativos de evaporação do agente Silano aplicado sobre a cerâmica, sem a utilização de mecanismos de retenção micromecânica, gerariam valores de resistência de união comparáveis ao grupo condicionado com Ácido Fluorídrico e silanizado;

IV – avaliar o tipo de fratura predominante para cada condição avaliada;

V – desenvolver um dispositivo para adaptação à máquina de ensaios universal que favoreça a distribuição uniforme do estresse no sentido do longo eixo do corpo-de-prova, sob tração.

4 MATERIAL E MÉTODOS

4.1 Material

Foi realizado um estudo *in vitro* utilizando-se os materiais listados no quadro 1 (p.114). A cerâmica selecionada para o presente estudo foi o IPS Empress^{®2} (Ivoclar), descrita por SCHWEIGER et al. (1999) como um vidro-cerâmico de Dissilicato de Lítio prensável, de alta resistência, derivado do sistema $\text{SiO}_2 - \text{LiO}_2$. Este é produzido pela fusão de um vidro (1400 a 1600°C) posteriormente pulverizado e cristalizado em processo de sinterização por calor e pressão, ao qual são adicionados óxidos, carbonatos e fosfatos em sua forma natural. O material liquefeito era resfriado em água, moído em um pó fino e prensado em cilindros de 13mm de diâmetro por 12 ou 24mm de altura densamente sinterizados (850 a 900°C) sob vácuo. Durante esse processo os cilindros também são cristalizados, produzindo-se pastilhas que serão aquecidas sob pressão em um forno. O vidro-cerâmico é pressionado em um molde refratário a 920°C (20bar por 20 minutos sob vácuo parcial de 20 a 50mbar). A cerâmica fundida se torna então viscosa e escoava com certa consistência para dentro do molde (5 a 20min). A microestrutura após a prensagem mostra grande quantidade de cristais alongados (60% em volume) com 0,5 a 4µm responsáveis pela resistência à flexão e à fratura do material, que representam a fase principal de Dissilicato de Lítio, além de cristais de Ortofosfato de Lítio (0,1 a 0,3µm). O crescimento dos cristais durante as fases de sinterização e prensagem proporciona uma adesão homogênea entre os mesmos e a matriz de vidro, inibindo a propagação de fendas.

QUADRO 1: Material utilizado para a confecção e cimentação dos espécimes.

MATERIAL	FABRICANTE	COMPOSIÇÃO
	LOTE	
IPS Empress® 2 Cor 400, 24mm	Ivoclar Vivadent* E50753	Vidro-cerâmico de Dissilicato de Lítio
Monobond-S® Agente condicionador para ligação cerâmica-resina	Ivoclar Vivadent* F56941	3-Metacriloxipropil-trimetoxisilano Solução de água/etanol/ácido acético (pH=4)
Lok® Fluorise Releasing Multipurpose Adhesive	SDI [†] 045709	BASE: Dimetacrilato, butil-hidroxitolueno e Amina Terciária CATALISADOR: Dimetacrilato, Peróxido de Benzoíla, Butil-hidroxitolueno
C&B™ Cement Self-cured	Bisco* 0400007927	Bisfenol A Diglicidimetacrilato Trietilenoglicoldimetacrilato, Sílica
InTen-S® Cor C4	Ivoclar Vivadent* D59961	Compósito híbrido – Bis-GMA, Dimetacrilato de Uretano, Trietilenoglicol Dimetacrilato, carga inorgânica

* Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein.

[†] SDI, Bayswater, Victoria, Australia.

* Bisco, Schaumburg, Illinois, U.S.A.

4.2 Confeção dos blocos cerâmicos

Dezoito blocos de cera para escultura (Kota), com as dimensões de 6 x 14 x 14mm (massa de no máximo de 1,2g) foram incluídos no revestimento fornecido pelo fabricante da cerâmica (IPS Empress[®]2 Special Investment Material, Ivoclar Vivadent Technical), na forma de pó e líquido, cujas orientações do fabricante para manipulação e inclusão foram seguidas (FIG. 1).

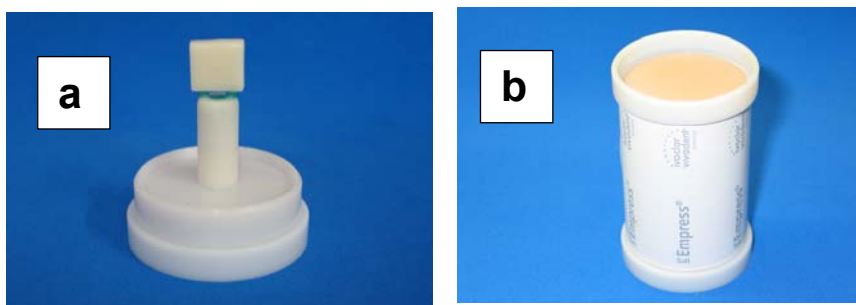


FIGURA 1: (a) Posicionamento do bloco de cera no anel plástico (fornecido pelo fabricante); (b) anel para inclusão com revestimento especial .

Cada anel, após a inclusão, foi mantido à temperatura ambiente por uma hora e 10 minutos e então levado ao forno convencional (Heat Inox Furnace, 4 Step Pro, Pro-técnica), posicionado com inclinação de 30 graus, à temperatura ambiente. A temperatura foi elevada até 250°C a uma velocidade de 5°C/min, mantida a 250°C por 30 minutos e elevada a 850°C em 60 minutos. O conjunto molde em revestimento e êmbolo para injeção da pastilha cerâmica foi colocado no forno IPS Empress[®] Systems EP 600, a 700°C, para a fundição a 1075°C (FIG. 2).

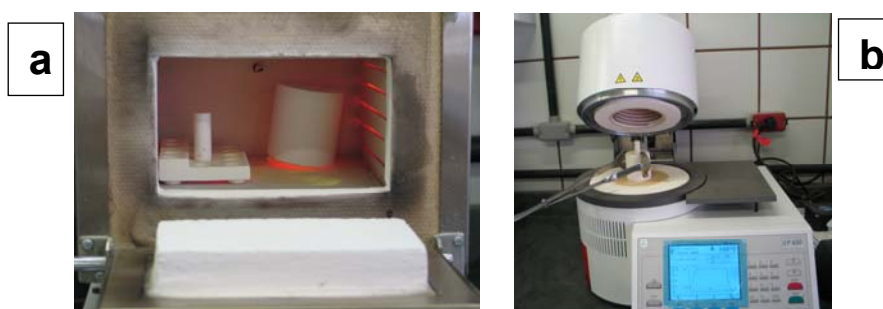


FIGURA 2: (a) Eliminação da cera em forno convencional e aquecimento do êmbolo; (b) molde de revestimento com êmbolo posicionado, no forno IPS Empress[®] Systems EP 600.

Após a remoção do revestimento por corte e jateamento com Óxido de Alumínio (100µm a 2,0bar), dezoito blocos de cerâmica com dimensões semelhantes às dos blocos de cera foram obtidos. Uma superfície foi preparada com lixas papel impregnado com Carbetto de Silício (granos 240 e 320) em politriz (Struers Knuth-

Rotor-3, Laboratório de Metalografia e Tratamentos Térmicos do Departamento de Engenharia Metalúrgica da EEUFMG) sob irrigação abundante com água. Os blocos foram limpos com álcool 70°, lavados com água destilada e armazenados a seco em potes plásticos fechados até os procedimentos prévios à cimentação.

4.3 Confeção dos blocos de resina composta

Confeccionou-se um molde em polivinilsiloxano (Adsil[®], Vigodent), na consistência pesada com as dimensões dos blocos de cera (FIG. 3). A partir deste molde, foram construídos 18 blocos da resina composta InTen-S[®] (Ivoclar Vivadent) cor C4 em incrementos de 2mm fotoativados por 40s cada (intensidade de luz de 450mW/cm² – XL 1500, 3M, aferido com radiômetro). Ao ser retirado do interior do molde, todas as faces do bloco de resina foram novamente fotoativadas por 40s em um ângulo de 90 graus com a superfície. Cada bloco foi então levado para acabamento superficial em politriz conforme a mesma seqüência de lixas, limpeza e armazenamento descritos para os blocos de cerâmica.



FIGURA 3: (a) Molde em polivinilsiloxano para obtenção dos blocos de resina composta; (b) resina In Ten-S[®]; (c) blocos de cerâmica (acima) e resina (abaixo) após o acabamento.

4.4 Determinação dos grupos de estudo

Os dezoito blocos de cerâmica foram divididos em 6 grupos, com 3 blocos em cada, conforme o padrão de aplicação e evaporação do agente Silano Monobond-S[®] (Ivoclar Vivadent). Definiu-se como controle o tratamento de superfície realizado com a aplicação do Ácido Fluorídrico 10% (Condicionador de Porcelanas, Dentsply) seguida pela silanização, conforme indicado pelo fabricante da cerâmica (aplicação em uma camada, seca a temperatura ambiente por 3 minutos). O controle negativo não recebeu nenhum tratamento previo à aplicação do adesivo. Os demais grupos foram definidos de acordo com o padrão de evaporação do agente Silano que se pretendia avaliar. A aplicação do Monobond-S[®] foi padronizada para todas as

amostras em uma camada com Microbrush[®] (SDI) de forma a molhar toda a superfície, sem fricção. Para a evaporação a quente, utilizou-se uma estufa odontológica (Odontobrás[®]) com um termômetro acoplado à sua saída de ar.

GRUPO 1: controle negativo, sem silanização;

GRUPO 2: Ácido Fluorídrico aplicado por 1 minuto, seguido do Silano deixado secar à temperatura ambiente por 3 minutos;

GRUPO 3: Silano seco à temperatura ambiente por 3 minutos, enxagüado com água corrente e seco também à temperatura ambiente por mais 3 minutos;

GRUPO 4: Silano seco à temperatura ambiente por 3 minutos, enxagüado com água em ebulição por 5 segundos e seco à temperatura ambiente por 3 minutos;

GRUPO 5: Silano seco à temperatura ambiente por 3 minutos, enxagüado com água em ebulição por 5 segundos, seco em estufa a $50\pm 5^{\circ}\text{C}$ por 3 minutos.

GRUPO 6: Silano seco em estufa a $50\pm 5^{\circ}\text{C}$ por 3 minutos, enxagüado com água em ebulição por 5 segundos e seco à temperatura ambiente por 3 minutos.

4.5 MEV representativa da cerâmica

Seis blocos cerâmicos com as dimensões de 6 x 6 x 4mm foram confeccionados, recebendo acabamento com lixas de papel impregnadas com Carbetto de Silício granas 320, 400, 600 e 1000 para avaliação da superfície em MEV antes e após a silanização, conforme os grupos 3 a 6 descritos no item anterior, além de uma amostra apenas polida, sem a aplicação do Silano e outra silanizada e seca à temperatura ambiente. Cada superfície recebeu metalização com Ouro (Au Sputter Coater SPI Supplies – Division of Structure Probe, Inc.) para análise em MEV (Scanning Electron Microscope, Jeol/JSM – 6360LV, Japan, 2004), 15kV, com aumento de 3.500x, no Laboratório de Microscopia Eletrônica do Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais da EEUFMG).

4.6 Cimentação da cerâmica à resina composta

Cada bloco cerâmico foi cimentado a um bloco de resina composta. A superfície da resina a ser aderida recebeu o mesmo tratamento com o agente Silano que a cerâmica correspondente. No grupo 1 (controle negativo), a resina também não foi silanizada. No grupo 2, onde a cerâmica foi condicionada com HF, a resina foi limpa com Ácido Fosfórico 34% por 1min antes da silanização. Após o tratamento das superfícies conforme o grupo, todas as amostras receberam a aplicação de uma camada do adesivo Lok[®], apresentado na forma de base e catalisador, que foram

dispensados, manipulados e aplicados conforme as instruções do fabricante. Foi utilizado um novo pincel para cada bloco de resina ou cerâmica, que era seco em papel absorvente e novamente passado na superfície a ser tratada até que todo o excesso visível de adesivo fosse eliminado (FIG. 4).

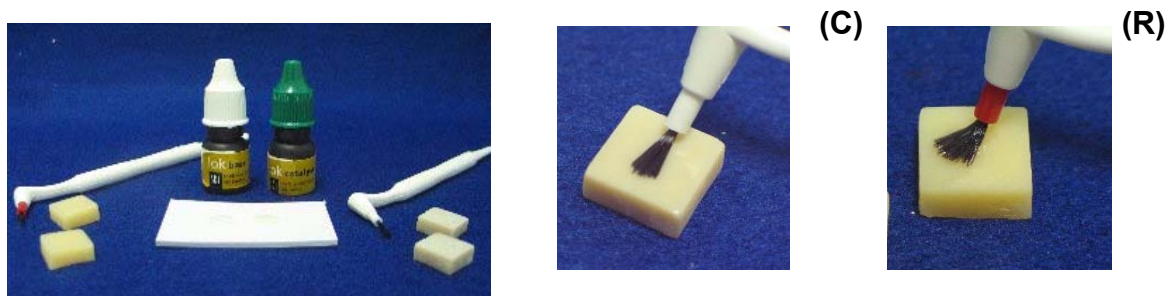


FIGURA 4: Proporcionamento e aplicação do adesivo quimicamente ativado na superfície da cerâmica (C) e da resina (R).

O cimento resinoso C&BTM foi então dispensado em partes iguais por volume de base e acelerador em bloco de papel impermeável, manipulado com espátula de plástico por 15s e aplicado com a espátula sobre toda a superfície da cerâmica, que era então posicionada sobre a superfície preparada do bloco de resina correspondente, num tempo de trabalho de 45 segundos. Uma carga de cimentação de 100gf foi aplicada com o auxílio de um dispositivo adaptado por um período de 5min a partir do início da manipulação do cimento resinoso. O excesso de cimento não foi removido a fim de se evitar o deslocamento dos blocos (FIG. 5). Os blocos cimentados ficaram armazenados imersos em água à temperatura ambiente por 7 dias antes do corte para a obtenção de corpos-de-prova (CP) paralelos.

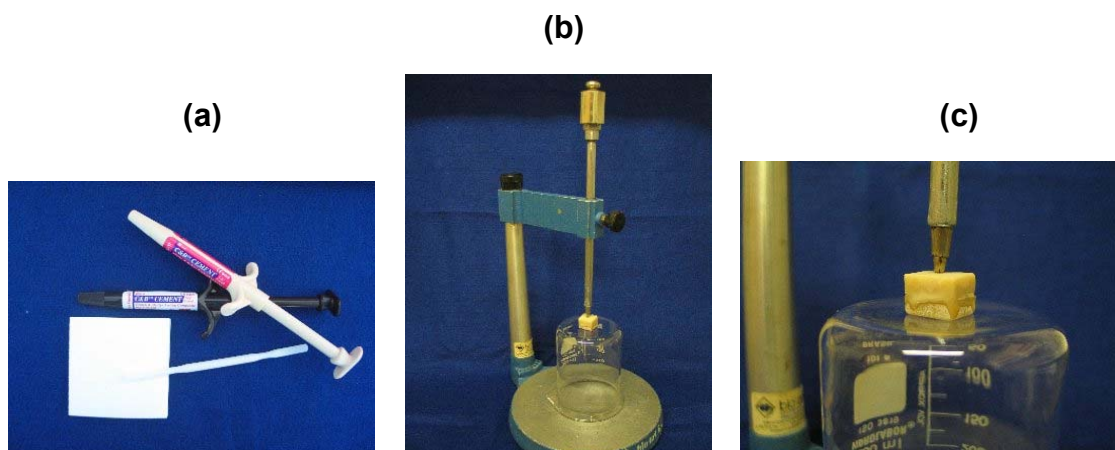


FIGURA 5: (a) Cimento Resinoso; (b) Dispositivo adaptado para cimentação (carga de 100gf); (c) Blocos cimentados: observa-se a presença dos excessos de cimento.

4.7 Preparação dos corpos-de-prova (CP)

Cada bloco foi fixado com SuperBonder[®] Gel (Loctite) em uma placa adaptada ao dispositivo de corte da Isomet[®] 1000 (Buehler, Illinois, U.S.A.). Os cortes foram realizados com disco adiamantado (Buehler[®] Diamond Wafering Blade, # 11.4254, 4"dia x 0,012" – 102mm x 0,3mm, ½", 12,7mm; Illinois, U.S.A.) em baixa rotação (450rpm) sob irrigação abundante e carga de 300gf, da resina para a cerâmica, de tal forma que se obtivessem tiras de aproximadamente 1,5mm de espessura. Não foram obtidos CP das tiras das porções externas dos blocos, que foram desprezadas. Em cada tira, fixada à mesma placa com godiva em bastão (Godibar[®] bastão, Lysanda), foram realizados cortes a um ângulo de 90° com o primeiro (velocidade de 200rpm, carga de 50gf) produzindo os CP paralelos (FIG. 6). Tanto as tiras quando os CP paralelos eram removidos da placa com o auxílio de uma lâmina de bisturi número 15. A fixação com Super Bonder[®] Gel permitia um menor tempo de corte do bloco, mas impediria a remoção dos CP sem fratura após o corte da tira, por isso a opção pela Godiva[®].

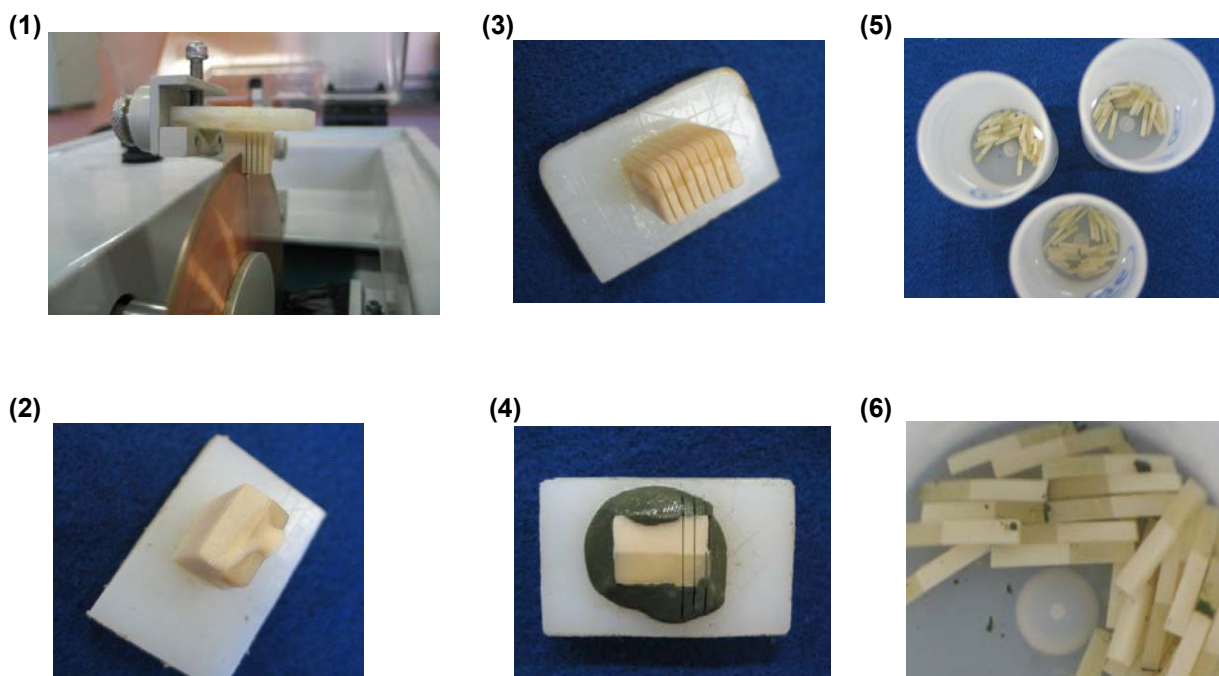


FIGURA 6: Seqüência de fixação e corte do bloco em tiras e destas em CP paralelos.

4.8 Ensaio mecânico de microtração

Os ensaios foram realizados no Laboratório Robert Hooke do Setor de Testes Físicos do CETEC (Fundação Centro Tecnológico de Minas Gerais) utilizando-se máquina universal de ensaios eletromecânica INSTRON modelo 5869, faixa nominal de 5kN (USA) monitorada por um computador por um programa específico, Bluehill™.

Os CP foram armazenados em água à temperatura ambiente por um período superior a 30 dias. Trinta minutos antes da fixação inicial aos tubos para posicionamento no dispositivo de ensaio, foram secos à temperatura ambiente. Para caracterizar o número de CP de cada bloco por grupo a ser submetido ao teste, optou-se pelo ensaio de todos os CP de um dos blocos considerado crítico. Uma vez que todos os blocos do grupo controle negativo romperam durante o processo de corte, considerou-se o G3 como a condição mais crítica, selecionando-se o bloco com o maior número de CP para este cálculo. Todos os CP do G3 1 (n=28) foram submetidos ao ensaio de microtração e os resultados utilizados para a realização do cálculo amostral (Teste de Grubbs, TAB. 19, p. 131, anexo II) que definiu em 15 o número de CP por bloco para a análise da tensão de ruptura.

Devido às dificuldades operacionais durante os procedimentos de corte muitos CP desuniram prematuramente e os blocos G2 1 (n=12), G2 3 (n=10), G4 2 (n=9) e G4 3 (n=14) não atenderam à quantidade requerida. Como o número de CP por grupo apresentado na literatura foi igual ou superior a 10 e o número final por grupo foi de no mínimo 37, optou-se por realizar os ensaios com a quantidade disponível nesses grupos para posterior análise estatística.

4.8.1 Elaboração do dispositivo para microtração

Com base na literatura consultada, confeccionou-se um dispositivo em metal composto por duas hastes planas paralelas que seriam acopladas à garra superior e inferior da máquina de ensaio (FIG. 7). A fixação do CP pela porção lateral superior e inferior com adesivo o manteria alinhado durante a aplicação da força de tração. Entretanto, durante os ensaios preliminares, observou-se grande dificuldade de posicionamento do CP; os valores observados mostraram-se muito dispersos, sugerindo a incorporação de componentes de torção durante o ensaio.

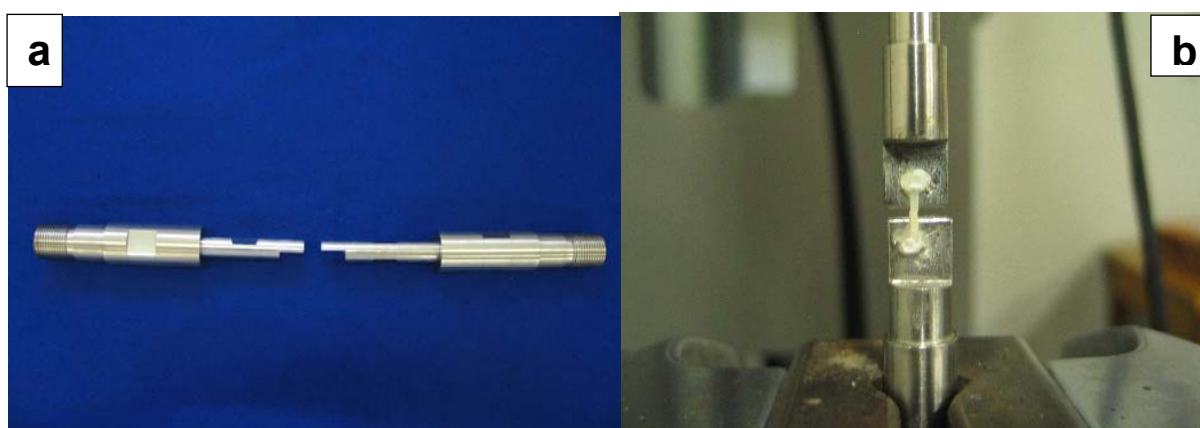


FIGURA 7: Dispositivo convencional com duas hastes paralelas (a); ensaio preliminar (b).

Diante das dificuldades encontradas, foi proposta a elaboração de um novo dispositivo capaz de apreender o CP pelas extremidades de forma a favorecer o direcionamento uniaxial da força aplicada para a microtração (FIG. 8). Conforme o desenho do novo dispositivo (FIG. 9, p. 80), a fixação deixou de ser feita apenas em um dos lados do CP e passou a envolver todo o perímetro da seção transversal considerada. Além disso, a porção superior do dispositivo passou a contar com articulações que visavam o alinhamento uniaxial da força imposta ao CP.

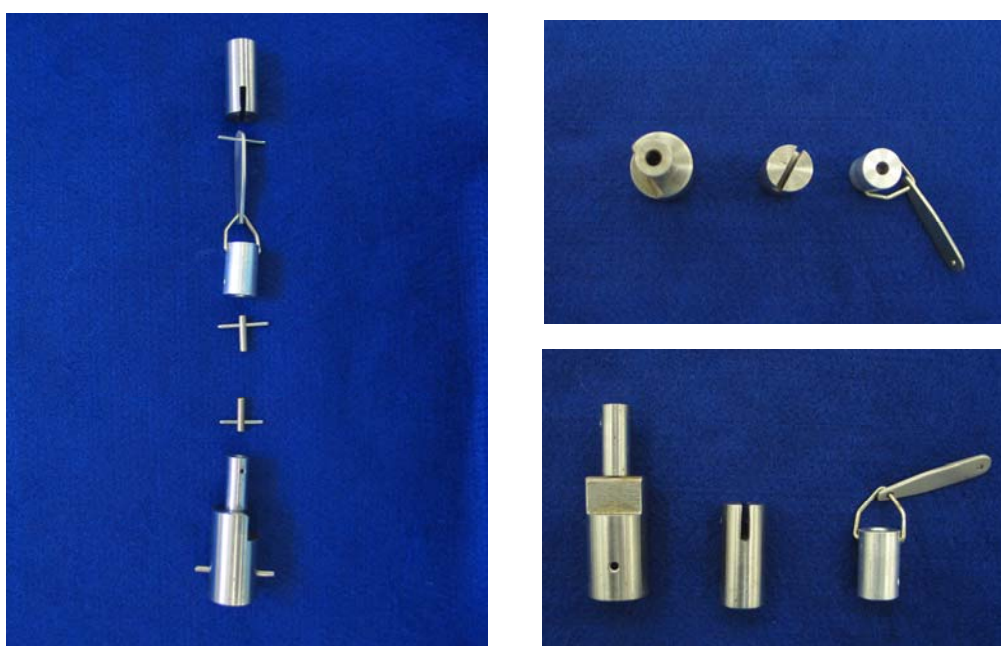


FIGURA 8: Dispositivo proposto, desenvolvido e utilizado para os ensaios de microtração.

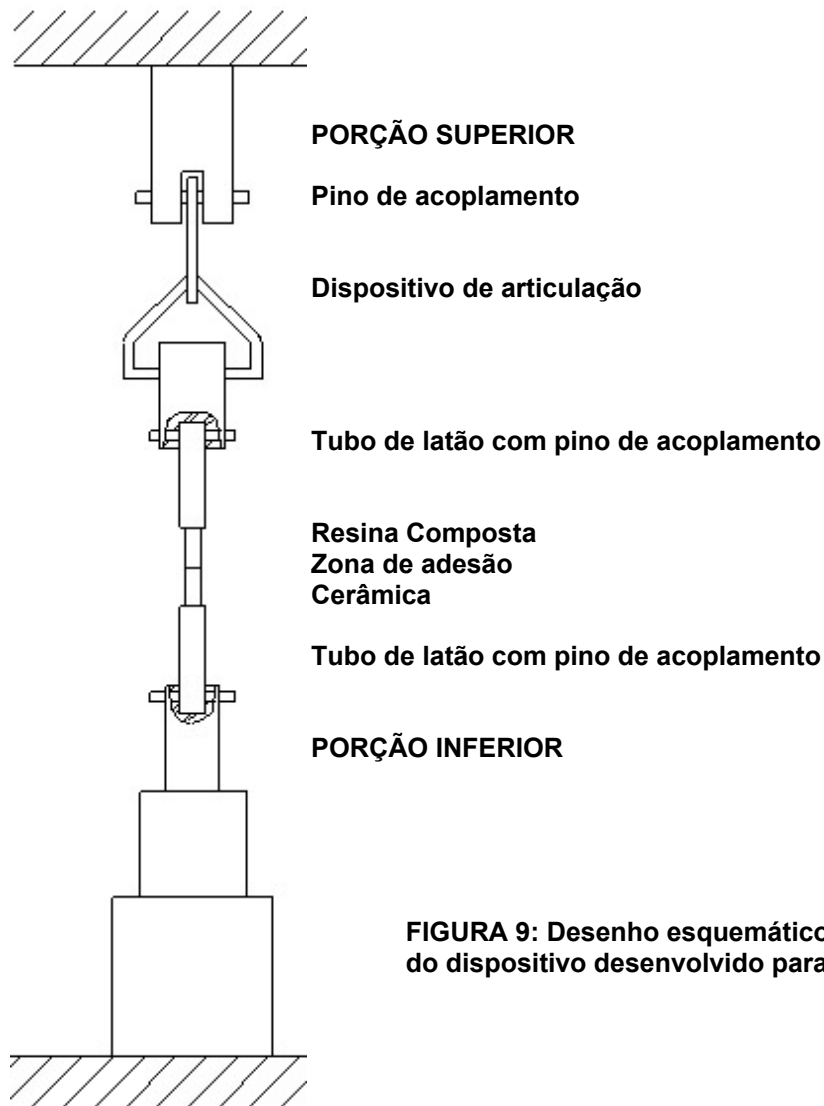


FIGURA 9: Desenho esquemático do dispositivo desenvolvido para os ensaios.

4.8.2 Determinação das dimensões do CP e fixação no dispositivo de ensaio

A largura e a espessura da seção transversal aderida de cada CP foi determinada utilizando-se um paquímetro digital (Mitutoyo) com faixa nominal de 150mm e resolução de 0,01mm.

Para cada CP ensaiado, foram empregados dois tubos de latão trefilado com diâmetro externo de 3mm, parede de 0,35mm e comprimento aproximado de 15mm. Após a usinagem, os tubos foram limpos com solução de thinner em banho de ultrassom para a limpeza e remoção dos vestígios de usinagem, favorecendo a adesão do cianoacrilato. A extremidade em resina composta de cada CP foi fixada com adesivo cianoacrilato (SuperBonder[®] Gel, Loctite), seguida da aplicação do acelerador de

presa (ZIP KICKER[®], Loctite, Essex, England SS11, 8DD – lote J17A) por uma das extremidades a um tubo (FIG. 10).

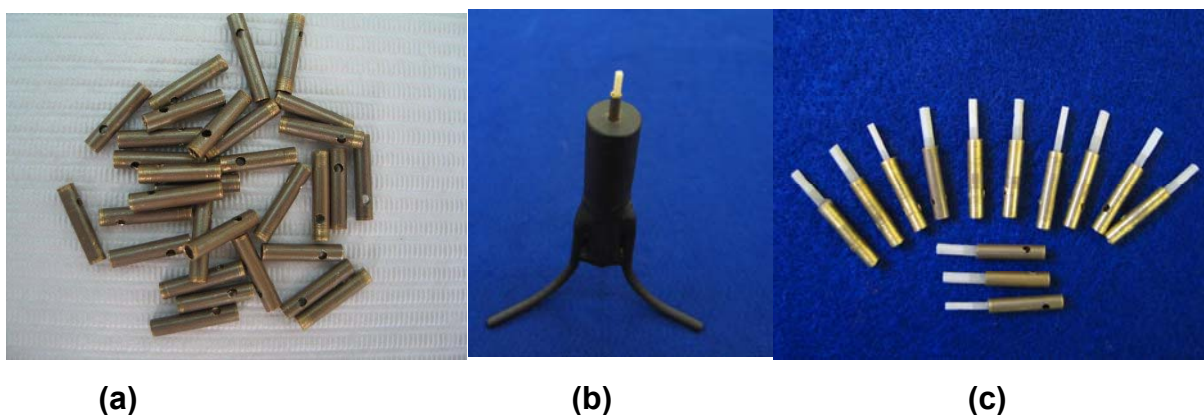


FIGURA 10: Tubos cortados e perfurados (a); dispositivo do tipo “tripé” (b) para apoio do tubo e fixação dos CP pela extremidade em Resina Composta(c).

Este tubo era então acoplado, através de um pino transpassante aos furos de 1,6mm (feitos com broca 1/16”), à porção superior do dispositivo confeccionado para o ensaio de tração já ajustado à máquina de ensaios. Outro tubo com características semelhantes ao primeiro era acoplado por outro pino transpassante na porção inferior do dispositivo e a parte superior do dispositivo, com o CP fixado, era baixada de forma a permitir o posicionamento e a fixação da extremidade do CP em cerâmica com SuperBonder[®] Gel utilizando-se então o acelerador de presa. A região da zona adesiva permaneceu livre entre os tubos fixados ao dispositivo, mantendo-se uma distância equivalente desta até as bordas dos tubos, de tal forma que fosse dada a mesma probabilidade de ruptura em quaisquer das regiões livres (resina composta, interface adesiva ou cerâmica). Aguardou-se um tempo de 4min, até a presa do cianoacrilato, para a realização do tracionamento a uma velocidade de 0,5mm/min, com célula de carga de 5kgf, até o rompimento do CP. O posicionamento do dispositivo na máquina de ensaios está representado na figura 11. Toda a seqüência de adaptação e fixação pode ser observada na figura 12. Os valores de resistência de união foram obtidos dividindo-se o valor da força de ruptura pela área da seção transversal aderida de cada CP, convertidos em tensão de ruptura (MPa).

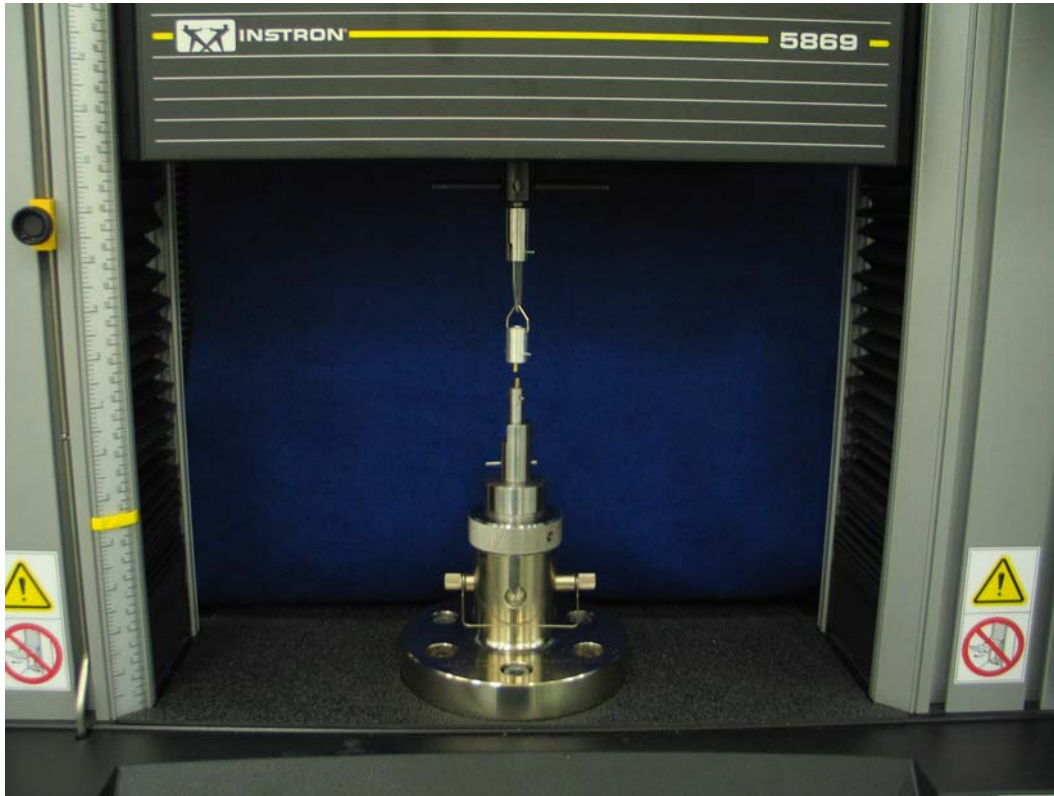


FIGURA 11: Dispositivo para microtração adaptado à máquina de ensaios

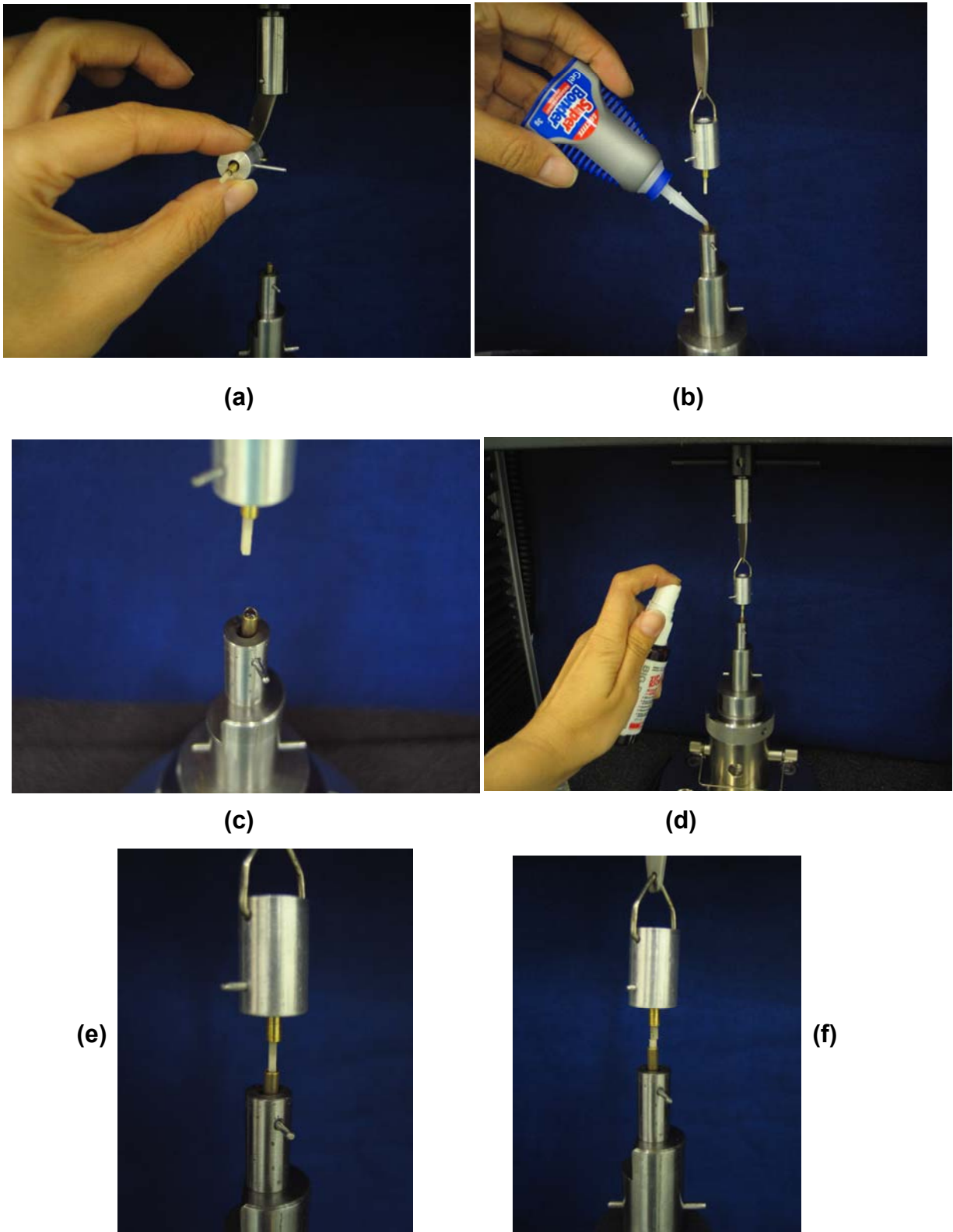


FIGURA 12: (a) Adaptação do CP fixado ao tubo na parte superior do dispositivo para microtração, com alto grau de mobilidade, já acoplado à máquina de ensaios; (b) tubo inferior posicionado, recebendo o adesivo cianoacrilato; (c) CP sendo baixado para posicionamento no tubo acoplado à porção inferior do dispositivo ; (d) aplicação do acelerador de presa; (e)CP posicionado e (f) após o rompimento .

4.9 Avaliação do padrão de fratura

Todas as superfícies fraturadas foram analisadas sob microscopia óptica sob aumento de 50x (lupa estereomicroscópica Wild Heerbrugg, typ 376788, Switzerland, Laboratório de Hidrometalurgia do Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais da EEUFMG) para a quantificação das fraturas e sob MEV (Laboratório de Microscopia Eletrônica do Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais da EEUFMG) para a caracterização das superfícies fraturadas. Todas as fraturas ocorreram dentro da “zona de adesão”, definida no presente estudo como sendo a região onde o adesivo interage com os dois substratos para promover a união: região de interface entre o adesivo e a cerâmica odontológica, incluindo a região superficial condicionada com ácido ou recoberta por Silano para promover união micromecânica ou química; região de interface entre o adesivo e o cimento resinoso, com interações moleculares e união química entre os dois materiais; cimento resinoso; região superficial da resina composta recoberta por Silano para promover união química e suas interações com o adesivo. O padrão de fratura foi definido da seguinte forma: (A) ADESIVAS – fraturas predominantemente adesivas entre o adesivo e o substrato, tanto do lado da RC quanto do lado da cerâmica; (C) COESIVAS – fraturas predominantemente coesivas na estrutura do cimento resinoso.

5 RESULTADOS

MEV representativa da superfície cerâmica de acordo com o padrão de evaporação do Silano.

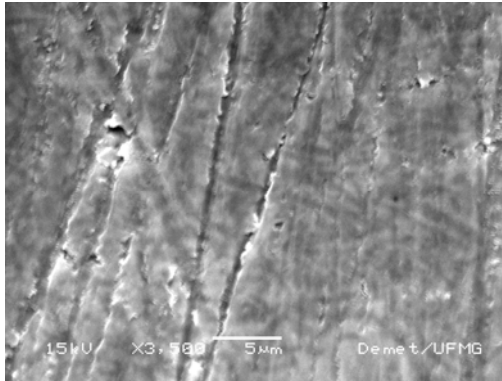


FIGURA 13: Superfície preparada, sem aplicação do Silano (G1).

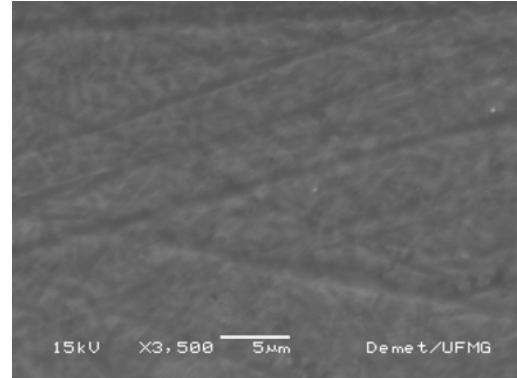


FIGURA 16: Silano + água em ebulição + secagem a temperatura ambiente (G4).

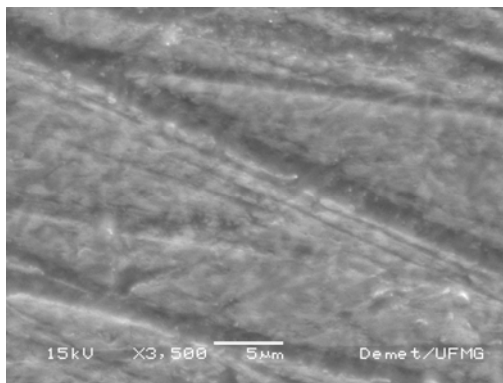


FIGURA 14: Silano, seco a temperatura ambiente (G2), sem HF prévio.

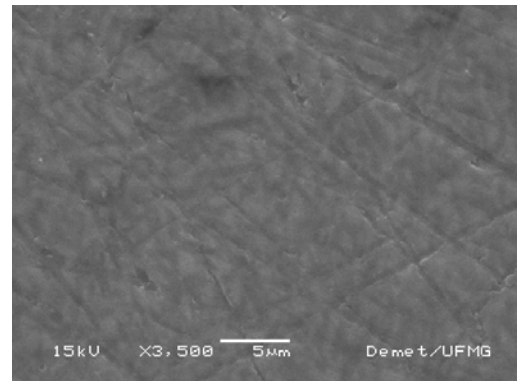


FIGURA 17: Silano + água ebulição + secagem a 50±5°C (G5).

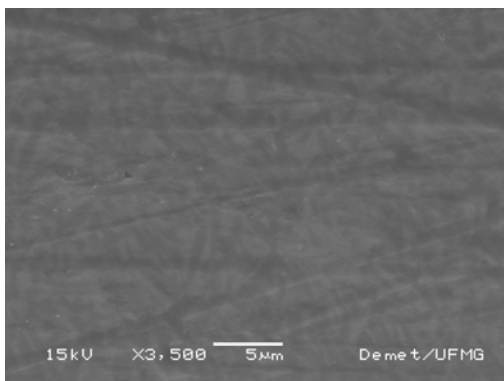


FIGURA 15 : Silano + água corrente + secagem a temperatura ambiente (G3).

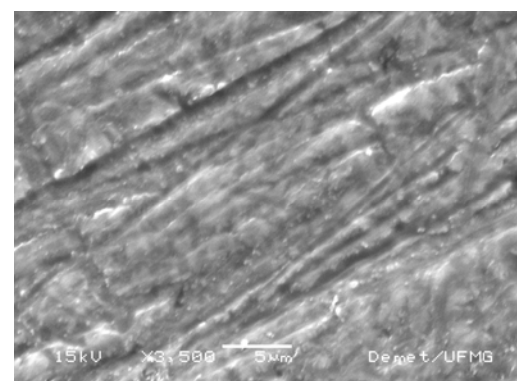


FIGURA 18: Silano + secagem a 50°C + água ebulição + temperatura ambiente (G6).

As imagens obtidas por MEV sugerem uma alteração superficial da cerâmica devido à adsorção do Silano em comparação com G1, demonstrando que o Silano promoveu modificações superficiais sobrepondo-se à topografia pré-existente.

Todos os blocos do G1 desuniram durante o processo de corte, não sendo possível obter nenhum CP deste grupo para o ensaio. Os valores de resistência de união por microtração e o comportamento de cada bloco por grupo são mostrados nas tabelas 4 a 18 do anexo I (p. 118 -130) O Teste de Grubbs foi utilizado para avaliar a possibilidade de se eliminar os valores dispersos (*outliers*). Entretanto, observou-se que não houve *outliers*, indicando que todos os dados observados deveriam ser considerados para a análise estatística, independentemente da diferença de número de CP por grupo (TAB. 20, anexo II, p. 132-133).

A análise estatística dos resultados entre os grupos (ANOVA *One-way*) demonstrou que o tipo de tratamento superficial da cerâmica influenciou os valores de resistência de união ao nível de confiança de 5%, conforme demonstrado na tabela 1, que representa os cálculos da tabela 21 (p. 135, anexo II). A comparação entre grupos foi realizada através de Teste de Hipóteses (p. 136 - 137, anexo II) cujos resultados são apresentados na tabela 2 (p. 87).

TABELA 1: Resultado da análise estatística ANOVA

Fonte da variação	SQ	gl	MQ	F	valor-P	F crítico
Entre grupos	1988,851	4	497,2127	18,16547	6,94E-13	2,413252
Dentro dos grupos	5939,575	217	27,37131			
Total	7928,426	221				

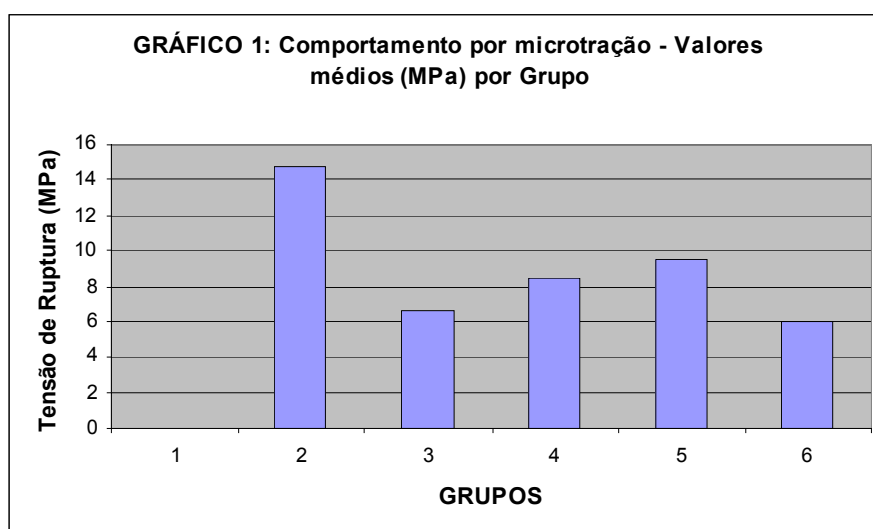
TABELA 2: Comparação entre os valores médios de resistência dos grupos avaliados (letras diferentes indicam diferença estatisticamente significativa)

GRUPOS	Tensão de Ruptura (MPa) Média ± Desvio padrão	
G2	14,77 ± 8,31	a
G3	6,60 ± 3,50	b
G4	8,45 ± 4,51	c
G5	9,46 ± 5,26	c
G6	5,94 ± 4,27	b

Conforme demonstrado no quadro 2, a comparação entre os grupos mostra que os resultados observados em G2 foram estatisticamente superiores aos apresentados pelos demais grupos. Os valores observados para G4 e G5 foram estatisticamente semelhantes entre si, inferiores a G2 e superiores aos demais. Os grupos G3 e G6 apresentaram os menores valores de resistência de união, estatisticamente semelhantes entre si. As médias de tensão de ruptura estão representadas no gráfico 1.

QUADRO 2: Análise das comparações dos valores de Tensão de Ruptura entre os grupos.

Média da Tensão de Ruptura (MPa)					
G2	G5	G4	G3	G6	G1
14,77	9,46	8,45	6,60	5,94	0
G2 > (G5 = G4) > (G3 = G6) > G1					



Conforme demonstrado na tabela 3, a análise fractográfica através de lupa estereomicroscópica revelou que a maioria das fraturas foi adesiva entre os substratos, num percentual de 100% em G6 e G3, 76% para G4, 70% para G2 e 60% para G5. Todas as fraturas coesivas foram parciais, sendo que nos grupos G2 e G5 o volume de cimento envolvido na fratura foi bem mais significativo que em G3 e G4, onde foram mais comuns as fraturas do cimento apenas na periferia do CP, caracterizando fraturas predominantemente adesivas na sua maioria. Salienta-se que não foi possível, através desta técnica, determinar em qual substrato ficou aderido o cimento resinoso.

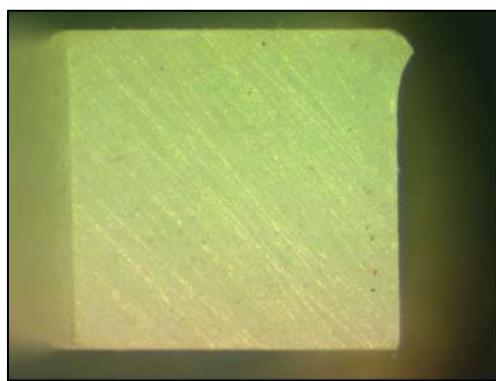
TABELA 3 – Relação entre o tratamento de superfície, valores de resistência de união em MPa e o percentual do padrão de fratura por grupo (A: adesivo; C: coesivo). (Continua)

OBS	G2/	FRATURA	G3/	FRATURA	G4/	FRATURA	G5/	FRATURA	G6/	FRATURA
1	7,57	A	4,03	A	5,30	A	15,78	A	1,54	A
2	13,17	A	6,41	A	4,79	A	8,07	A	7,84	A
3	15,85	C	8,27	A	5,53	A	10,18	A	4,21	A
4	21,64	C	5,52	A	13,68	A	3,75	A	4,47	A
5	24,95	C	2,22	A	11,23	A	11,50	A	5,56	A
6	4,64	A	5,31	A	12,23	A	16,37	C	19,61	A
7	5,22	A	5,55	A	6,70	A	5,20	A	2,54	A
8	5,31	A	7,25	A	9,00	A	13,11	A	5,91	A
9	15,41	A	3,41	A	10,10	A	8,45	C	5,53	A
10	21,43	A	8,86	A	7,60	A	7,43	C	16,22	A
11	8,62	A	1,24	A	3,80	A	7,95	C	4,48	A
12	20,23	A	2,74	A	18,54	C	4,05	A	5,04	A
13	34,98	C	6,61	A	11,18	A	6,66	A	2,35	A
14	19,62	C	6,43	A	12,22	A	4,71	A	10,85	A
15	21,00	A	12,52	A	6,49	C	3,95	A	11,65	A
16	24,22	A	3,32	A	2,70	A	11,46	C	3,56	A
17	18,91	C	3,62	A	1,53	A	18,72	C	8,58	A
18	22,71	C	5,11	A	8,14	C	14,91	C	5,10	A
19	13,63	C	15,74	A	2,62	A	11,75	A	4,26	A
20	13,78	C	6,82	A	4,61	A	9,28	C	1,67	A
21	9,02	A	5,86	A	2,96	A	26,67	C	2,57	A
22	13,44	A	7,31	A	12,69	C	5,73	C	6,28	A
23	16,03	A	15,23	A	2,80	A	3,04	A	2,54	A
24	12,42	A	2,41	A	7,80	C	6,79	C	2,48	A
25	5,00	A	10,60	A	3,76	A	14,98	C	0,98	A
26	11,59	C	4,48	A	10,67	C	9,08	C	1,89	A
27	35,52	A	3,91	A	16,13	A	10,52	C	11,68	A
28	7,34	A	2,50	A	11,27	C	13,17	C	8,94	A
29	28,40	C	6,45	A	11,01	A	10,09	C	2,19	A
30	3,81	A	6,58	A	6,97	C	10,25	C	1,60	A
31	8,49	A	12,80	A	15,96	C	7,88	C	3,56	A

TABELA 3 – Relação entre o tratamento de superfície, valores de resistência de união em MPa e o percentual do padrão de fratura por grupo (A: adesivo; C: coesivo). (Conclusão)

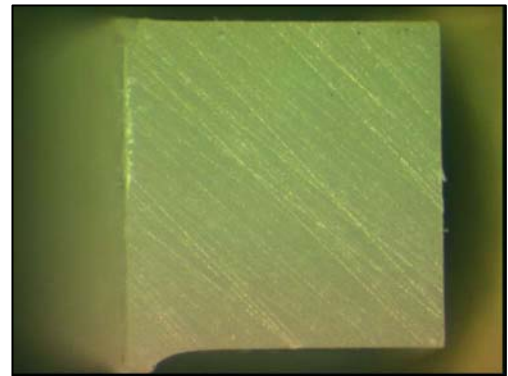
OBS	G2/	FRATURA	G3/	FRATURA	G4/	FRATURA	G5/	FRATURA	G6/	FRATURA
32	7,48	A	8,84	A	6,03	A	7,28	A	14,74	A
33	17,90	A	5,74	A	15,54	A	7,94	A	2,88	A
34	4,94	A	6,18	A	13,19	A	3,22	A	4,21	A
35	5,51	A	4,31	A	2,37	A	5,22	A	3,82	A
36	16,01	A	9,72	A	5,81	A	20,29	A	5,37	A
37	10,54	A	10,45	A	9,85	A	8,23	A	6,22	A
38			9,17	A			15,58	A	6,97	A
39			12,92	A			15,65	A	13,66	A
40			4,92	A			4,21	A	3,31	A
41			9,49	A			11,27	A	5,41	A
42			5,93	A			6,73	A	4,89	A
43			5,00	A			2,82	A	5,39	A
44			3,05	A			2,70	A	11,80	A
45			14,40	A			2,90	A	2,89	A
46			12,20	A						
47			5,97	A						
48			1,97	A						
49			3,07	A						
50			4,18	A						
51			8,99	A						
52			4,69	A						
53			3,81	A						
54			3,89	A						
55			3,36	A						
56			6,40	A						
57			10,01	A						
58			4,86	A						
Média	14,766	A 70%	6,597	A 100%	8,454	A 76%	9,456	A 60%	5,939	A 100%
Desvio Padrão	8,313	C 30%	3,503		4,505	C 24%	5,261	C 40%	4,274	

As fraturas adesivas foram identificadas através da presença das ranhuras deixadas pelo processo de acabamento dos blocos antes da cimentação (FIG. 19).

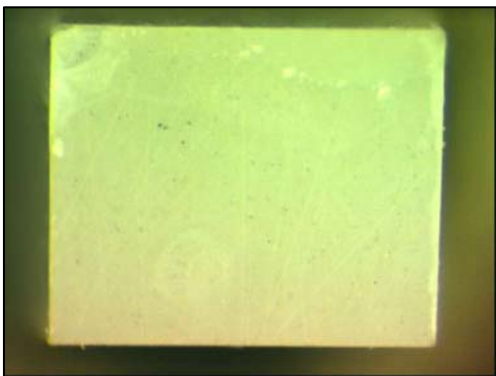


(CE)

Fratura totalmente adesiva (CP G6 1 12)



(RC)



(CE)

Fratura predominantemente adesiva (notar bordas) (CP G3 1 4)



(RC)

FIGURA 19: Padrões de fratura ADESIVA (microscopia óptica 50x)

(CE) cerâmica; (RC) resina composta.

As fraturas coesivas evidenciavam a remoção de parte da estrutura do cimento resinoso (FIG. 20), sugerindo uma maior efetividade da união entre este e o substrato no qual permaneceu firmemente aderido. As observações apontadas na tabela 3 (p.88 e 89) demonstram que houve relação entre a ocorrência de fraturas coesivas e maiores valores de resistência de união.

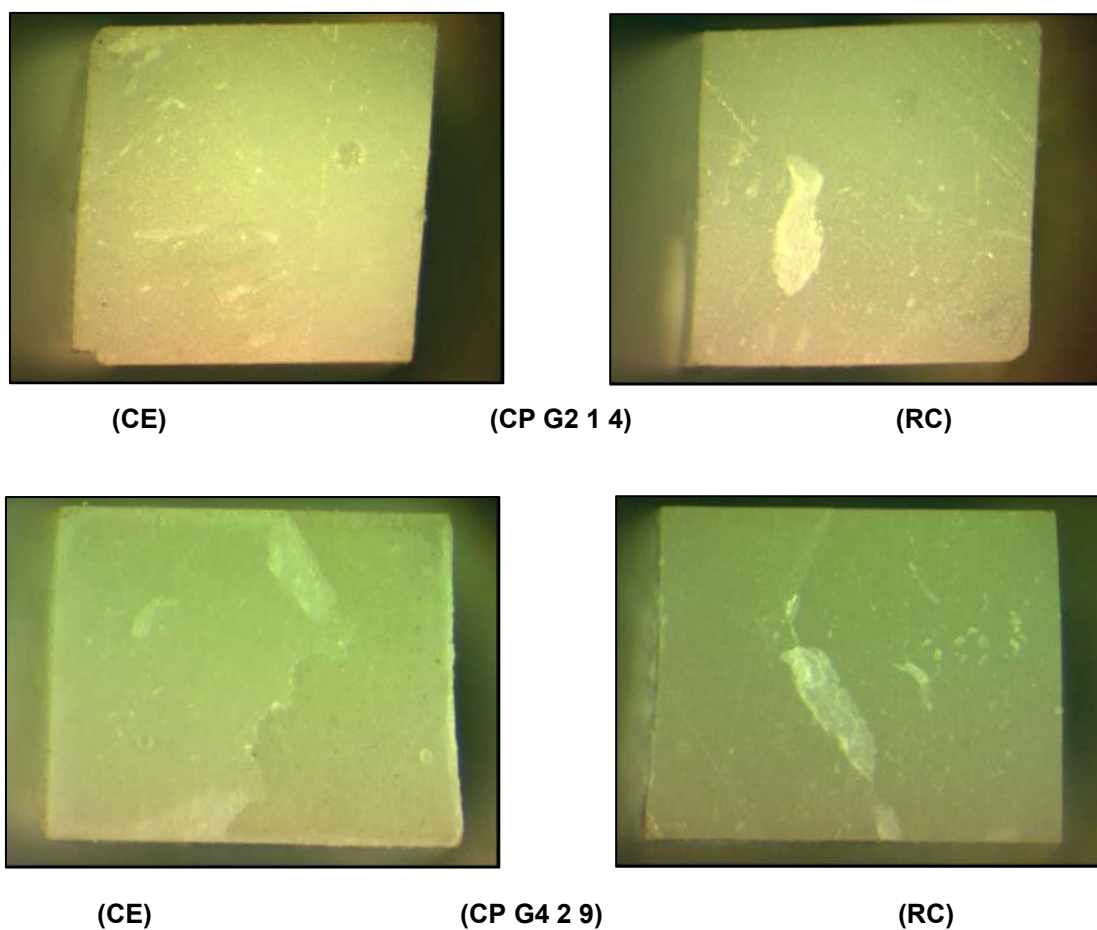
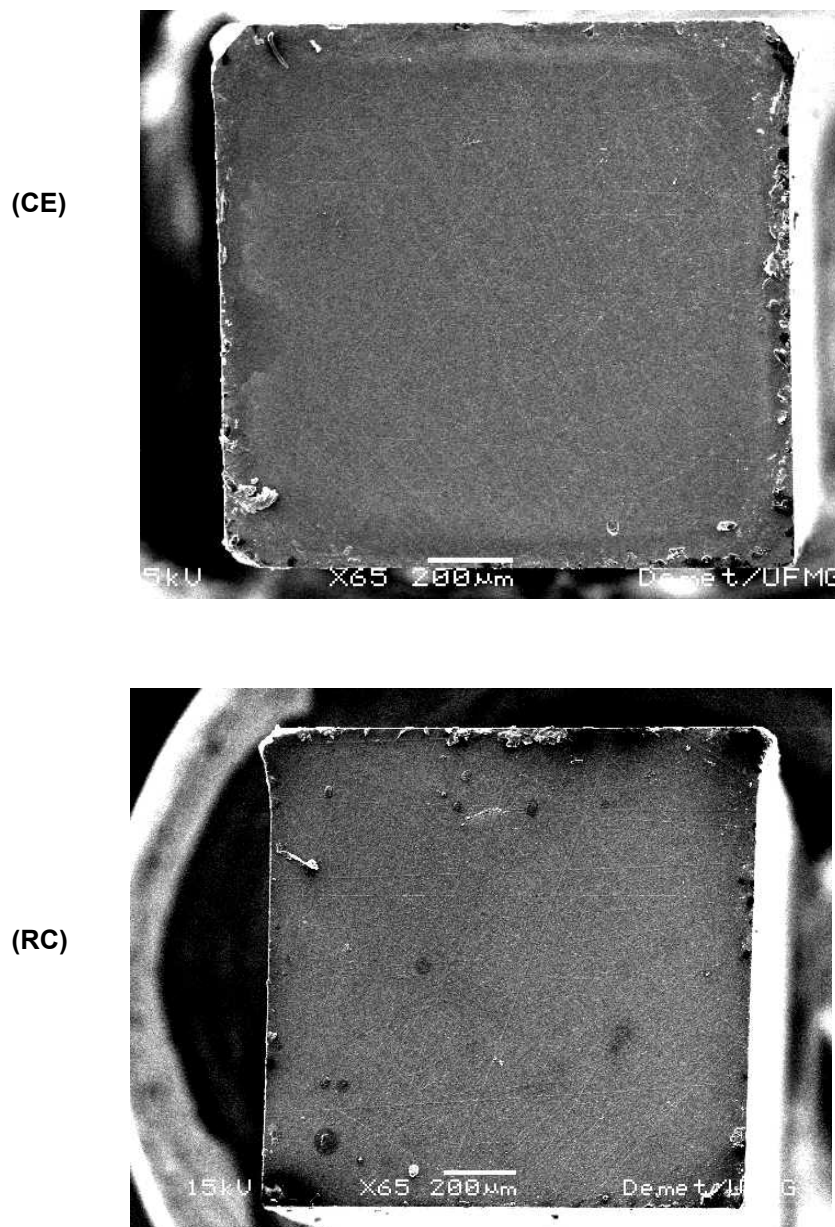


FIGURA 20: Padrões de fratura COESIVA por microscopia óptica (50x)
(CE) cerâmica; (RC) resina composta.

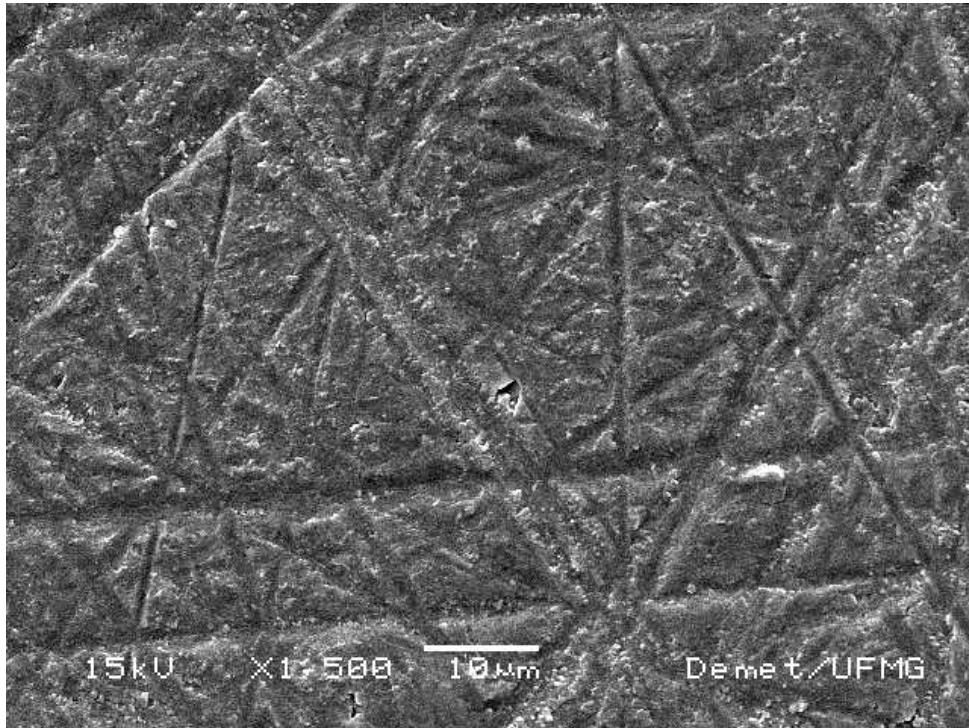
A análise por MEV foi realizada em caráter qualitativo, de maneira a esclarecer os padrões de fratura observados inicialmente sob microscopia óptica, uma vez que a diferenciação entre as interfaces presentes na “zona de adesão” são mais facilmente diferenciadas utilizando-se esta técnica.

A figura 21 mostra uma fratura adesiva (CP G6 1 1) sob aumento de 65x, caracterizando a fratura nos substratos, enquanto a figura 22 (p. 93) apresenta as mesmas superfícies com 1500x de aumento: observando-se as marcas dos sulcos deixadas pelo preparo dos substratos é possível afirmar que todo o cimento foi removido da superfície da cerâmica, permanecendo firmemente aderido à resina.



**FIGURA 21: MEV representativa de fratura ADESIVA (65x)
(CE) cerâmica; (RC) resina composta.**

(CE)



(RC)

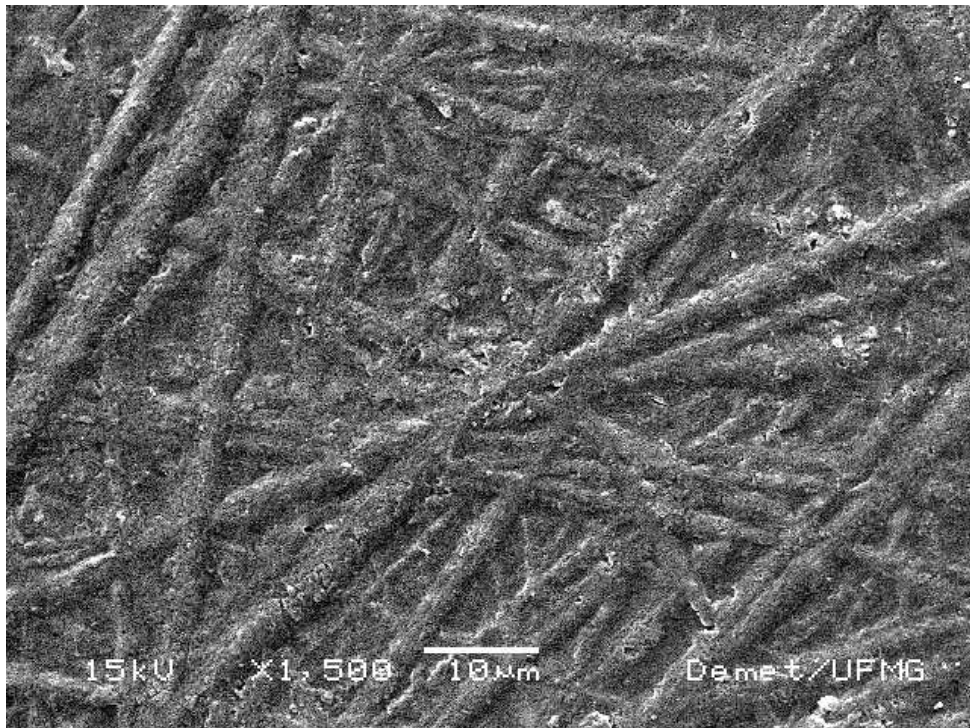


FIGURA 22: MEV representativa de fratura ADESIVA (1500x)
(CE) cerâmica; (RC) resina composta.

A fratura ainda foi considerada adesiva quando se verificou o rompimento de pequenas porções do cimento ou do substrato na borda da amostra. A figura 23 apresenta uma superfície cerâmica onde se verifica a presença de remanescentes do cimento na porção central e fratura coesiva da borda (CP G5 3 6).

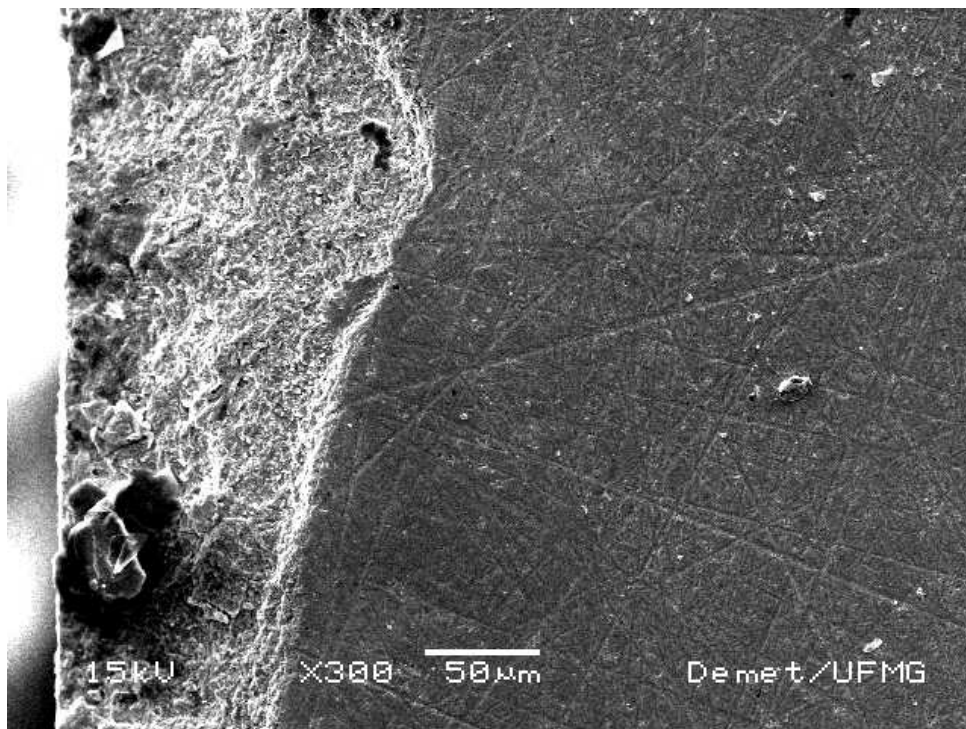
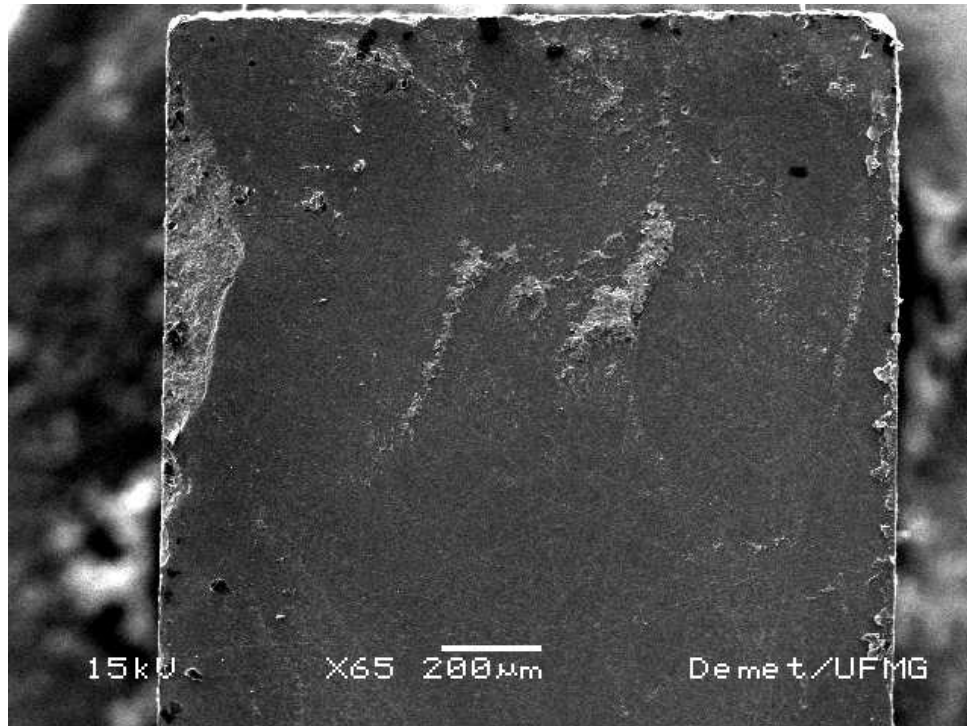


FIGURA 23: MEV representativa de fratura ADESIVA com fratura de borda: aumentos de 65x e 300x (cerâmica).

A superfície da resina antagonista à cerâmica apresentada anteriormente evidencia o fragmento da cerâmica, assim como um maior volume de cimento aderido, demonstrando que a união foi mais efetiva nesta interface (FIG 24).

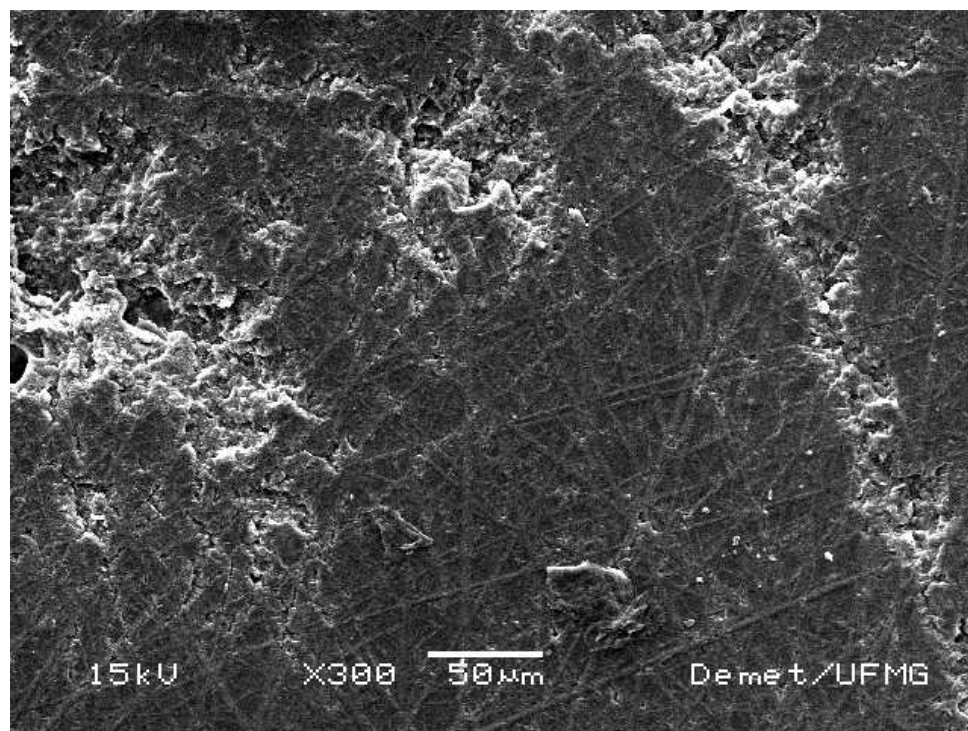
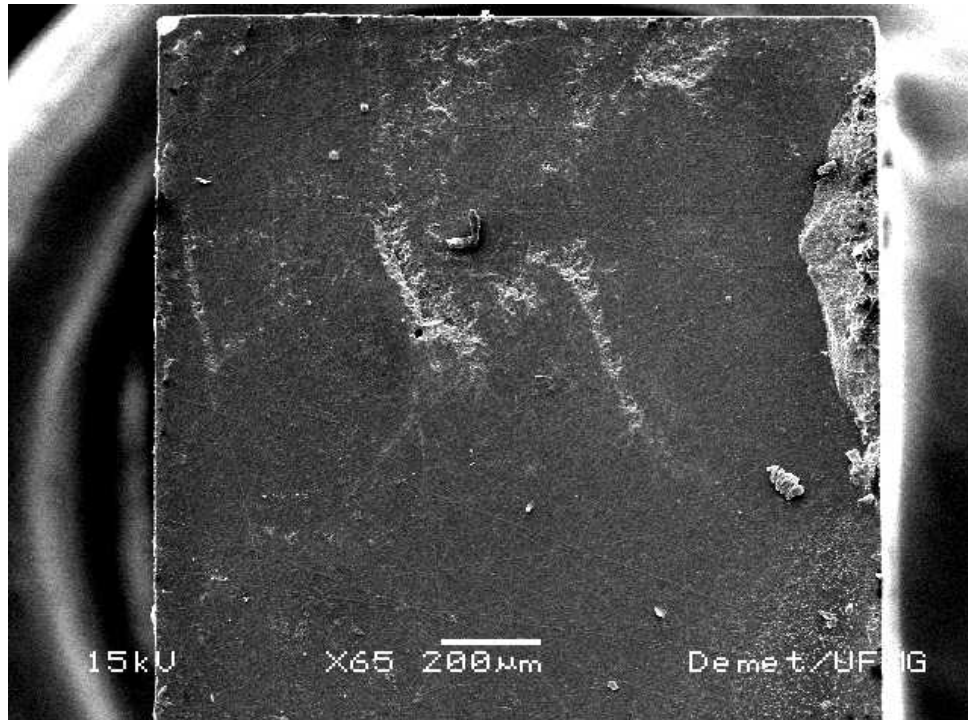
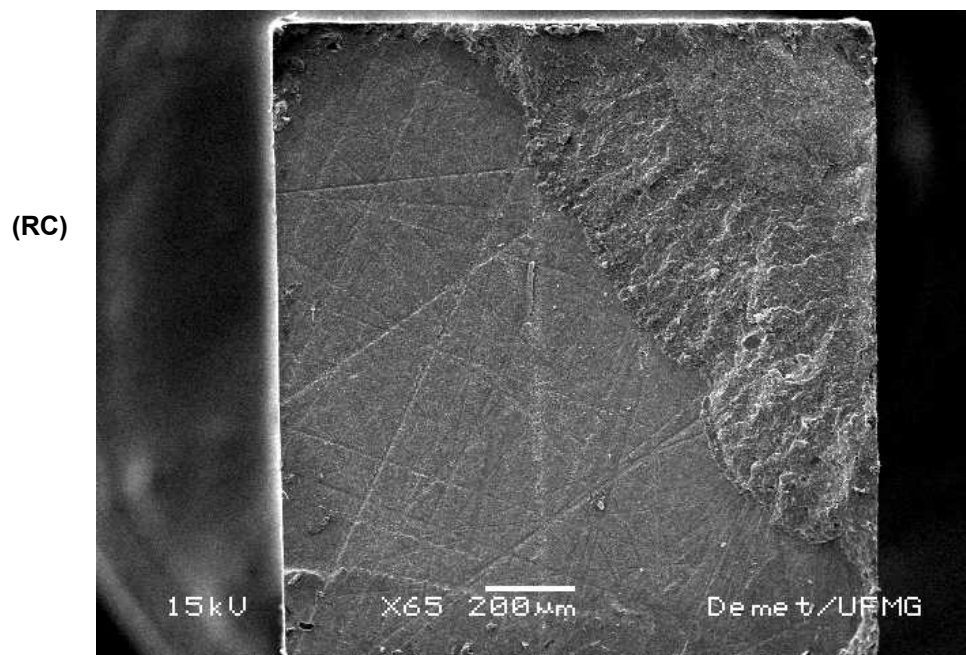
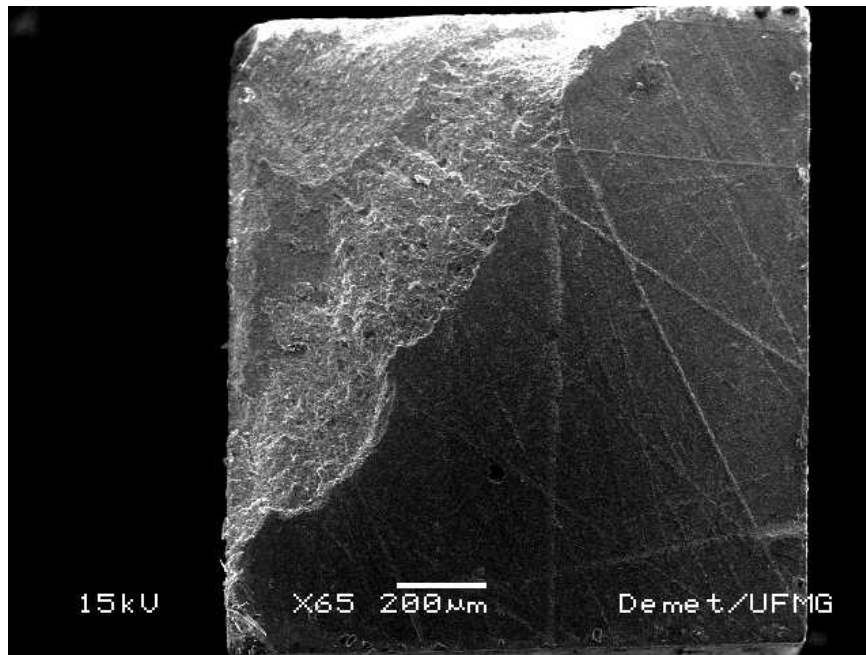


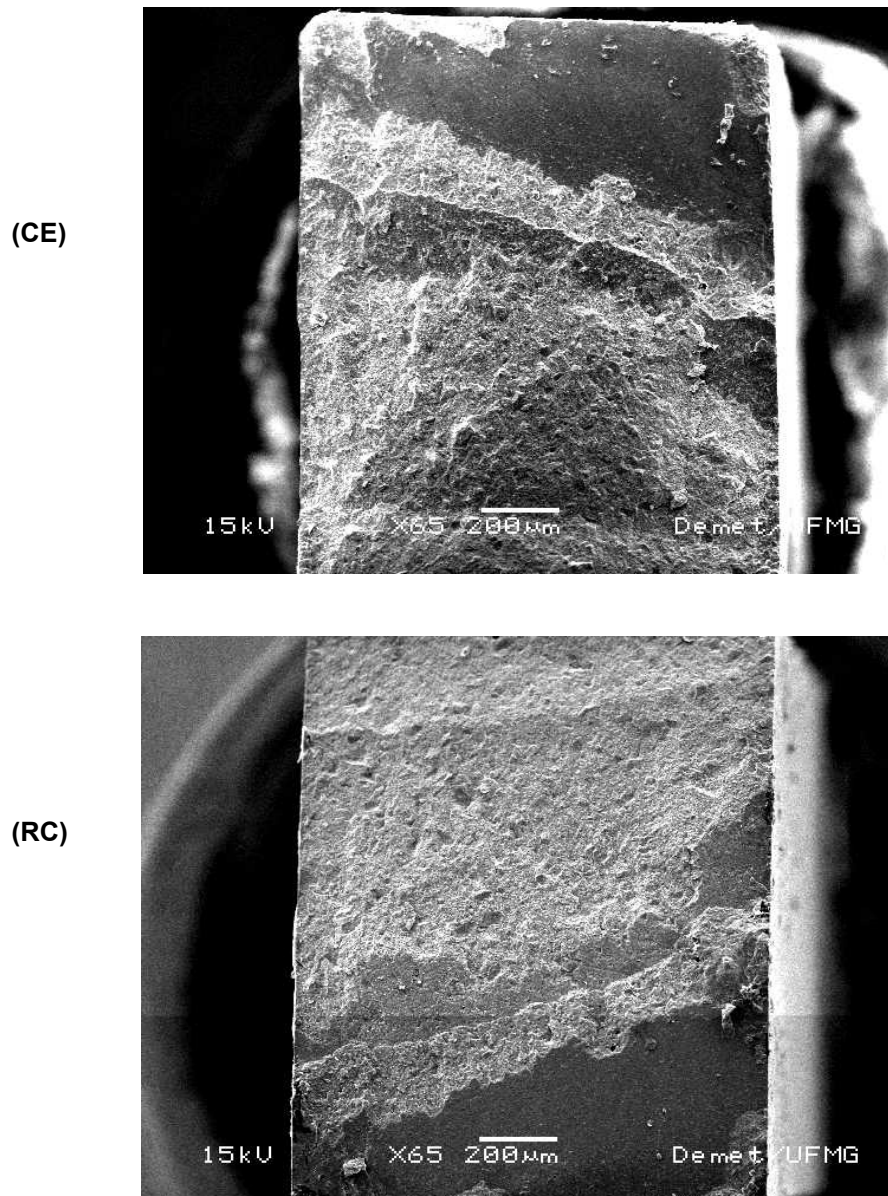
FIGURA 24: MEV representativa de fratura ADESIVA com fratura de borda: aumentos de 65x e 300x (resina composta).

O rompimento de um volume maior do cimento resinoso caracterizou a fratura coesiva, que na maioria dos espécimes apresentava uma porção de fratura adesiva associada. Entretanto, este padrão de fratura é sugestivo de maior resistência de união. A figura 25 evidencia a qualidade superior da união entre o CR e a cerâmica, uma vez que tanto na porção adesiva quanto na porção coesiva da fratura um maior volume do cimento permaneceu aderido à superfície da mesma (CP G2 3 2).



**FIGURA 25: MEV representativa de fratura COESIVA parcial (65x):
(CE) cerâmica; (RC) resina composta.**

Um padrão coesivo mais expressivo fica evidente quando se examina a figura 26, com a remoção de um maior volume do CR da cerâmica. Num maior aumento da superfície da RC (FIG. 27, p. 98) pode-se confirmar este achado, uma vez que não é possível localizar a superfície da resina, que permanece totalmente recoberta pelo agente cimentante (CP G5 2 13).



**FIGURA 26: MEV representativa de fratura COESIVA (65x)
(CE) cerâmica; (RC) resina composta.**

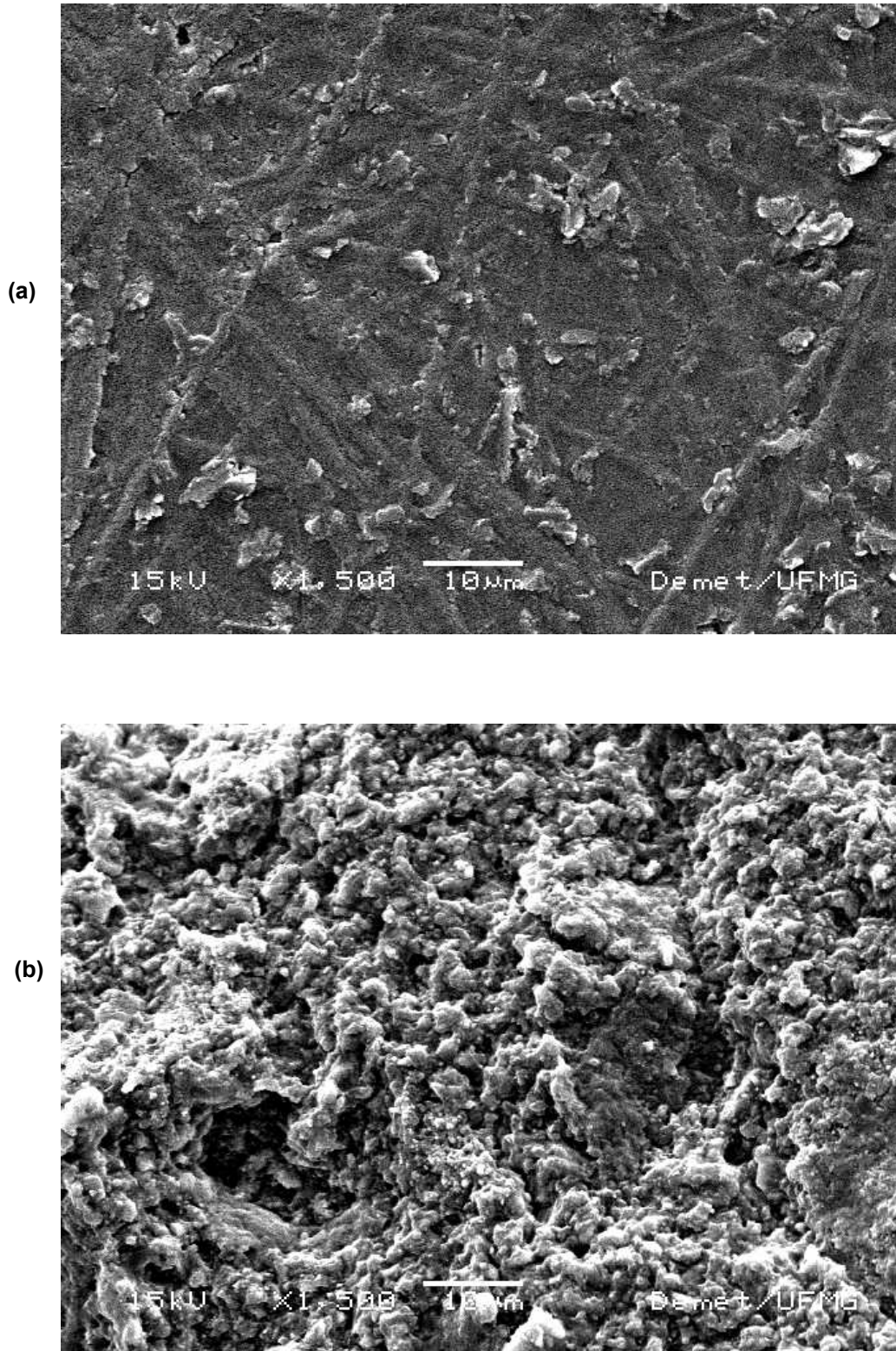


FIGURA 27: MEV representativa de fratura COESIVA (1500x)

- (a) cimento resinoso aderido à resina composta;**
- (b) fratura coesiva na estrutura do cimento resinoso.**

6 DISCUSSÃO

A microestrutura das cerâmicas odontológicas, definida por sua composição e pelo método de processamento, é determinante do padrão de dissolução frente aos condicionadores ácidos e sua susceptibilidade à abrasão por partículas de Óxido de Alumínio, utilizados para se criar microretenções na superfície interna das restaurações. Alguns componentes das cerâmicas seriam suscetíveis ao Silano, utilizado como agente de união por ser capaz de ligar quimicamente a fase inorgânica da cerâmica à fase orgânica da resina (JARDEL et al., 1999; DELLA BONA & ANUSAVICE, 2002; FILHO et al., 2004). Espera-se, então, que restaurações totalmente cerâmicas que recebam tratamento com o Silano tenham melhor resistência adesiva ao serem fixadas com cimentos resinosos, conforme pudemos verificar no presente estudo.

Sobre a periculosidade do uso clínico do HF, CANAY et al. (2001) afirmaram que este não seria por si só uma substância cáustica, mas agiria como um veneno metabólico que leva à destruição celular 24 a 48h após entrar em contato com os tecidos moles, quando se observa necrose profunda. Entretanto, sua efetividade em criar microretenções em algumas cerâmicas foi superior à do FFA, questionando-se a aplicação deste último como um agente de condicionamento substituto ao HF. Resultado semelhante foi encontrado por AL EDRIS et al. (1990), sendo que o padrão de microretenções foi mais pronunciado nas cerâmicas não glazeadas. DELLA BONA et al. (2002) não verificaram diferença estatisticamente significativa entre as médias de resistência de união após condicionamento com BFA ou FFA, sendo que o uso do HF aumentou significativamente esses valores. O tratamento com o agente de união Silano produziu valores médios de resistência de união por tração estatisticamente superiores aos observados com qualquer dos ácidos nas sete cerâmicas avaliadas. Após avaliarem o padrão de condicionamento variando-se o tempo de aplicação do HF, CARNEIRO JUNIOR et al. (1999) apontaram a possibilidade de diminuição do tempo de uso do HF sobre a cerâmica de 4 para 1min como vantajosa, uma vez que não houve perda da qualidade das microretenções observadas entre os dois tempos avaliados. SPHOR et al. (2003) encontraram resultado similar diminuindo de 1min para 20s o tempo de aplicação do HF sobre o IPS Empress[®]2. JARDEL et al. (1999) e FILHO et al. (2004) demonstraram que o HF apenas foi insuficiente como tratamento superficial para a

adesão das cerâmicas feldspáticas avaliadas sob tração. A aplicação do Silano foi mais eficiente que o HF por aumentar a molhabilidade e contribuir para a adesão química às cerâmicas avaliadas, mas a combinação de ambos os procedimentos alcançou os melhores resultados, salientando-se para os cuidados que devem ser tomados durante o uso clínico deste ácido. CHEN et al. (1998) e STEWART et al. (2002) observaram que a aplicação do Silano na superfície da cerâmica melhorou consideravelmente a resistência de união por cisalhamento entre esta e a resina composta, independentemente do condicionamento com HF. KAMADA et al. (2001) observaram que o agente de união Silano associado ou não ao condicionamento com Ácido Fosfórico melhorou a resistência ao cisalhamento entre a cerâmica para todos os agentes cimentantes avaliados. DELLA BONA et al. (2000) e DELLA BONA et al. (2003) afirmaram que as diferenças na microestrutura e composição das cerâmicas avaliadas foram determinantes no desenvolvimento da retenção micromecânica produzida pelos ácidos, mas não foram críticas para a melhoria da adesão promovida pelo Silano, uma vez que a aplicação deste na superfície das cerâmicas feldspáticas, reforçadas por Leucita ou por Dissilicato de Lítio aumentou a resistência adesiva independentemente do condicionamento ácido da superfície. A observação de que o Silano teria, de fato, um importante papel na melhoria da adesão entre a cerâmica e o cimento resinoso ou a resina composta ficou clara quando verificou-se, no presente estudo, que todos os blocos do grupo controle negativo (não silanizado) desuniram durante o processo de corte para obtenção dos corpos-de-prova, o que não aconteceu com os outros grupos que receberam apenas o Silano sem qualquer retenção mecânica adicional. Este resultado corrobora com as afirmações de que a aplicação de um agente Silano seria imprescindível para permitir a união química entre a cerâmica e o CR avaliado.

ÖZDEN et al. (1994) encontraram maiores valores de resistência ao cisalhamento quando a cerâmica feldspática foi asperizada e silanizada ou apenas silanizada, sugerindo que o condicionamento com HF não estaria indicado após tratamento mecânico prévio. Um aumento na resistência de união foi observado quando o Silano foi aplicado sobre a cerâmica intacta em comparação com a condicionada. Salienta-se que foi utilizado o HF numa alta concentração (36%) e por um período maior (10min) que o observado nos outros estudos, o que pode ter gerado uma maior degradação da matriz vítrea. SPOHR et al. (2003) afirmaram que o Silano melhorou o molhamento, o contato e a infiltração do adesivo nas

rugosidades superficiais da cerâmica e concluíram que sua aplicação foi efetiva em aumentar a resistência de união entre o IPS Empress[®]2 e o cimento resinoso dual avaliado, independentemente do tratamento prévio com JOA ou HF. Entretanto, não existe um consenso na literatura sobre a forma e o tempo de aplicação do Silano, assim como sobre os tipos de tratamento aos quais este seria passível de forma a otimizar os resultados após sua utilização. Em 2001, BARGHI propôs o tratamento térmico para a evaporação do silano, após sua aplicação sobre a cerâmica, como uma forma de reduzir os contaminantes de superfície que poderiam prejudicar a reação química com o componente resinoso. Variando a forma de evaporação do Silano, ROULET et al. (1995) obtiveram diferentes resultados de resistência adesiva, sendo que o tratamento térmico do Silano à base de MPS a 100°C por 60s dobrou a resistência de união por cisalhamento entre cerâmicas feldspáticas e um cimento resinoso dual. HOOSHMAND et al. (2002) encontraram que a aplicação do Silano com microbrush e o tratamento térmico utilizando o enxágüe com água em ebulição seguido da secagem a 50°C favoreceram sua evaporação e adsorção à superfície da cerâmica, gerando valores de resistência à tração comparáveis aos alcançados após o condicionamento com HF seguido do Silano sem tratamento térmico. Concluiu-se que o tratamento térmico adequado do silano dispensaria as retenções micromecânicas, o que significaria a remoção de uma substância altamente tóxica do ambiente clínico, o HF. No presente estudo demonstrou-se que, apesar do condicionamento com HF associado à silanização convencional (G2) ter apresentado valores de resistência de união mais elevados, diferentes tratamentos térmicos do Silano geraram valores de resistência de união mais efetivos que o grupo não silanizado, superiores nos grupos G4 e G5, onde se utilizou o enxágüe com água em ebulição após a evaporação convencional do Silano, sugerindo a remoção seletiva da camada mais superficial do agente de união. Pode-se propor, então, que a determinação de um adequado protocolo de tratamento térmico do Silano poderia melhorar a adesão entre o IPS Empress[®]2 e o cimento C&B[™].

PACHECO et al. (1999) afirmaram que apesar da composição básica dos Silanos disponíveis comercialmente ser bastante similar, a efetividade dos produtos poderia variar de acordo com a marca, provavelmente devido a sua instabilidade química inerente. Comprovou-se, porém, a existência de uma união química efetiva entre os Silanos avaliados e a estrutura da cerâmica feldspática. EIKENBERG & SHURTLEFF (1996) afirmaram que houve hidrólise do agente de união quando os

CP foram armazenados por períodos diferentes em solução salina. Entretanto, BERRY et al. (1999) observaram que a resistência de união ao cisalhamento aumentou com o tempo de armazenamento dos CP de 24h para 3 meses, negando a hipótese de que a hidrólise do Silano seria responsável pela diminuição de sua eficiência clínica. Não houve diferença estatisticamente significativa entre os resultados observados para os Silanos de 1 ou 2 frascos. STEWART et al. (2002) afirmaram que a resistência de união utilizando-se o Silano não foi afetada pelo armazenamento em água por 6 meses, enquanto as amostras não silanizadas tiveram seus valores de resistência de união diminuídos após o mesmo período. Diante destas observações, espera-se que as restaurações cerâmicas silanizadas tenham um comportamento clínico mais favorável ao longo do tempo que as não silanizadas, uma vez que a união química não estaria comprometida por um possível processo de hidrólise. É interessante notar que a estabilidade dessa união seria independente do condicionamento com ácidos ou da microabrasão prévia da superfície interna da cerâmica. KATO et al. (1996) e MATSUMURA et al. (1997) observaram que a resistência de união por cisalhamento entre cimentos resinosos e uma cerâmica feldspática jateada diminuiu sistematicamente após armazenamento em água a 37°C por 24h seguido por termociclagem em comparação com os grupos que não sofreram termociclagem. Verificou-se que para os sistemas adesivos cujos Silanos eram ativados por metacrilatos ácidos hidrófobos os valores após a termociclagem foram superiores àqueles cujo Silano não continha esses monômeros. SATO et al. (1999) verificaram que a utilização do Silano ativado por seu componente ácido imediatamente antes da cimentação foi a abordagem mais favorável na obtenção de valores mais elevados de resistência de união por cisalhamento. Entretanto, KAMADA et al. (2001) verificaram que não houve influência do armazenamento em água ou da termociclagem sobre os valores de resistência de união avaliados. A termociclagem é um procedimento laboratorial proposto com a finalidade de simular uma condição clínica num suposto processo de “envelhecimento” da interface adesiva. Entretanto, expõem-se as amostras a temperaturas extremas sem um intervalo entre os banhos, o que de fato não se observa durante a atividade clínica dos trabalhos odontológicos. Além disso, sabe-se que muitos dos resultados em que se observam o aumento da resistência adesiva após a termociclagem devem-se tão somente ao favorecimento da polimerização de monômeros residuais do cimento resinoso e do próprio sistema adesivo. Diante do

exposto, no presente estudo optou-se pela utilização do Silano Monobond-S[®], do mesmo fabricante da cerâmica e em frasco único, por se esperar uma maior compatibilidade química entre eles. A observação de que a termociclagem não seria determinante para a análise proposta levou-nos a armazenar os blocos após a cimentação e posteriormente os CP apenas em água à temperatura ambiente, de forma a expor todas as amostras à mesma chance de sofrer um processo de hidrólise, sem diferença entre os grupos avaliados.

CANAY et al. (2001) observaram através de análise por EDS que o precipitado que se deposita nas microporosidades após o condicionamento com HF enfraquecia a união com o agente adesivo e só era adequadamente removido por limpeza ultra-sônica. A aplicação do Silano levou à dissociação desses sais por hidrólise e adsorção à superfície da cerâmica, além de aumentar o molhamento e melhorar a penetração da resina. Após sua condensação, observou-se que o Silano formou uma massa de oligômeros de alto peso molecular sobre as superfícies condicionadas, mascarando as microretenções provocadas pelo ácido. DELLA BONA et al. (2004) também observaram que a aplicação do Silano produziu uma fina camada que ocluiu os poros da cerâmica condicionada, anulando o efeito do condicionamento ácido. A efetividade do Silano foi menos evidente nas superfícies rugosas. A caracterização por MEV da superfície da cerâmica após as diferentes condições de tratamento do Silano propostas no presente estudo comprovaram uma diferença clara no padrão de adsorção do agente de união, gerando uma topografia mais definida para G1, G2 e G6 e mais turva para G3, G4 e G5, mostrando-se de acordo com as observações anteriores. O enxágüe com água gerou uma imagem mais turva, sugerindo a remoção da camada mais superficial do Silano. G6 apresentou um aspecto mais acentuado desta remoção, talvez pela excessiva remoção do agente de união quando o enxágüe com água em ebulição é realizado após a secagem a $50\pm 5^{\circ}\text{C}$, uma vez que, entre os grupos silanizados, este foi o que apresentou os menores valores de resistência adesiva. Outra hipótese seria que o aquecimento do silano imediatamente após sua aplicação sobre a superfície cerâmica poderia favorecer a deposição dos contaminantes impedindo uma adequada reação da porção ativa do silano.

BARGHI (2000) salientaram que a exposição prolongada da superfície silanizada ao ambiente poderia prejudicar a união, devendo este procedimento ser realizado imediatamente antes da fixação da restauração. Com base nesses

achados, aguardou-se um tempo de 3 minutos após a aplicação do Silano, quando a superfície se mostrava totalmente seca, previamente a qualquer procedimento, seja a aplicação do adesivo ou o tratamento térmico proposto no presente trabalho. Entretanto, observamos que não há uma normatização sobre a espessura da película de cimento adequada tanto para os ensaios de cisalhamento quando de tração avaliando interfaces adesivas.

Demonstrou-se que o padrão de retenções micromecânicas criado pelo HF na superfície das cerâmicas odontológicas à base de Feldspato favorecia a técnica de cimentação adesiva e possibilitava o reparo intra-oral em caso de fratura de restaurações já cimentadas (DELLA BONA & VAN NOORT, 1998; BERRY et al., 1999). Alcançava-se uma união forte e durável entre a resina e a cerâmica através de técnicas adesivas convencionais de dentina e esmalte, preferencialmente com sistemas adesivos que apresentavam um agente de silanização que garantisse a união química (BRAGA et al., 1999; KELSEY et al., 2000).

As técnicas adesivas aumentaram a durabilidade e longevidade clínica das restaurações cerâmicas, que se apresentavam como soluções estéticas bastante aceitáveis. Observou-se ainda melhora nas propriedades mecânicas finais destes trabalhos, com maiores valores de resistência à fratura quando comparados com os cimentos convencionais (JARDEL et al., 1999; FILHO et al., 2004). Entretanto, SPOHR et al. (2003) afirmaram que a forma de ativação do cimento resinoso poderia ser crítica para a longevidade e o desempenho clínico da restauração.

BRAGA et al. (1999), demonstraram que os primeiros 90 minutos após a fixação com CR são muito críticos, devendo o paciente ser orientado a não se alimentar durante esse período após a cimentação. KAMADA et al. (2001) observaram que o ajuste oclusal da restauração após a cimentação poderia ocasionar falha na adesão do cimento à cerâmica e, portanto, o CR deveria apresentar resistência de união a mais alta possível, inclusive nos estágios iniciais. Entretanto, STEWART et al. (2002) encontraram após 24h e 6 meses de imersão dos corpos-de-prova resultados estatisticamente muito mais elevados para os cimentos quimicamente ativados que para os de ativação dual, sugerindo o comprometimento da resistência de união a médio prazo apesar de um melhor comportamento clínico inicial dos CR duais. Além disso, FOXTON et al. (2002) observaram que o aumento da espessura da cerâmica de 1 para 3mm foi muito crítico quando se utilizou um cimento dual, ainda que a fonte de luz tenha sido multidirecional. PAULINELLI (1999) demonstrou existir uma

relação entre a cor e a espessura da cerâmica e a capacidade de transmissão efetiva da luz dos aparelhos fotoativadores, particularmente para espessuras acima de 2mm em cerâmicas mais claras e acima de 1mm para as mais escuras. A espessura dos blocos cerâmicos utilizados no presente estudo limitaria a profundidade de fotoativação de um CR dual, o que norteou a escolha pelo cimento quimicamente ativado C&BTM. Este material também asseguraria a uniformidade das propriedades mecânicas da película após a reação de presa, garantida pelo armazenamento dos blocos cimentados em água por 7 dias previamente aos cortes. BARGHI (2000) salientou que a estabilidade química do agente adesivo e do cimento seriam determinantes da longevidade adesiva. Para evitar a incompatibilidade entre alguns componentes dos adesivos fotoativados, optou-se também por um sistema adesivo de ativação química, Lok[®].

VAN NOORT et al. (1991) afirmaram que a presença de excessos do adesivo na porção externa das amostras gerou valores mais elevados de resistência de união por tração e reforçaram a necessidade da padronização da forma de aplicação do adesivo em uma camada uniforme e confinada à área da superfície a ser aderida. LOPES et al. (2003) recomendaram que a porção externa dos blocos fosse removida para evitar que a presença de cimento em excesso influencie nos valores finais. Desta forma, no presente trabalho não se removeram os excessos de cimento dos blocos, mas as tiras correspondentes à superfície externa dos mesmos foram desprezadas após o corte, não se obtendo CP destas porções.

Os ensaios mecânicos laboratoriais empregados para avaliar a união entre sistemas adesivos e a estrutura dentária se fundamentavam na aplicação de forças de deslocamento sobre a união na tentativa de simular os esforços sofridos pela restauração no meio bucal. Clinicamente, entretanto, esse sistema de forças é complexo, não sendo reprodutível até então, limitando uma previsão do desempenho clínico dos materiais baseada apenas em suas propriedades (VAN NOORT et al., 1989; VAN NOORT et al., 1991; SANO et al., 1994; JARDEL et al., 1999; DELLA BONA et al., 2002; GARCIA et al., 2002). Ao se aplicar uma carga, seja de tração ou cisalhamento, ela se distribuiria pelos substratos e seria influenciada pelas características físicas de cada um deles, gerando uma propagação diferente para cada situação clínica. DELLA BONA et al. (2000) afirmaram que médias experimentais de resistência de união não deveriam ser

tomadas isoladamente como indicadores da qualidade de união clínica, devendo-se considerar um percentual entre 1 e 5% de falhas como tolerável.

SANO et al. (1994); DELLA BONA & VAN NOORT (1995) e VERSLUIS et al. (1997) afirmaram que a fratura coesiva com rompimento de fragmentos do substrato durante os testes laboratoriais limitava a interpretação dos resultados de resistência de união e não era representativa das situações clínicas. Os testes deveriam avaliar a resistência adesiva na interface, o que se mostrou viável através do ensaio de microtração, proposto pioneiramente por SANO et al. em 1994. Os autores salientaram ainda que os ensaios de tração convencionais eram críticos: quando não conduzidos com critério, poderia ser gerado um estresse de torque, que reduziria os valores finais de resistência adesiva. CARDOSO et al. (1998) e PASHLEY et al. (1999) relataram que a versatilidade do ensaio de microtração não foi observada em nenhum outro ensaio convencional, com alto potencial para avaliação da resistência de união dos materiais adesivos utilizados em odontologia, apesar de exigir maior tempo de trabalho no laboratório. PHRUKKANON et al. (1998b) não encontraram diferenças estatisticamente significativas entre os espécimes cilíndricos e retangulares no ensaio de microtração. A Análise de Elementos Finitos (AEF) demonstrou um estresse mínimo no centro da interface aderida e máximo nos cantos dos espécimes retangulares e na periferia dos cilíndricos. Sob MEV, observaram-se remanescentes de resina composta na periferia dos CP cilíndricos fraturados, assim como nas extremidades dos CP retangulares. Embora os estudos de microtração na literatura tratassem da adesão de materiais à dentina e ao esmalte, DELLA BONA et al. (2000), LOPES et al. (2003), EL ZHAIRY et al. (2003) e FILHO et al. (2004) verificaram que a metodologia apresentada mostrou-se eficaz para a avaliação da resistência de união entre compósitos e materiais cerâmicos, o que também foi uma característica do presente trabalho.

EL ZHAIRY et al. (2003) avaliaram a resistência de união entre um “bloco” de cimento resinoso construído sobre a cerâmica e sugeriram a utilização de um filme de cimento entre dois substratos em estudos posteriores, refletindo uma situação mais próxima da prática clínica. Este foi o desenho escolhido para o presente estudo, considerando que a adesão entre o CR e o bloco de RC seria superior à adesão entre o bloco cerâmico e o cimento, mantendo-se as condições de tratamento superficial e silanização para ambos os blocos cimentados. Além disso,

uma película de cimento entre os blocos de fato remete a uma condição mais aproximada da cimentação de uma restauração cerâmica, favorecendo a interpretação dos resultados. Em 2004, EL ZOHAIRY et al. questionaram a fixação dos CP para microtração pela porção lateral, sugerindo que o ideal seria um modelo de ensaio mecânico que permitisse o deslocamento dos mesmos, por tração, no sentido do seu longo eixo. Durante os ensaios preliminares para este trabalho, muitas foram as dificuldades encontradas para o posicionamento dos CP utilizando o dispositivo recomendado pela literatura pertinente, composto por duas hastes planas e paralelas que se deslocavam em sentido oposto sob tração. Além disso, este desenho de ensaio gerou uma grande dispersão dos valores de tensão de ruptura, o que dificultaria, senão inviabilizaria uma posterior análise estatística dos dados. Optamos então pelo desenvolvimento e usinagem de um novo dispositivo que permitiu o posicionamento dos CP pelas extremidades visando o alinhamento uniaxial da carga de tração aplicada durante o ensaio. Para tanto, houve grande preocupação em se garantir um alto grau de liberdade da porção superior do dispositivo de tal forma que não fossem incorporadas cargas laterais após o posicionamento e alinhamento do CP. Houve também o cuidado de se usar tubos de latão com diâmetro interno bastante aproximado do perímetro dos CP, diminuindo o volume de cianoacrilato necessário para a fixação do mesmo. Ainda que se utilizasse o acelerador de presa compatível, alguns CP deslocavam do tubo durante o ensaio em vez de romperem, levando à necessidade de novo procedimento de fixação e um novo teste. Ao se definir o tempo de espera da atuação do acelerador em 4 minutos, este problema foi contornado.

PHRUKKANON et al. (1998a) sugeriram a utilização de CP para microtração com diâmetro de 1,4mm uma vez que os resultados foram similares aos observados com 1,2mm, sendo estes mais passíveis de perdas durante o corte e preparo. EL ZOHAIRY et al. (2004) sugeriram também que os CP deveriam ter a menor espessura possível considerando-se a dificuldade de corte sem fraturas prematuras. SADEK et al. (2004) afirmaram que os CP para o ensaio de microtração deveriam ter o formato de palitos, ou seja, paralelos, em vez de ampulhetas, como inicialmente proposto por SANO et al. em 1994. A área de união deveria ser a menor possível, com uma espessura média de 1,5mm em ambas as direções de trabalho, gerando CP com área de união média de 2,25mm². Entretanto, REIS et al. (2004) questionaram a reprodutibilidade do ensaio de microtração, uma vez que não existe

uma normatização ou padronização para este procedimento. Os autores sugeriram que as variáveis tempo de armazenamento e velocidade de corte dos espécimes fossem consideradas e padronizadas no preparo dos CP para microtração, para permitir a comparação dos resultados observados por diferentes autores. A falta de informação normativa também foi percebida por nós, na quase totalidade dos trabalhos, uma vez que não eram fornecidos dados sobre a velocidade do corte e a carga aplicada sobre o disco adiamantado para a obtenção das tiras e dos CP, assim como o valor da célula de carga utilizada na máquina de ensaios. Para a obtenção dos CP em cerâmica cimentada à resina composta encontramos dificuldades nos cortes em espessuras menores que 1,5mm, com grande volume de perda de CP nos cortes preliminares. Optou-se, então, por cortes mais espessos resultando em uma área aderida média de 2,0mm². Diante do exposto, verificamos a dificuldade em compararmos efetivamente os resultados observados no presente trabalho com os apresentados na literatura, dadas algumas peculiaridades na metodologia que certamente levaram a valores médios de resistência de união bastante diferentes. Além disso, a qualidade dos CP após os procedimentos de corte pode não ser uniforme, com presença de trincas e defeitos não detectáveis com lupa de 4x de aumento, o que pode ter influenciado os altos valores de desvio padrão observados. Previamente aos ensaios, os CP deveriam ser examinados com lupa de maior aumento, descartando-se aqueles cuja integridade estivesse comprometida, o que não pôde ser realizado nos grupos com menor número de CP.

Apesar destas limitações, os resultados dos trabalhos que utilizaram a cerâmica IPS Empress^{®2} recoberta por sistema adesivo e resina composta apresentavam a proposta de comparar o desempenho adesivo da cerâmica condicionada por ácidos ou apenas silanizada e, portanto, foram por nós selecionados como referências. DELLA BONA et al. (2000) encontraram os seguintes resultados médios de tensão de ruptura (em MPa), sob microtração, para os tratamentos de superfície indicados: HF) 41,7±6,7 ; FFA) 19,1±2,6 ; S) 30,1±5,3; HF+S) 56,1±4,1; FFA+S) 36,9±3,9. O Silano melhorou a resistência de união independentemente do condicionamento ácido da superfície. Não ocorreram fraturas coesivas nos substratos. Num estudo similar DELLA BONA et al. (2003) observaram que os valores médios de resistência de união para cada tipo de tratamento de superfície foram sempre maiores para o IPS Empress^{®2} (HF ±43,7; FFA ±20,1; S ±32,4; HF + S ±57,5; FFA + S ±38,8) que para IPS Empress[®]

(HF \pm 10,6; S \pm 28,8; HF + S \pm 21,9; FFA + S \pm 15,3), sendo que o Silano melhorou a resistência de união por microtração independentemente do tipo de cerâmica ou do tratamento de superfície. FILHO et al.(2004) avaliaram a resistência de união entre o IPS Empress[®]2 e uma RC por microtração e concluíram que a aplicação do Silano foi mais efetiva (44,8 \pm 11,6MPa) que o condicionamento com HF (35,1 \pm 7,7MPa), mas que a sobreposição de ambos gerou valores estatisticamente mais elevados (56,8 \pm 10,4MPa), de maneira semelhante à observada no presente estudo.

EL ZOHAIRY et al. (2004) concluíram, após AEF, que um modelo de ensaio por microtração onde o CP fosse fixado pela porção lateral geraria um valor nominal maior do que seria observado caso sua fixação fosse realizada pelas extremidades, uma vez que no desenho convencional deste ensaio podem ser incorporadas componentes de forças de torção lateral. Os autores sugeriram uma equivalência de aproximadamente 80% da força real de ruptura por tração uniaxial. No presente estudo, os valores médios de resistência de união do grupo G2 (HF + S) foram de 14,77 \pm 8,31MPa, menores que os reportados para tratamentos similares nos estudos anteriormente citados, sugerindo que os valores nominais de resistência adesiva seriam de fato menores quando se utiliza um dispositivo que favorece o direcionamento uniaxial da força de tração aplicada. Considerando-se o valor de G1 como zero, uma vez que todos os espécimes desuniram durante o corte, pode-se afirmar que a aplicação do Silano melhorou a resistência adesiva em todos os grupos avaliados. O grupo que não recebeu nenhum tratamento térmico (G3) e aquele cujo Silano foi seco por calor previamente ao enxágüe com água em ebulição (G6) apresentaram os menores valores de resistência adesiva estatisticamente semelhantes entre si: 6,60 \pm 3,50 e 5,94 \pm 4,27MPa, respectivamente. Os grupos que tiveram a camada superficial do silano removida por água corrente (G4) ou em ebulição (G5) apresentaram valores mais elevados e estatisticamente semelhantes entre si (8,45 \pm 4,51 e 9,46 \pm 5,26MPa, respectivamente), sinalizando para a possibilidade de se alcançar uma resistência de união química que favoreça a longevidade das restaurações cerâmicas. Entretanto, o condicionamento com HF associado ao silano sem tratamento térmico (G2) apresentou o desempenho adesivo mais eficiente dentro da metodologia proposta, demonstrando que uma melhor resistência de união entre a cerâmica IPS Empress[®]2 e o cimento C&B[™] foi alcançada quando se associou a união química às retenções micromecânicas.

A interpretação adequada do tipo de falha previne conclusões equivocadas sobre a utilidade do ensaio e os fenômenos na zona de adesão (SANO et al., 1994; DELLA BONA & VAN NOORT, 1995; VERSLUIS et al., 1997; PHRUKKANON et al., 1998a; FOXTON et al., 2002). A análise das superfícies após a fratura foi realizada no presente estudo através de microscopia óptica e complementada por MEV, confirmando que todas as fraturas ocorreram dentro da “zona de adesão”, num padrão predominantemente adesivo. Nos grupos que apresentaram 100% de fraturas adesivas (G3 e G6) observaram-se os menores valores de resistência de união, comprovando que os tratamentos de superfície propostos nestes casos foram de fato os menos efetivos. Algumas fraturas predominantemente adesivas apresentavam pequenas porções de fratura coesiva do cimento ou do substrato na borda do CP, comprovando a uniformidade da distribuição da força durante o ensaio, conforme proposto pelos trabalhos que utilizaram modelos de análise por elementos finitos. Os grupos G2, G4 e G6, que apresentaram os maiores valores de tensão de ruptura, apresentaram fraturas coesivas em 30%, 24% e 40% das amostras, respectivamente, sugerindo ter havido uma relação direta entre a resistência de união e o padrão de fratura. Entretanto, é importante salientar que a análise por lupa (50x) não permitiu que se qualificasse a fratura quanto à sua origem e seu comportamento, uma vez que não foi possível verificar se o remanescente de cimento ficou aderido à cerâmica ou à resina, nem mesmo quando ocorreu fratura coesiva na estrutura do cimento resinoso. Apenas através da análise por MEV foi possível diferenciar melhor esse comportamento fractográfico, evidenciando o substrato no qual o cimento resinoso permaneceu aderido, permitindo uma interpretação mais adequada do comportamento da interface adesiva frente ao ensaio mecânico. Fica evidente na amostra do G2 apresentada que todo o CR em contato com a cerâmica permaneceu aderido a esta, ainda que tenha havido rompimento de parte da estrutura do mesmo. Estas características demonstram a efetividade do HF associado ao Silano em reter o CR, superando a resistência adesiva com a resina composta. Por outro lado, a amostra do grupo G5, apesar de também corresponder a um valor considerável de resistência adesiva, comprova que o CR apresentava área de ruptura estrutural mas permaneceu firmemente aderido à RC, demonstrando que a adesão com a cerâmica falhou. No padrão adesivo das fraturas foi possível distinguir, através dos sulcos e fissuras deixados pelo acabamento inicial com lixa na superfície dos substratos avaliados, se a união foi

mais efetiva na resina ou na cerâmica. Entretanto, deve-se lembrar que a análise por MEV deve ser apenas representativa, considerando-se o tempo e o custo necessários para que se analisassem todas as superfícies fraturadas através deste recurso. Parece-nos que um tratamento prévio para pigmentação da RC e do CR com cores distintas poderia favorecer a visualização destes detalhes utilizando-se apenas a microscopia óptica, uma vez que a dificuldade de detalhamento se dá principalmente pela cor clara e muito semelhante de todos os materiais envolvidos na interface de fratura. Fica claro, desta forma, que a análise das fraturas por microscopia óptica é válida, mas não deve ser considerada conclusiva sem o auxílio de outra técnica que represente com mais acuidade o aspecto da superfície fraturada.

7 CONCLUSÕES

De acordo com os resultados observados, segundo a metodologia proposta e considerando-se as limitações do presente estudo, parece-nos lícito concluir que:

1. O padrão de evaporação do Silano influenciou positivamente a resistência de união entre a cerâmica IPS Empress[®]2 e o cimento resinoso C&B[™];
2. A morfologia observada por MEV sugere padrões distintos de adsorção do Silano à superfície da cerâmica após os diferentes tratamentos térmicos;
3. As formas de tratamento do Silano avaliadas geraram valores de resistência de união estatisticamente diferentes, com valores menores para os grupos sem tratamento térmico ou com o aquecimento prévio ao enxágüe (G3 e G6) e mais elevados para os grupos onde apenas a secagem inicial do Silano à temperatura ambiente precedeu o enxágüe com água em ebulição (G4 e G5);
4. Os valores de resistência de união do grupo que recebeu o Ácido Fluorídrico associado ao Silano (G2) foram estatisticamente superiores a todos os outros resultados observados no presente estudo;
5. Todas as fraturas ocorreram dentro da “zona de adesão” e foram adesivas em todas as amostras dos grupos G3 e G6. A presença de fraturas coesivas apenas nos grupos G2, G4 e G5 remete a uma relação direta com os maiores valores de resistência de união observados;
6. O dispositivo desenvolvido para a fixação dos corpos-de-prova pelas extremidades mostrou-se adequado para a avaliação dos valores de resistência de união (tensão de ruptura) dentro da metodologia proposta.

REFERÊNCIAS

1. AL EDRIS, A.; AL JABR, A.; COOLEY, R. L.; BARGUI, N. SEM evaluation of etch patterns by three etchants on three porcelains. **J. Prosthet. Dent.**, St. Louis, v. 64, n. 6, p. 734-9, Dec. 1990.
2. BARGHI, N. To silanate or not to silanate: making a clinical decision. **Compendium Cont. Educ.**, v. 21, n. 8, p. 659-64, Aug. 2000.
3. BERRY, T.; BARGHI, N.; CHUNG, K. Effect of water storage on the silanization in porcelain repair strength. **J. Oral Rehabil.** Oxford, v.26, n. 6, p.459-63., Jun. 1999.
4. BLATZ, M. B.; SADAN, A.; KERN, M. Resin-ceramic bonding: a review of the literature. **J. Prosthet. Dent.** St. Louis, v.89, n. 3, p. 268-74, Mar. 2003.
5. BRAGA, R. R.; BALLESTER, R. Y.; CARRILHO, M. R. Pilot study on the early shear strength of porcelain-dentin using dual-cure cements. **J. Prosthet. Dent.**, St. Louis, v. 81, n. 3, p. 285-9, Mar. 1999.
6. BUONOCORE, M. G. A simple method of increasing the adhesion of acrylic filling materials to enamel surfaces. **J. Dent. Res.**, St. Louis, v. 34, n. 6, p. 849-53, Dec. 1955.
7. CANAY, S.; HERSEK, N.; ERTAN, A. Effect of different acid treatments on a porcelain surface. **J. Oral Rehabil.** Oxford, v. 28, n. 1, Jan. 2001.
8. CARDOSO, P. E. C.; BRAGA, R. R.; CARRILHO, M. R. O. Evaluation of micro-tensile, shear and tensile tests determining the bond strength of three adhesive systems. **Dent. Mater.**, Washington DC, v. 14, n. 6, p. 394-8, Nov. 1998.
9. CARNEIRO JÚNIOR, A. M.; CARVALHO, R. C. R.; TURBINO, M. L. Avaliação *in vitro* da força de união, através de testes de tração, de porcelana feldspática com diversos tratamentos superficiais à resina composta. **Rev. Odontol. Univ. São Paulo.** São Paulo, v. 13, n. 3, p. 257-62, Jul-Set. 1999.
10. 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.**, Seattle WA, v. 23, n. 5, p. 250-7, Sep-Oct. 1998.
11. DELLA BONA, A.; VAN NOORT, R. Shear vs. tensile bond strength of resin composite bonded to ceramic. **J. Dent. Res.**, Washington DC, v. 74, n. 9, p. 1591-96, Sep. 1995.
12. DELLA BONA, A.; VAN NOORT, R. Ceramic surface preparation for resin bonding. **Am. J. Dent.** San Antonio TX, v. 11, n. 6, p. 276-80, Dec. 1998.

13. DELLA BONA A.; ANUSAVICE, K. J.; SHEN, C. Microtensile strength of composite bonded to hot-pressed ceramics. **J. Adhes. Dent.**, New Malden, v. 2, n. 4, p. 305-13. Winter. 2000.
14. DELLA BONA, A.; ANUSAVICE, K. J. Microstructure, composition and etching topography of dental ceramics. **Int. J. Prosthodont.**, Lombard, v. 15, n. 2, p. 159-67, Mar-Apr. 2002.
15. DELLA BONA, A.; ANUSAVICE, K. J.; HOOD, J. A. A. Effect of ceramic surface treatment on tensile bond strength to a resin cement. **Int. J. Prosthodont.**, Lombard, v. 15, n. 3, p. 248-253, May-Jun. 2002.
16. DELLA BONA, A.; ANUSAVICE, K. J.; MECHOLSKY JR, J. J. Failure analysis of resin composite bonded to ceramic. **Dent. Mater.**, Washington DC, v. 19, n. 8, p. 693-9, Dec. 2003.
17. DELLA BONA, A.; SHEN, C.; ANUSAVICE, K. J. Work of adhesion of resin on treated Lithia disilicate-based ceramic. **Dent. Mater.**, Washington DC, v. 20, n. 4, p. 338-44, May. 2004.
18. EIKENBERG, S.; SHURTLEFF, J. Effect of hidratação on bond strength of a silane-bonded composite to porcelain after seven months. **Gen. Dent.** Chicago, v. 44, n. 1, p. 58-61, Jan-Feb. 1996.
19. EL ZHAIRY, A. A.; DE GEE, A. J.; MOHSEN, M. M.; FEILZER, A. J. Microtensile bond strength testing of luting cements to prefabricated CAD / CAM ceramic and composite blocks. **Dent. Mater.**, Washington DC, v. 19, n. 7, p. 575-83, Nov. 2003.
20. EL ZHAIRY, A. A.; DE GEE, A. J.; DE JAGER, N. VAN RUIJVEN, L. J.; FEILZER, A. J. The influence of specimen attachment and dimension on microtensile strength. **J. Dent. Res.**, Washington DC, v. 83, n. 5, p. 420-4, May. 2004.
21. FILHO, A. M.; VIEIRA, L. C. C.; ARAÚJO, E.; MONTEIRO JÚNIOR, S. Effect of different ceramics surface treatment on resin microtensile bond strength. **J. Prosthodont.**, Philadelphia, v. 13, n. 1, p. 28-35, Mar. 2004.
22. FOXTON, R. M.; PEREIRA, P. N. R.; NAKAJIMA, M.; TAGAMI, J.; MIURA, H. Long-term durability of the dual-cure resin cement / silicon oxide ceramic bond. **J. Adhes. Dent.**, New Malden, v. 4, n. 2, p. 125-35, Summer. 2002.
23. GARCIA, F. C. P.; D'ALPINO, P. H. P.; TERADA, R. S. S.; CARVALHO, R. M. Testes mecânicos para avaliação laboratorial da união resina / dentina. **Rev. Fac. Odontol. Bauru**, Bauru, n. 10, v. 3, p. 118-27, Jul-Set. 2002.
24. GARONE NETTO, N.; BURGER, R.C. **Inlay e onlay metálica e estética**. São Paulo: Livraria Santos Editora Ltda, 277p. 1998.

25. HOOSHMAND, T.; VAN NOORT, R.; KESHVAD, A. Bond durability of the resin-bonded and silane treated ceramic surface. **Dent. Mater.**, Washington DC, v. 18, n. 2, p. 179-88, Mar. 2002.
26. JARDEL, V.; DEGRANGE, M.; PICARD, B.; DERRIEN, G. Correlation of topography to bond strength of etched ceramic. **Int. J. Prosthodont.**, Lombard, v. 12, n. 1, p. 59-64, Jan / Fev, 1999.
27. JONES, D. W. Desenvolvimento da cerâmica odontológica: uma perspectiva histórica. In: **Cerâmicas – Clínicas Odontológicas da América do Norte**. São Paulo: Livraria Roca, 1988. Cap. 1, p. 1-26.
28. KAMADA, K.; YOSHIDA, K.; ATSUTA, M. Early bond strength and durability of bond between a ceramic material and chemically-cured or dual-cured resin luting agent. **Am. J. Dent.** San Antonio TX, v. 14, n. 2, p. 85-88, Apr. 2001.
29. KATO, H.; MATSUMURA, H.; TANAKA, T.; ATSUTA, M. Bond strength and durability of porcelain bonding systems. **J. Prosthet. Dent.**, St. Louis. v. 75, n. 2, p. 163-8, Feb. 1996.
30. KELSEY, W. P.; LATTA, M. A.; SANISLAV, C. M.; SHADDY, R. S. Comparison of composite resin-to-porcelain bond strength with three adhesives. **Gen. Dent.**, Chicago, v. 48, n. 4, p. 418-21, Jul-Ago. 2000.
31. LOPES, G. A.; LEITE, F. P. P.; VALANDRO, L. F.; SIQUEIRA, L. O.; PIMENTA, L. A. F.; NEISSER, M. P. Resistência à microtração entre uma cerâmica hidrotérmica, silanizada ou não, aderida a uma resina composta por um cimento resinoso. **Cienc. Odontol. Bras.**, São José dos Campos, v. 6, n. 2, p. 80-7, Abr/Jun. 2003.
32. MATSUMURA, H.; KATO, H.; ATSUTA, M. Shear bond strength to feldspathic porcelain of two cements in combination with three surface treatment. **J. Prosthet. Dent.**, St. Louis. v. 78, n. 5, p. 511-7, Nov. 1997.
33. McLEAN, J. W.; HUGHES, T. H. The reinforcement of dental porcelain with ceramic oxides. **Br. Dent. J.** London, v. 119, n. 6, p. 251-67. 1965.
34. NAKABAYASHI, N.; PASHLEY, D. H. **Hibridização dos tecidos dentais duros**. Quintessence. São Paulo, 129 p. 2000.
35. ÖZDEN, A. N.; AKALTAN, F.; CAN, G. Effect of surface treatments of porcelain on the shear bond strength of applied dual-cured cement. **J. Prosthet. Dent.**, St. Louis. v. 72, n. 1, p. 85-8, Jul. 1994.
36. PACHECO, J. F. M.; GOES, M. F.; CONSANI, S. Influência do condicionamento e da aplicação de Silano na resistência da união porcelana-resina composta. **Rev. ABO Nac.**, São Paulo, v. 7, n. 2, p. 81-5, Abr-Mai. 1999.

37. PASHLEY, D. H.; CARVALHO, R. M.; SANO, H.; NAKAJINA, M.; YOSHIYAMA, M.; SHONO, Y.; FERNANDES, C. A.; TAY, F. **J. Adhes. Dent.**, New Malden, v. 1, n. 4, p. 299-309, Winter. 1999.
38. PAULINELLI, V. M. F. Transmissão da luz através de amostras de porcelana com diferentes cores e espessuras. Belo Horizonte, Faculdade de Odontologia da Universidade Federal de Minas Gerais, 1999. 111p. (Dissertação, Mestrado em Dentística Restauradora).
39. PHRUKKANON, S.; BURROW, M. F.; TYAS, M. J. Effect of cross-sectional area on bond strengths between resin and dentin. **Dent. Mater.**, Washington DC, v. 14, n. 3, p. 120-28, Mar. 1998a.
40. PHRUKKANON, S.; BURROW, M. F.; TYAS, M. J. The influence of cross-sectional shape and surface area on the microtensile bond test. **Dent. Mater.**, Washington DC, v. 14, n. 6, p. 212-21, Jun. 1998b.
41. REIS, A.; CARRILHO, M. R. O.; SCHROEDER, M.; TANCREDO, L. L. P.; LOGUERCIO, A. D. The influence of storage time and cutting speed on microtensile bond strength. **J. Adhes. Dent.**, New Malden, v. 6, n. 1, Spring. 2004.
42. ROULET, J. F.; SÖDERHOLM, K. J. M.; LONGMATE, J. Effects of treatment and storage conditions on ceramic / composite bond strength. **J. Dent. Res.**, Washington DC, v. 74, n. 1, p. 381-7, Jan. 1995.
43. SADEK, F. T.; GORACCI, C.; MONTICELLI, F.; FERRARI, M.; CARDOSO, P. E. C. Influência da geometria dos espécimes em dentina e esmalte no teste de microtração: análise da resistência de união e microscopia eletrônica de varredura. **JBD – Revista Ibero-americana de Odontologia Estética & Dentística**. Curitiba, v. 3, n. 9, p. 81-93, Jan / Mar. 2004.
44. SANO, H.; SHONO, T.; SONODA, H.; TAKATSEU, T.; CIUCCHI, B.; CARVALHO, R.; PASHLEY, D. H. Relationship between surface area for adhesion and tensile bond strength – evaluation of a micro-tensile bond test. **Dent. Mater.**, Washington DC, v. 10, n. 4, p. 236-40, Jul. 1994.
45. SATO, K.; MATSUMURA, H.; ATSUTA, M. Effect of three-liquid bonding agents on bond strength to a machine milled ceramic material. **J. Oral Rehabil.**, Oxford, v. 26, n. 7, p. 570-4, Jul. 1999.
46. SCHWEIGER, N.; HOLAND, W.; FRANK, N.; DRESCHER, H.; RHEINBERGER, V. IPS Empress 2: a new pressable high-strength glass-ceramic for esthetic all-ceramic restorations. **QDT**, v. 22, p. 143-151, 1999.
47. SPOHR, A. M.; CORRER-SOBRINHO, L.; CONSANI, S.; SINHORETI, M. A. C.; KNOWLES, J. C. Influence of surface conditions silane agent on the bond of resin to IPS-Empress 2 ceramic **Int. J. Prosthodont.**, Lombard, v. 16, n. 3, p. 277-82, May/June. 2003.

48. STEWART, G. P.; JAIN, P.; HODGES, J. Shear bond strength of resin to both ceramic and dentin. **J. Prosthet. Dent.**, St. Louis, v. 88, n. 3, p. 277-84, Sep. 2002.
49. TAO L.; PASHLEY, D. H. The relationship between dentin bond strength and dentin permeability. **Dent. Mater.**, Washington DC, v. 5, p. 133-9, 1989.
50. VAN NOORT, R.; NOROOZI, S.; HOWARD, I. C.; CARDEW, G. A critique of bond strength measurements. **J. Dent.**, Bristol, v. 17, n. 2, p. 61-7, Apr. 1989.
51. VAN NOORT, R.; CARDEW, G.E.; HOWARD, I. C.; NOROOZI, S. The effect of local interfacial geometry on the measurement of the tensile bond strength do dentin. **J. Dent. Res.**, Washington DC , v. 70, n. 5, p. 889-893, May. 1991.
52. VERSLUIS, A.; TANTBIROJN, D.; DOUGLAS, W. H. Why do shear bond tests pull out dentin? **J. Dent. Res.**, Washington DC, v. 76, n. 6, p. 1298-1307, Jun. 1997.

ANEXO I

Resultados dos ensaios de microtração por bloco de cada grupo de tratamento.

TABELA 4: Grupo G2 / bloco 1 – Comportamento sob microtração.

Corpo-de-Prova Grupo G2 1	Área Aderida (mm ²)	Força de Ruptura (N)	Tensão de Ruptura (MPa)
1	2,00	15,15	7,57
2	1,89	24,88	13,17
3	1,78	28,23	15,85
4	1,77	38,26	21,64
5	1,75	43,77	24,95
6	1,56	7,24	4,64
7	1,82	9,49	5,22
8	1,55	8,22	5,31
9	1,76	27,05	15,41
10	1,59	33,96	21,43
11	1,77	15,22	8,62
12	1,82	36,80	20,23
Média	1,754	24,022	13,670
Desvio Padrão	0,134	12,726	7,309

TABELA 5: Grupo G2 / bloco 2 – Comportamento sob microtração

Corpo-de-Prova Grupo G2 2	Área Aderida (mm ²)	Força de Ruptura (N)	Tensão de Ruptura (MPa)
1	1,78	63,60	34,98
2	1,69	1,71	19,62
3	1,72	36,00	21,00
4	2,01	49,33	24,22
5	1,86	34,75	18,91
6	1,87	44,39	22,71
7	1,76	25,14	13,63
8	2,08	29,06	13,78
9	1,99	17,86	9,02
10	1,57	21,11	13,44
11	1,63	26,39	16,03
12	1,90	24,49	12,42
13	1,70	9,30	5,00
14	1,68	19,79	11,59
15	1,83	64,71	35,52
Média	1,804	31,174	18,125
Desvio Padrão	0,148	18,085	8,668

TABELA 6: Grupo G2 / bloco 3 – Comportamento sob microtração

Corpo-de-Prova Grupo G2 3	Área Aderida (mm ²)	Força de Ruptura (N)	Tensão de Ruptura (MPa)
1	1,90	13,98	7,34
2	1,79	51,27	28,40
3	1,77	6,74	3,81
4	1,79	15,23	8,49
5	1,70	12,75	7,48
6	1,77	31,65	17,90
7	1,68	8,28	4,94
8	1,79	9,88	5,51
9	1,74	27,88	16,01
10	1,78	18,76	10,54
Média	1,772	19,642	11,042
Desvio Padrão	0,061	13,758	7,647

TABELA 7: Grupo G3 / bloco 1 – Comportamento sob microtração

Corpo-de-Prova Grupo G3 1	Área Aderida (mm ²)	Força de Ruptura (N)	Tensão de Ruptura (MPa)
1	2,65	10,66	4,03
2	2,61	16,72	6,41
3	1,92	15,90	8,27
4	1,87	10,33	5,52
5	1,73	3,84	2,22
6	2,65	14,06	5,31
7	2,08	11,56	5,55
8	1,95	14,11	7,25
9	1,70	5,78	3,41
10	1,84	16,29	8,86
11	2,06	2,56	1,24
12	2,00	5,47	2,74
13	1,84	12,15	6,61
14	2,07	13,30	6,43
15	2,10	26,26	12,52
16	1,83	6,08	3,32
17	1,93	6,99	3,62
18	1,87	9,55	5,11
19	1,89	29,67	15,74
20	2,66	18,14	6,82
21	2,74	16,07	5,86
22	2,12	15,49	7,31
23	1,68	25,53	15,23
24	2,12	5,11	2,41
25	2,07	21,91	10,60
26	1,96	8,79	4,48
27	2,15	8,41	3,91
28	2,04	5,10	2,50
Média	2,075	12,707	6,189
Desvio Padrão	0,306	7,049	3,678

TABELA 8: Grupo G3 / bloco 2 – Comportamento sob microtração

Corpo-de-Prova Grupo G3 2	Área Aderida (mm ²)	Força de Ruptura (N)	Tensão de Ruptura (MPa)
1	2,64	17,01	6,45
2	2,03	13,32	6,58
3	1,98	25,33	12,80
4	2,08	18,37	8,84
5	1,75	16,58	5,74
6	2,37	14,66	6,18
7	2,06	8,88	4,31
8	2,01	19,58	9,72
9	2,13	22,27	10,45
10	1,98	18,14	9,17
11	2,09	27,03	12,92
12	2,11	10,36	4,92
13	2,02	19,12	9,49
14	2,40	14,26	5,93
15	2,01	10,04	5,00
Média	2,110	16,996	7,900
Desvio Padrão	0,213	5,327	2,798

TABELA 9: Grupo G3 / bloco 3 – Comportamento sob microtração

Corpo-de-Prova Grupo G3 3	Área Aderida (mm ²)	Força de Ruptura (N)	Tensão de Ruptura (MPa)
1	2,02	6,14	3,05
2	2,20	31,68	14,40
3	2,01	24,49	12,20
4	2,07	12,34	5,97
5	2,10	4,12	1,97
6	1,99	6,09	3,07
7	1,96	8,19	4,18
8	1,93	17,32	8,99
9	1,95	9,15	4,69
10	2,08	7,93	3,81
11	2,05	7,96	3,89
12	1,83	6,14	3,36
13	2,09	13,38	6,40
14	1,92	19,23	10,01
15	2,07	10,08	4,86
Média	2,016	12,284	6,057
Desvio Padrão	0,092	7,790	3,686

TABELA 10: Grupo G4 / bloco 1 – Comportamento sob microtração

Corpo-de-Prova Grupo G4 1	Área Aderida (mm ²)	Força de Ruptura (N)	Tensão de Ruptura (MPa)
1	2,06	10,89	5,30
2	2,13	10,19	4,79
3	2,05	11,34	5,53
4	2,08	28,41	13,68
5	2,05	23,03	11,23
6	1,95	23,85	12,23
7	1,89	12,65	6,70
8	2,10	18,93	9,00
9	1,97	19,90	10,10
10	2,06	15,63	7,60
11	1,96	7,43	3,80
12	1,95	36,08	18,54
13	1,83	20,44	11,18
14	2,01	24,60	12,22
15	2,00	12,95	6,49
Média	2,005	18,422	9,226
Desvio Padrão	0,082	7,898	4,035

TABELA 11: Grupo G4 / bloco 2 – Comportamento sob microtração

Corpo-de-Prova Grupo G4 2	Área Aderida (mm ²)	Força de Ruptura (N)	Tensão de Ruptura (MPa)
1	1,65	5,92	2,70
2	1,65	3,61	1,53
3	1,60	16,29	8,14
4	1,56	5,24	2,62
5	1,59	10,33	4,61
6	1,51	5,72	2,96
7	1,61	25,95	12,69
8	1,29	6,15	2,80
9	1,29	16,20	7,80
Média	1,528	10,600	5,094
Desvio Padrão	0,141	7,437	3,690

TABELA 12: Grupo G4 / bloco 3 – Comportamento sob microtração

Corpo-de-Prova Grupo G4 3	Área Aderida (mm ²)	Força de Ruptura (N)	Tensão de Ruptura (MPa)
1	2,09	7,86	3,76
2	2,15	22,95	10,67
3	1,99	32,15	16,13
4	2,15	24,23	11,27
5	2,15	23,66	11,01
6	1,98	13,80	6,97
7	2,04	32,47	15,96
8	2,06	12,42	6,03
9	1,91	29,61	15,54
10	2,16	28,43	13,19
11	2,15	5,08	2,37
13	2,06	11,95	5,81
14	1,89	18,65	9,85
Média	2,059	21,284	9,889
Desvio Padrão	0,094	9,300	4,624

TABELA 13: Grupo G5 / bloco 1 – Comportamento sob microtração

Corpo-de-Prova Grupo G5 1	Área Aderida (mm ²)	Força de Ruptura (N)	Tensão de Ruptura (MPa)
1	2,63	41,45	15,78
2	2,11	17,03	8,07
3	1,89	19,24	10,18
4	1,98	7,44	3,75
5	1,91	21,93	11,50
6	1,92	31,39	16,37
7	2,43	12,65	5,20
8	1,85	24,18	13,11
9	1,82	15,41	8,45
10	2,13	15,82	7,43
11	1,95	15,46	7,95
12	1,82	7,36	4,05
13	1,92	12,78	6,66
14	2,37	11,16	4,71
15	2,28	9,01	3,95
Média	2,067	17,487	8,477
Desvio Padrão	0,251	9,287	4,152

TABELA 14: Grupo G5 / bloco 2 – Comportamento sob microtração

Corpo-de-Prova Grupo G5 2	Área Aderida (mm ²)	Força de Ruptura (N)	Tensão de Ruptura (MPa)
1	2,09	23,92	11,46
2	1,83	34,30	18,72
3	2,00	29,74	14,91
4	2,02	23,70	11,75
5	2,02	18,74	9,28
6	1,81	48,15	26,67
7	1,84	10,51	5,73
8	1,98	6,03	3,04
9	2,02	13,73	6,79
10	1,76	26,33	14,98
11	2,09	18,99	9,08
12	2,08	21,83	10,52
13	1,81	23,78	13,17
14	2,15	21,70	10,09
15	2,00	20,45	10,25
Média	1,965	22,792	11,763
Desvio Padrão	0,124	9,970	5,670

TABELA 15: Grupo G5 / bloco 3 – Comportamento sob microtração

Corpo-de-Prova Grupo G5 3	Área Aderida (mm ²)	Força de Ruptura (N)	Tensão de Ruptura (MPa)
1	2,04	16,10	7,88
2	2,49	18,16	7,28
3	1,97	15,63	7,94
4	2,00	6,43	3,22
5	2,50	13,04	5,22
6	1,87	37,87	20,29
7	2,15	17,71	8,23
8	1,77	27,60	15,58
9	2,13	33,32	15,65
10	2,56	10,77	4,21
11	2,24	25,26	11,27
12	2,33	15,66	6,73
13	2,13	6,00	2,82
14	2,45	6,62	2,70
15	2,50	7,24	2,90
Média	2,207	17,160	8,128
Desvio Padrão	0,253	9,925	5,382

TABELA 16: Grupo G6 / bloco 1 – Comportamento sob microtração

Corpo-de-Prova Grupo G6 1	Área Aderida (mm ²)	Força de Ruptura (N)	Tensão de Ruptura (MPa)
1	1,659	2,55	1,54
2	1,928	15,12	7,84
3	1,978	8,33	4,21
4	1,823	8,15	4,47
5	1,768	9,82	5,56
6	1,925	37,76	19,61
7	1,981	4,97	2,54
8	1,611	9,52	5,91
9	1,753	9,69	5,53
10	1,597	25,91	16,22
11	1,922	8,62	4,48
12	1,696	8,54	5,04
13	1,573	3,70	2,35
14	1,946	21,12	10,85
15	2,484	28,95	11,65
Média	1,843	13,516	7,187
Desvio Padrão	0,229	10,275	5,222

TABELA 17: Grupo G6 / bloco 2 – Comportamento sob microtração

Corpo-de-Prova Grupo G6 2	Área Aderida (mm ²)	Força de Ruptura (N)	Tensão de Ruptura (MPa)
1	2,34	8,34	3,56
2	2,19	18,80	8,58
3	2,14	10,93	5,10
4	2,25	9,58	4,26
5	2,20	3,68	1,67
6	2,05	5,27	2,57
7	2,39	14,99	6,28
8	2,00	5,06	2,54
9	2,36	5,85	2,48
10	2,19	2,12	0,98
11	2,10	3,98	1,89
12	2,28	26,64	11,68
13	2,34	20,89	8,94
14	2,34	5,13	2,19
15	2,09	3,34	1,60
Média	2,217	10,264	4,656
Desvio Padrão	0,123	5,498	3,303

TABELA 18: Grupo G6 / bloco 3 – Comportamento sob microtração

Corpo-de-Prova Grupo G6 3	Área Aderida (mm ²)	Força de Ruptura (N)	Tensão de Ruptura (MPa)
1	1,96	6,98	3,56
2	1,95	28,78	14,74
3	1,97	5,67	2,88
4	1,99	8,36	4,21
5	2,06	7,86	3,82
6	1,99	10,67	5,37
7	2,20	13,67	6,22
8	1,98	13,82	6,97
9	2,10	28,65	13,66
10	2,22	7,35	3,31
11	1,96	10,58	5,41
12	2,01	9,83	4,89
13	2,06	11,08	5,39
14	1,59	18,81	11,80
15	1,92	5,56	2,89
Média	2,002	13,007	6,588
Desvio Padrão	0,146	7,461	3,903

ANEXO II

Testes estatísticos

TABELA 19: Cálculo amostral – Teste de Grubbs

Eliminação de dispersos (Teste de Grubbs)

G3 (28)=		Gcrítico (28, 1%)=	3,199
N =	28	Gcrítico (28, 5%)=	2,876
risco de falsa rejeição	1%		
G(1)	0,86		
Nenhum dos valores é outlier			ISO 5725
Cálculo do número de amostras			
Para o cálculo da força de ruptura N=14			
Para o cálculo da tensão de ruptura N=15			

Eliminação dos dispersos: Teste de Grubbs – ISO 5725, parte 2, p. 12
TABELA 20: Classificação dos dados em ordem crescente (Continua)

OBS	Tratamento				
	G2	G3	G4	G5	G6
1	3,81	1,24	1,53	2,7	0,98
2	4,64	1,97	2,37	2,82	1,54
3	4,94	2,22	2,62	2,9	1,6
4	5	2,41	2,7	3,04	1,67
5	5,22	2,5	2,8	3,22	1,89
6	5,31	2,74	2,96	3,75	2,19
7	5,51	3,05	3,76	3,95	2,35
8	7,34	3,07	3,8	4,05	2,48
9	7,48	3,32	4,61	4,21	2,54
10	7,57	3,36	4,79	4,71	2,54
11	8,49	3,41	5,3	5,2	2,57
12	8,62	3,62	5,53	5,22	2,88
13	9,02	3,81	5,81	5,73	2,89
14	10,54	3,89	6,03	6,66	3,31
15	11,59	3,91	6,49	6,73	3,56
16	12,42	4,03	6,7	6,79	3,56
17	13,17	4,18	6,97	7,28	3,82
18	13,44	4,31	7,6	7,43	4,21
19	13,63	4,48	7,8	7,88	4,21
20	13,78	4,69	8,14	7,94	4,26
21	15,41	4,86	9	7,95	4,47
22	15,85	4,92	9,85	8,07	4,48
23	16,01	5	10,1	8,23	4,89
24	16,03	5,11	10,67	8,45	5,04
25	17,9	5,31	11,01	9,08	5,1
26	18,91	5,52	11,18	9,28	5,37
27	19,62	5,55	11,23	10,09	5,39
28	20,23	5,74	11,27	10,18	5,41
29	21	5,86	12,22	10,25	5,53
30	21,43	5,93	12,23	10,52	5,56
31	21,64	5,97	12,69	11,27	5,91
32	22,71	6,18	13,19	11,46	6,22
33	24,22	6,4	13,68	11,5	6,28
34	24,95	6,41	15,54	11,75	6,97
35	28,4	6,43	15,96	13,11	7,84
36	34,98	6,45	16,13	13,17	8,58
37	35,52	6,58	18,54	14,91	8,94
38		6,61		14,98	10,85
39		6,82		15,58	11,65
40		7,25		15,65	11,68

TABELA 20: Classificação dos dados em ordem crescente (Conclusão)

OBS	Tratamento				
	G2	G3	G4	G5	G6
41		7,31		15,78	11,8
42		8,27		16,37	13,66
43		8,84		18,72	14,74
44		8,86		20,29	16,22
45		8,99		26,67	19,61
46		9,17			
47		9,49			
48		9,72			
49		10,01			
50		10,45			
51		10,6			
52		12,2			
53		12,52			
54		12,8			
55		12,92			
56		14,4			
57		15,23			
58		15,74			
média	14,76567568	6,597069	8,454054054	9,456	5,938667
s	8,313324826	3,503365	4,505229344	5,260658618	4,273592
N	37	58	37	45	45

$G_{\text{calculado}}$ Maior valor $(G_N - \text{média})/s$ Menor valor $(\text{média} - G_1)/s$

$G_{\text{crítico}}$ (tabelado, ISO 5725, parte 2, pag.22) $G_{N,a}$

Se $G_N \leq G_{\text{crítico}}$ O valor é correto, ou seja, não é outlier (disperso)

G2 (37)= 2,4965
 $G_{\text{crítico}}$ (37, 1%)= 3,343
 $G_{\text{crítico}}$ (37, 5%)= 3,003
 $G2(1)$ 1,3178453 Nenhum dos valores é outlier (disperso)

G3 (58)= 2,6098
 $G_{\text{crítico}}$ (58, 1%)= $\geq 3,381$
 $G_{\text{crítico}}$ (58, 5%)= $\geq 3,036$
 $G3(1)$ 1,5291211 Nenhum dos valores é outlier (disperso)

G4 (37)= 2,2387
Gcritico (37, 1%)= 3,343
Gcritico (37, 5%)= 3,003
G4(1) 1,5368927 Nenhum dos valores é outlier (disperso)

G5 (45)= 3,2722
Gcritico (45, 1%)= $\geq 3,381$
Gcritico (45, 5%)= $\geq 3,036$
G5(1) 1,2842498 Nenhum dos valores é outlier (disperso)

G6(45) 3,1990263
Gcritico (45, 1%)= $\geq 3,381$
Gcritico (45, 5%)= $\geq 3,036$
G6(1) 1,1603042 Nenhum dos valores é outlier (disperso)

TABELA 21: *One-way ANOVA test***ANOVA: fator único (tratamento superficial)****RESUMO**

Grupo	Contagem	Soma	Média	Variância
G2	37	546,33	14,76568	69,11137
G3	58	382,63	6,597069	12,27356
G4	37	312,8	8,454054	20,29709
G5	45	425,52	9,456	27,67453
G6	45	267,24	5,938667	18,26359

ANOVA

Fonte da variação	SQ	gl	MQ	F	valor-P	F crítico
Entre grupos	1988,851	4	497,2127	18,16547	6,94E-13	2,413252
Dentro dos grupos	5939,575	217	27,37131			
Total	7928,426	221				

Hipóteses:

H0 O fator G_i não influi sobre os valores da tensão de ruptura

H1 O fator G_i influi sobre os valores da tensão de ruptura

Se F_{menor}
 $F_{crítico}$ Aceitar H0

Neste caso em questão, F foi maior que o $F_{crítico}$, logo o fator G (tratamento) pode ter influenciado os resultados, no nível de confiança de $\alpha = 5\%$

Comparação entre as médias: Teste de Hipóteses

H0:	$\mu_{Gi} = \mu_{Gj}$	s_{Gi-Gj}	Raiz ($s^2_{Gi}/N_{Gi} + s^2_{Gj}/N_{Gj}$)	
H1:	$\mu_{Gi} \neq \mu_{Gj}$	z	$(\mu_{Gi} - \mu_{Gj})/s_{Gi-Gj}$	
Região de aceitação de H0, $z_a = 5\%$			-1,96a	1,96
$\mu_{G2} =$	14,77	$s_{G2} =$	8,31	$N_{G2} =$ 37,00
$\mu_{G3} =$	6,60	$s_{G3} =$	3,50	$N_{G3} =$ 58,00
$s_{G2-G3} =$	1,44	Raiz ($s^2_{G2}/N_{G2} + s^2_{G3}/N_{G3}$)		
z(G2,G3)	5,66	Rejeitar H0		
$\mu_{G2} =$	14,77	$s_{G2} =$	8,31	$N_{G2} =$ 37,00
$\mu_{G4} =$	8,45	$s_{G4} =$	4,51	$N_{G4} =$ 58,00
$s_{G2-G4} =$	1,49			
z(G2,G4)	4,24	Rejeitar H0		
$\mu_{G2} =$	14,77	$s_{G2} =$	8,31	$N_{G2} =$ 37,00
$\mu_{G5} =$	9,46	$s_{G5} =$	5,26	$N_{G5} =$ 45,00
$s_{G2-G5} =$	1,58			
z(G2,G5)	3,37	Rejeitar H0		
$\mu_{G2} =$	14,77	$s_{G2} =$	8,31	$N_{G2} =$ 37,00
$\mu_{G6} =$	5,94	$s_{G6} =$	4,27	$N_{G6} =$ 45,00
$s_{G2-G6} =$	1,51			
z(G2,G6)	5,85	Rejeitar H0		
$\mu_{G3} =$	6,60	$s_{G3} =$	3,50	$N_{G3} =$ 58,00
$\mu_{G4} =$	8,45	$s_{G4} =$	4,51	$N_{G4} =$ 37,00
$s_{G2-G4} =$	0,87			

$z(G3,G4)$	-2,13	Rejeitar H0			
$\mu_{G3} =$	6,60	$s_{G3} =$	3,50	$N_{G3} =$	58,00
$\mu_{G5} =$	9,46	$s_{G5} =$	5,26	$N_{G5} =$	45,00
$s_{G3-G5} =$	0,91				
$z(G3,G5)$	-3,14	Rejeitar H0			
$\mu_{G3} =$	6,60	$s_{G3} =$	3,50	$N_{G3} =$	58,00
$\mu_{G6} =$	5,94	$s_{G4} =$	4,27	$N_{G4} =$	45,00
$s_{G3-G6} =$	0,79				
$z(G3,G6)$	0,84	Aceitar H0			
$\mu_{G4} =$	8,45	$s_{G4} =$	4,51	$N_{G4} =$	37,00
$\mu_{G5} =$	9,46	$s_{G5} =$	5,26	$N_{G5} =$	45,00
$s_{G4-G5} =$	1,08				
$z(G4,G5)$	-0,93	Aceitar H0			
$\mu_{G4} =$	8,45	$s_{G4} =$	4,51	$N_{G4} =$	37,00
$\mu_{G6} =$	5,94	$s_{G6} =$	4,27	$N_{G6} =$	45,00
$s_{G4-G6} =$	0,98				
$z(G4,G6)$	2,57	Rejeitar H0			
$\mu_{G5} =$	9,46	$s_{G5} =$	5,26	$N_{G5} =$	45,00
$\mu_{G6} =$	5,94	$s_{G6} =$	4,27	$N_{G6} =$	45,00
$s_{G4-G6} =$	1,01				
$z(G5,G6)$	3,48	Rejeitar H0			