

RENAN BELLI

LIMPEZA PÓS-CONDICIONAMENTO E UNIÃO
COMPÓSITO-CERÂMICA:

AVALIAÇÃO ATRAVÉS DE UMA NOVA TÉCNICA DE MICROTRAÇÃO

Florianópolis

2007

RENAN BELLI

LIMPEZA PÓS-CONDICIONAMENTO E UNIÃO

COMPÓSITO-CERÂMICA:

AVALIAÇÃO ATRAVÉS DE UMA NOVA TÉCNICA DE MICROTRAÇÃO

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Odontologia da Universidade Federal de Santa Catarina como requisito para a obtenção do título de Mestre em Odontologia, área de concentração em Dentística.

Orientador: Alfredo Meyer Filho

Co-Orientador: Luiz Clovis Cardoso Vieira

Florianópolis

2007

RENAN BELLI

**LIMPEZA PÓS-CONDICIONAMENTO E UNIÃO COMPÓSITO-CERÂMICA:
AVALIAÇÃO ATRAVÉS DE UMA NOVA TÉCNICA DE MICROTRAÇÃO**

Esta dissertação foi julgada adequada para a obtenção do título de MESTRE EM ODONTOLOGIA – ÁREA DE CONCENTRAÇÃO DENTÍSTICA e aprovada em sua forma final pelo Programa de Pós-Graduação em Odontologia.

Florianópolis, 14 de dezembro de 2007.

Prof. Dr. Ricardo de Sousa Vieira

Coordenador do Programa de Pós-Graduação em Odontologia

BANCA EXAMINADORA

Prof. Dr. Alfredo Meyer Filho

Orientador

Prof. Dr. Luiz Clovis Cardoso Vieira

Membro

Prof. Dr. Alessandro Dourado Loguécio

Membro

Prof. Dr. Sylvio Monteiro Jr.

Suplente

*Que a força do medo que tenho
Não me impeça de ver o que anseio*

*Que a morte de tudo em que acredito
Não me tape os ouvidos e a boca*

*Porque metade de mim é o que eu grito
Mas a outra metade é silêncio.
Que a música que ouço ao longe
Seja linda ainda que tristeza*

*Que a mulher que eu amo seja pra sempre amada
Mesmo que distante
Porque metade de mim é partida
Mas a outra metade é saudade.*

*Que as palavras que falo
Não sejam ouvidas como prece e nem repetidas com fervor
Apenas respeitadas
Como a única coisa que resta a um homem inundado de sentimento
Porque metade de mim é o que ouço
Mas a outra metade é o que calo*

*Que essa minha vontade de ir embora
Se transforme na calma e na paz que eu mereço
E que essa tensão que me corrói por dentro
Seja um dia recompensada
Porque metade de mim é o que penso
E a outra metade um vulcão.*

*Que o medo da solidão se afaste
E que o convívio comigo mesmo se torne ao menos suportável
Que o espelho reflita em meu rosto um doce sorriso que eu me lembro ter dado na infância
Porque metade de mim é a lembrança do que fui
E a outra metade não sei*

*Que não seja preciso mais que uma simples alegria
Pra me fazer aquietar o espírito
E que o teu silêncio me fale cada vez mais
Porque metade de mim é abrigo
Mas a outra metade é cansaço*

*Que a arte nos aponte uma resposta
Mesmo que ela não saiba
E que ninguém a tente complicar
Porque é preciso simplicidade pra fazê-la florescer
Porque metade de mim é platéia
E a outra metade é a canção*

*E que a minha loucura seja perdoada
Porque metade de mim é amor
E a outra metade também.*

Dedico esta dissertação ao meu ídolo, meu
herói, meu pai,

GERSON SILVIO BELLI.

AGRADECIMENTOS

Prof. Dr. *Alfredo Meyer Filho*, muito obrigado pela confiança depositada e liberdade concedida ao longo do desenvolvimento desta dissertação. O seu conhecimento técnico e habilidade de raciocínio e escrita transmitiram-me inestimável segurança. Obrigado por todos aqueles valiosos conselhos. Não imagino poder desejar melhor orientação. Obrigado.

Prof. Dr. *Luiz Clovis Cardoso Vieira*, obrigado por tantas vezes fazeres com que as coisas parecessem menos pesadas do que elas realmente eram... e sempre passar a impressão de que tudo no final dará certo.

Prof. Dr. *Sylvio Monteiro Jr.*, eu poderia escrever dezenas de páginas em agradecimentos às coisas que fizeste por mim. Mas agradecer às manifestações ante à virtude que as geraram parece-me retórica. Por isso, agradeço por seres, em essência, uma pessoa boa. Agradeço por fazeres tão bem às outras pessoas, e por isso ser algo natural. O altruísmo que falta no mundo sobra no senhor... falta mais do senhor no mundo. Obrigado por tudo o que o senhor fez e faz por mim e pelos outros.

Prof. Dr. *Luiz Narciso Baratieri*, gostaria de poder elencar virtudes e qualidades inéditas, nunca antes a ti proferidas nesta sessão. Mas isso é impossível, e apenas expõe a magnitude do impacto que causas nas pessoas com quem convives. E esse impacto se manifesta, talvez, na forma mais nobre: oportunidade de crescimento. Profissional e pessoal. Foste, sempre que me lembro, justo, generoso, e acolhedor. O que fizeste e fazes por mim, possivelmente, ninguém fará em toda a minha vida. Agradeço imensamente e sempre o levarei com carinho.

Prof. Dr. *Alessandro Dourado Loguercio*, obrigado por ser, espontaneamente, uma inspiração a todos que são apaixonados pela pesquisa científica. Obrigado por aceitar tão prontamente o convite para a participação da banca desta dissertação, e, ao fazê-lo, ter sido tão gentil e acessível. A honra que sinto é indescritível.

Agradeço aos demais professores que convivi e convivo na UFSC, *Mauro Amaral Caldeira de Andrada, Cleo Nunes de Sousa, João Roberto Sanford Lins, César Alves de Andrada, Edson Medeiros de Araújo Jr, Élio Araújo, Guilherme Carpena Lopes, Gilberto Müller Arcari, Miriam, Nelson Makowiecky, Renata Gondo, Hamilton Pires Maia*, que, desde a graduação me ofereceram apoio e confiança. Sempre fui tratado como igual e nunca subestimado.

Jackeline Coutinho Guimarães (Jack), sei que sabes, mesmo que eu não fale, o quanto és especial pra mim. E o que mais me surpreende é que essa tua condição, de pessoa especial, provavelmente te é conferida por todos que convivem de perto contigo. Se eu fosse citar todas as coisas que fizeste por mim, teria que criar um Apêndice exclusivo, e essa dissertação triplicaria de tamanho (e a impressão está cara, rs). Mas, pra condensar, obrigado por me mostrar que a bondade na forma pura e altruísta existe. És uma daquelas (raras) pessoas que consegue despertar um sentimento mais ou menos assim: "gostaria de ser mais como ela...". Eu gostaria de ser mais como você: uma das minhas pessoas preferidas no mundo. Obrigado por tudo.

Luis Sensi, meu amigo, fizeste por mim talvez o mais importante: me resgataste de um caminho que provavelmente me faria infeliz e frustrado. Percebeste em mim um interesse tímido e ignorante, e o

transformaste em uma paixão, simplesmente por me dares a oportunidade de acompanhar-te em algumas de tuas atividades do mestrado e doutorado. Se não fosse por teres me estimulado a fazer o mestrado, provavelmente eu estaria sentado, dia após dia, em um mocho em alguma cidadezinha por aí, imaginando, envergonhado por cima dos ombros, outros horizontes. Obrigado pelo que fizeste e continua fazendo por mim.

Agradeço aos meus amigos do mestrado *Dudu, Livia, Júnio, Silvana, Sheila, Neimar, Luana, Juan, Marcelo* e *Max*. Vocês são demais. Tornaram tudo mais fácil e prazeroso. Obrigado por toda a ajuda... e por me agüentarem.

Agradeço aos colegas do doutorado pela ajuda e convivência, em especial *Letícia Brandão, Jussara Bernardon, Kazuza Ferreira, Beatriz Álvarez de Cabral, Leandro Hilgert* e *Tiago Spezia de Melo*.

Dona *Léa*, obrigado por dispor-se sempre gentilmente e ser tão eficiente no que faz.

Aos demais funcionários que me ajudaram de alguma forma. Sem vocês as coisas não funcionariam. São: *Ana Frandazollo, Talita, Richard, Carlos Alberto, Diego, Rose, Lauro, Renata* e *Valda*.

Obrigado meus amigos *Marcelo Belli, Obenaus, Mendes, Tiago Machado...*

Meu amigo *João Luiz Bastos*, obrigado pela imensa ajuda na parte estatística... e por teres a paciência de me ensiná-la...

Obrigado aos alunos da graduação, em especial *Sarah Mendes* e *Marcos de Vicenzo*.

À *Tatiana Scopel*, que compartilhou comigo empolgamentos nos testes na Instron... (e impacientemente esperava a cola secar: "aciona o próximo, aciona o próximo"). Obrigado pelo apoio incondicional, ajuda e compreensão.

Obrigado à minha *Familia*, por serem pessoas boas, torcerem por mim e manterem-se sempre unidos, não importa o que houver.

À minha *Vó Irma* por ser o pilar desta família, sempre tão generosa, dedicada e forte. Só somos o que somos por tua causa, e ninguém mais.

Ao meu *Vô Walmor*, que tão bem me acolheu naquele ano difícil, e está torcendo por mim onde quer que esteja.

Pai, por mais que eu tente, não há como colocar aqui algo que não me sinta incapaz de expressar o que realmente gostaria. O que nós dois somos, e o que você é pra mim, a gente sente num olhar, num abraço e num beijo, e o que se manifesta por dentro, sequer é imaginável. O que agradeço, é por estares aqui, comigo... e de nada mais preciso.

Muito Obrigado.

BELLI, Renan. **Limpeza pós-condicionamento e união compósito-cerâmica: avaliação através de uma nova técnica de microtração.** 2007. 131 f. Dissertação (Mestre em Odontologia – Opção Dentística) – Programa de Pós-Graduação em Odontologia, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis.

RESUMO

O objetivo deste estudo foi avaliar a resistência de união à microtração de uma resina composta aderida a duas cerâmicas injetáveis após a realização de diferentes técnicas de limpeza pós-condicionamento para remover os resíduos formados pelo condicionamento com ácido hidrófluídrico HF à 10%. Trezentos e sessenta espécimes de resina composta (Z250, 3M) foram aderidos à superfície de discos cerâmicos de IPS Empress Esthetic (EE) e IPS Empress 2 (E2) após o condicionamento com HF à 10%, limpeza da superfície, silanização (Scotchbond Ceramic Primer, 3M) e aplicação de um agente adesivo hidrófobo sem carga (Scotchbond Multipurpose Adhesive, 3M). Os espécimes de resina composta foram fabricados utilizando tubos de silicone de 4mm de altura e 0,8mm de luz. Trinta espécimes foram fabricados para técnica de limpeza empregada (n=30): sem limpeza (SL); jato de ar-água por 30 segundos (JAA); condicionamento com ácido fosfórico à 37% por 30 segundos (AF); banho ultrassônico em água destilada por 5 minutos (BU); AF+BU (AFBU) e; aplicação do sistema de silanização auto-condicionante Clearfil Silane Kit (CSK). Através de um método que não utiliza processos mecânicos na produção dos espécimes, os cilindros de resina composta foram submetidos a uma tensão de tração a uma velocidade de 0,5mm/min. Discos cerâmicos suplementares foram fabricados para cada cerâmica e grupo de limpeza e observados no MEV. Análise por espectroscopia de energia dispersiva por raios-x foi realizada para cada grupo e subgrupo para determinar a distribuição química das amostras. O teste ANOVA e o teste de Tukey detectaram diferenças estatísticas entre os subgrupos para E2 ($p=0,0325$), embora os subgrupos E2JAA, E2AF, E2BU, E2AFBU e E2CSK não tenham apresentado diferenças significativas entre si. Para o grupo EE, os subgrupos EESL e EECSK apresentaram diferenças estatísticas entre os outros grupos e entre si ($p<0,05$). Testes-t pareados detectaram diferenças estatisticamente significativas entre a cerâmica EE e E2 apenas para os subgrupos SL e CSK. Fotomicrografias do MEV das amostras cerâmicas mostraram que o jato de ar-água é capaz de remover todos os resíduos tanto para EE quanto para E2. O subgrupo CSK não obteve sucesso na dissolução dos resíduos da superfície de ambas as cerâmicas.

Palavras-Chave: cerâmica; resistência à tração; ácido fluorídrico.

BELLI, Renan. **Post-etching cleaning and resin/ceramic bonding**: evaluation using a nontrimming noncutting microtensile bond test technique. 2007. 131 f. Dissertation (Master of Science in Dentistry – Operative Dentistry) – Programa de Pós-Graduação em Odontologia, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis.

ABSTRACT

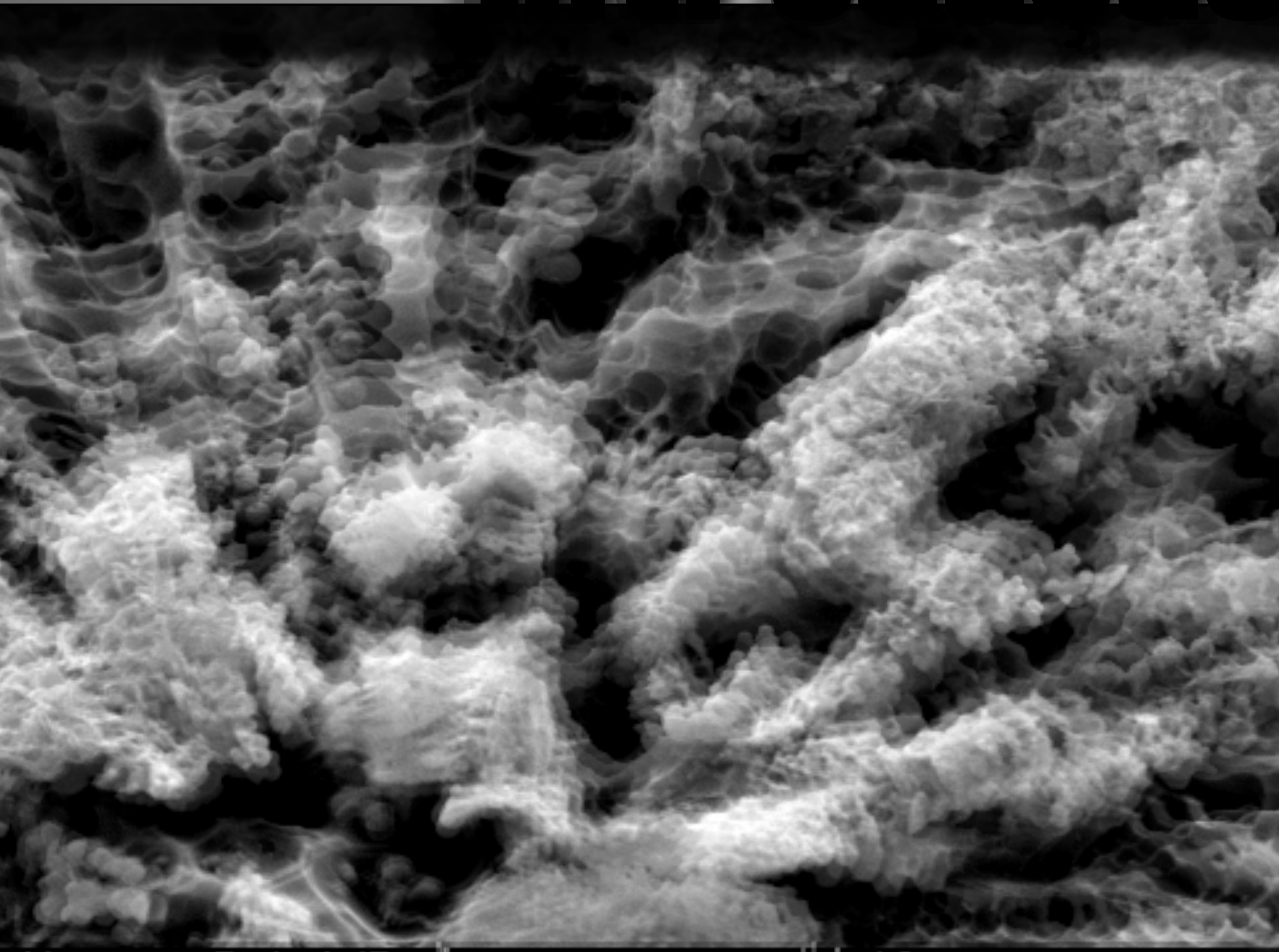
The aim of this study was to evaluate the microtensile bond strength of a resin composite bonded to two heat-pressed ceramics after proceeding different post-etching cleaning techniques to remove the residues left from 10% hydrofluoric acid (HF) etching. Three-hundred and sixty resin composite specimens (Z250, 3M) were bonded to IPS Empress Esthetic (EE) and IPS Empress II (E2) heat-pressed ceramic discs after etching with 10% HF, surface cleaning, silanization (Scotchbond Ceramic Primer, 3M) and application of an unfilled hydrofobic resin (Scotchbond Multipurpose Adhesive, 3M). Resin composite specimens were fabricated using 4mm (high) Tygon tubes with 0,8mm of diameter (hole). Thirty specimens were bonded for each group of post-etching cleaning technique employed (n=30): no cleaning (SL); air-water spray for 30 seconds (JAA); 37% phosphoric acid etching for 30 seconds (AF); ultrasonic bath in distilled water for 5 minutes (BU); AF + BU (AFBU) and; application of a self-etching silane/bonding system Clearfil Silane Kit (CSK). Using a non-trimming non-cutting microtensile bond test technique, resin composite specimens were subjected to a tensile tension at a crosshead speed of 0,5mm/min. Additional ceramic discs samples were fabricated for each ceramic and post-etching cleaning groups and observed using SEM. Energy dispersive spectroscopy x-ray (EDS) analysis were performed for each group to determine elemental distribution of the samples. One-way ANOVA and Tukey's multiple comparison test showed statistically differences between subgroups for E2 ($p=0,0352$), although E2JAA, E2AF, E2BU, E2AFBU and E2CSK showed no statistical differences among themselves. For EE, subgroups EESL and EECSK groups showed statistically differences between each other and among the other post-etching cleaning technique groups ($p<0,05$). Multiple paired t-tests found statistically differences between EE and E2 only for subgroups SL and CSK. SEM micrographs of ceramic samples showed that air-water spray was able to remove all residues from EE and E2 surfaces. CSK was unable to remove the residues from EE and E2 surfaces.

Keywords: ceramics; tensile strength; hydrofluoric acid.

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO	13
2. FUNDAMENTAÇÃO CIENTÍFICA	17
2.1 Adesão Compósito-Cerâmica	18
2.2 Limpeza Pós-Condicionamento	24
2.3 Testes de Resistência Adesiva	28
3. PROPOSIÇÃO	40
4. MATERIAIS E MÉTODO	42
4.1 Considerações Gerais	43
4.2 Experimento 1	45
4.2.1 Confecção do Substrato Cerâmico	46
4.2.1.1 Injeção e Corte das Cerâmicas	46
4.2.1.2 Inclusão dos Discos Cerâmicos	48
4.2.1.3 Polimento das Superfícies Cerâmicas	49
4.2.2 Divisão dos Grupos Experimentais	50
4.2.3 Obtenção dos Grupos Experimentais	51
4.2.3.1 Tratamento de Superfície do Substrato Cerâmico	51
4.2.3.2 Técnicas de Limpeza da Superfície Cerâmica	53
4.2.3.3 Fabricação dos Espécimes	57
4.2.4 Teste de Microtração	61
4.2.5 Avaliação e Classificação dos Tipos de Fratura	64
4.2.5.1 Preparo dos Espécimes Fraturados para Análise em MEV.....	64
4.3 Experimento 2.....	66
4.3.1 Preparo das Amostras para Análise em MEV	66
4.3.2 Análise Química das Amostras	67
4.5 Análise Estatística	68
5. RESULTADOS	69
5.1 Experimento 1.....	70
5.2 Experimento 2.....	85
6. DISCUSSÃO	98
7. CONCLUSÕES	112
REFERÊNCIAS	114
APÊNDICE A	123

Introdução



I INTRODUÇÃO

A adesão de diferentes substratos aos materiais resinosos é potencializada pela produção de superfícies microretentivas. Para as cerâmicas ricas em sílica, essas alterações micromorfológicas de superfície são obtidas pelo condicionamento com ácido hidrofúorídrico (HF) através da dissolução seletiva da matriz vítrea ou da fase cristalina. Os espaços micrométricos criados pelo condicionamento ácido são posteriormente infiltrados por uma resina fluida utilizada para a cimentação da restauração cerâmica, gerando embricamento micromecânico após a polimerização.

Embora a ação do condicionamento ácido promova, por si só, a elevação da resistência de união cerâmica-resina composta, a aplicação de um agente silano é advogada para o estabelecimento de uma união mais forte e estável às cerâmicas condicionáveis (DELLA BONA; ANUSAVICE; SHEN, 2000; FILHO, 2005). Agentes silanos são moléculas bifuncionais que produzem ligação química entre os grupos metacrilato da resina composta e a sílica presente na superfície cerâmica, sendo mais eficientes em superfícies previamente atacadas pelo ácido hidrofúorídrico (JARDEL et al., 1999; SHAHVERDI et al., 1998; SORENSEN et al., 1991).

Como resultado da dissolução provocada pelo condicionamento com ácido HF, subprodutos residuais são formados e precipitam sobre a superfície cerâmica, obstruindo os microporos e, possivelmente, prevenindo a infiltração do agente adesivo resinoso (BAILEY; BENNETT, 1988; PEUMANS et

al., 1999; PHOENIX; SHEN, 1995). Esses sais precipitados de sílica e flúor são insolúveis e permanecem retidos sobre a superfície cerâmica mesmo após a lavagem do ácido. Alguns autores verificaram um aumento dos valores de resistência de união após procedimentos de limpeza e eliminação desses resíduos (BAILEY; BENNETT, 1988; MAGNE; CASCIONE, 2006), enquanto outros (AIDA; HAYAKAWA; MIZUKAWA, 1995) não encontraram quaisquer diferenças entre grupos que sofreram ou não procedimentos de limpeza pós-condicionamento ácido.

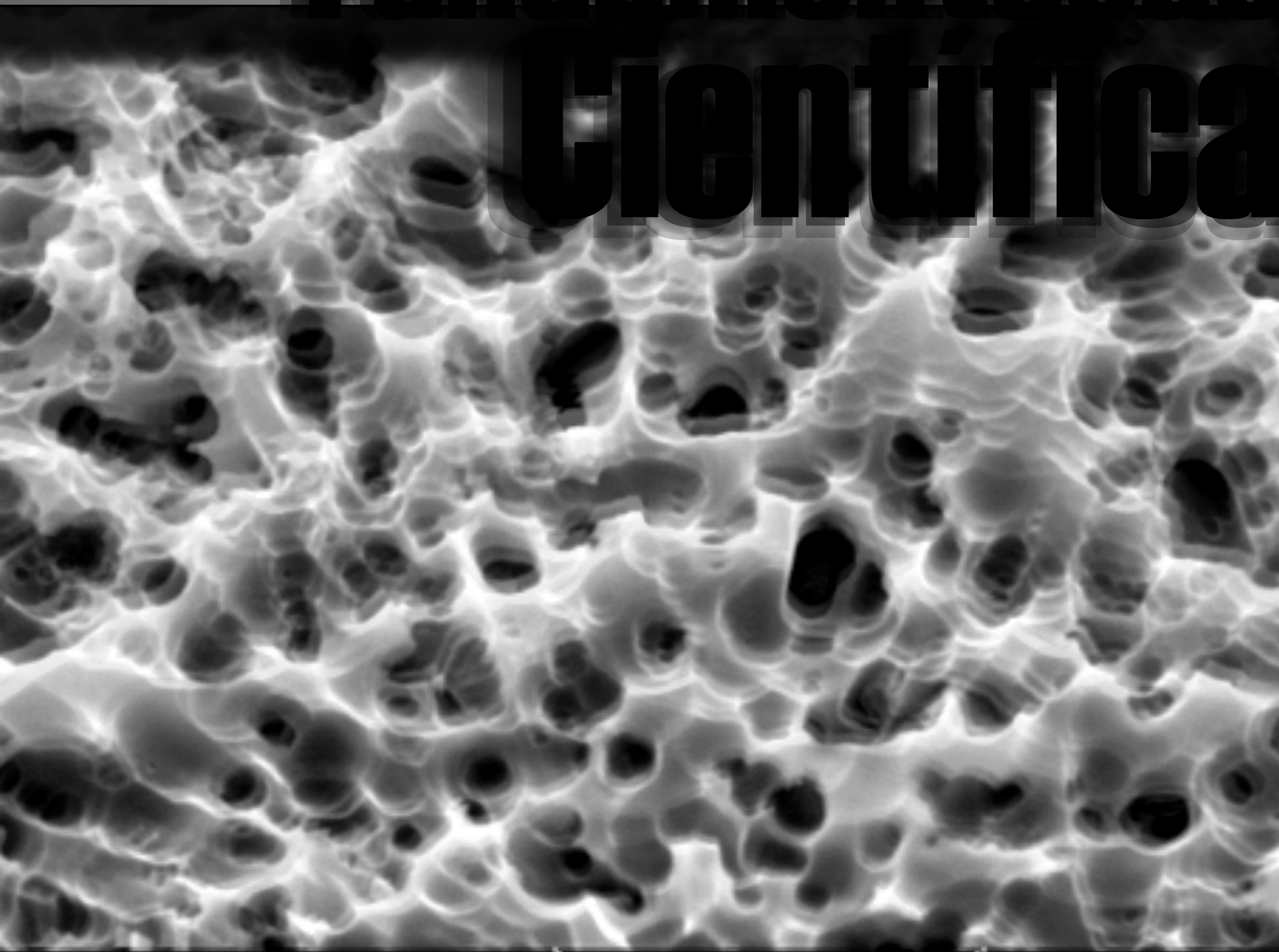
Afirma-se amplamente que a eliminação dos resíduos provocados pela ação do ácido hidrofúorídrico pode ser realizada de maneira eficaz através de limpeza com ácido fosfórico e/ou através da imersão da restauração em banho ultrasônico (CANAY; HERSEK; ERTAN, 2001; JONES, 1989; MAGNE; CASCIONE, 2006; PEUMANS et al., 1999). Essas técnicas mostram-se, de fato, eficazes na remoção dos resíduos e elevação da resistência de união à resina composta (MAGNE; CASCIONE, 2006). Dúvidas, contudo, surgem quanto ao estabelecimento de um protocolo clínico ideal para a limpeza pós-condicionamento de diferentes cerâmicas ricas em sílica e a real influência desses resíduos sobre a resistência de união resina-cerâmica.

As cerâmicas injetáveis IPS Empress Esthetic e IPS Empress 2 estão, hoje, entre as cerâmicas condicionáveis mais utilizadas para a confecção de inlays, onlays e coroas unitárias. Essas cerâmicas diferem em fase cristalina e conteúdo de sílica, produzindo padrões micromorfológicos dissimilares após o condicionamento com ácido hidrofúorídrico (DELLA BONA; ANUSAVICE;

MECHOLSKY, 2003; DELLA BONA; ANUSAVICE; SHEN, 2000). Devido ao menor percentual de sílica e tamanho dos cristais (DELLA BONA; ANUSAVICE; MECHOLSKY, 2006; DELLA BONA; MECHOLSKY; ANUSAVICE, 2004), o sistema IPS Empress 2 requer um tempo de condicionamento reduzido para a produção de uma superfície microretentiva, apresentando, ainda, valores de resistência de união maiores em comparação com sistemas com maior percentual de sílica (DELLA BONA; ANUSAVICE; MECHOLSKY, 2003; DELLA BONA; ANUSAVICE; SHEN, 2000; LUO et al., 2001). As cerâmicas ricas em leucita, ao contrário, necessitam de um tempo três vezes maior para a obtenção de um padrão de condicionamento satisfatório (DELLA BONA; ANUSAVICE; SHEN, 2000). É de se esperar, portanto, que diferentes padrões de deposição cristalina residual estabeleçam-se na superfície dessas cerâmicas, levantando questões quanto às suas sensibilidades à remoção de resíduos na resistência de união aos compósitos.

O objetivo do presente estudo é, portanto, avaliar a resistência de união de duas cerâmicas vítreas submetidas a diferentes métodos de limpeza da superfície cerâmica pós-condicionamento com o ácido HF. Para a avaliação, será utilizando um novo método de microtração delineado para superar algumas limitações dos desenhos dos testes de microtração vigentes. Com base nos resultados, pretende-se ainda, determinar um protocolo clínico para a limpeza das superfícies cerâmicas após condicionamento com ácido HF.

Fundamentos Científicos



2. FUNDAMENTAÇÃO CIENTÍFICA

2.1 ADESÃO COMPÓSITO-CERÂMICA

Os materiais resinosos (resinas compostas e cimentos resinosos) utilizadas para a cimentação ou reparo de restaurações indiretas de porcelana podem aderir-se à superfície cerâmica através de processos mecânicos, químicos, ou ambos (DELLA BONA; ANUSAVICE; SHEN, 2000; KATO; MATSUMURA; ATSUTA, 2000; OH; SHEN, 2003; SHAHVERDI et al., 1998). O estabelecimento de tais processos é regulado, basicamente, por três fatores: composição e organização estrutural interna da cerâmica; composição do material resinoso e; tipo de tratamento de superfície realizado (BLATZ; SADAN; KERN, 2003), podendo agir isolada ou sinergicamente.

Diferentes cerâmicas possuem diferentes composições e, conseqüentemente, diferentes afinidades a substâncias corrosivas e a substâncias promotoras de união química.

As cerâmicas condicionáveis são materiais que possuem um grande conteúdo de fase vítrea (rica em sílica) envolvendo cristais de feldspato, leucita, alumina, mica ou dissilicato de lítio. O menor percentual de fase cristalina em comparação com as cerâmicas ricas em óxidos metálicos confere às porcelanas feldspáticas e às cerâmicas vítreas maior translucidez, estética e reduzida resistência à fratura (DELLA BONA; MECHOLSKY;

ANUSAVICE, 2004). O estabelecimento de uma união adesiva entre essas cerâmicas e a estrutura dental, torna-se, portanto, duplamente desejável, visto a possibilidade de obtenção de aumento de resistência mecânica do conjunto dente-restauração (ANDREASEN; DAUGAARD-JENSEN; MUNKSGAARD, 1991; ANDREASEN et al., 1992; MAGNE; DOUGLAS, 1999) e o potencial estético dos materiais resinosos para cimentação (ROSENSTIEL; LAND; CRISPIN, 1998).

A ausência de tratamentos de superfície resulta em uma pobre adesão entre as cerâmicas ricas em sílica e os materiais resinosos (AIDA; HAYAKAWA; MIZUKAWA, 1995; HAYAKAWA et al., 1992; OH; SHEN, 2003). Na tentativa de potencializar essa união, a produção de uma superfície interna porosa e microretentiva através do condicionamento ácido foi sugerida para a cimentação adesiva de facetas de porcelana em 1983 (CALAMIA, 1983; HORN, 1983). Ao longo desse período, uma variedade de trabalhos avaliou o padrão de condicionamento de diferentes ácidos (ácido flúor fosfatado, ácido fosfórico, ácido clorídrico, NH_4HF_2 , EDTA e ácido hidrofúorídrico) e a sua influência na resistência de união entre cerâmicas e resinas compostas (BAILEY; BENNETT, 1988; DELLA BONA; ANUSAVICE; MECHOLSKY, 2003; DELLA BONA; ANUSAVICE; SHEN, 2000; LACY et al., 1988; SARACOGLU; CURA; COTERT, 2004). A produção de uma micromorfologia retentiva ideal para uma adequada infiltração resinosa, no entanto, é creditada quase que exclusivamente ao ácido hidrofúorídrico (AL EDRIS et al., 1990; DELLA BONA; VAN NOORT, 1998). Esse ácido volátil, no entanto, é tóxico aos tecidos orgânicos e representa um risco à saúde do paciente e

de quem o manipula (BEIRAN; MILLER; BENTUR, 1997). Com o propósito de encontrar um substituto menos tóxico do que o ácido hidrófluorídrico, tanto o ácido flúor fosfatado como o ácido fosfórico têm sido comumente indicados para o condicionamento de substratos cerâmicos, em especial para situações de reparo intra-oral (AL EDRIS et al., 1990; DELLA BONA; ANUSAVICE; MECHOLSKY, 2003; DELLA BONA; MECHOLSKY; ANUSAVICE, 2004; NAGAI et al., 2005). A eficácia desses ácidos alternativos, no entanto, é dúbia. Pouca ou nenhuma alteração morfológica da superfície cerâmica é observada quando o ácido fosfórico é utilizado (AIDA; HAYAKAWA; MIZUKAWA, 1995; KATO; MATSUMURA; ATSUTA, 2000; SARACOGLU; CURA; COTERT, 2004), e insuficiente dissolução da matriz vítrea e formação de microretenções resulta da aplicação do ácido flúor fosfatado (AL EDRIS et al., 1990; DELLA BONA; ANUSAVICE; MECHOLSKY, 2003; KATO; MATSUMURA; ATSUTA, 2000; SARACOGLU; CURA; COTERT, 2004).

O condicionamento ácido da superfície das cerâmicas condicionáveis promove ainda outras vantagens como consequência da dissolução da fase rica em sílica. Defeitos superficiais presentes na matriz vítrea, como microtrincas formadas durante o processo de resfriamento, são também dissolvidas, prevenindo a propagação de fendas responsáveis pela ocorrência de fraturas precoces de restaurações cerâmicas (ROSENSTIEL et al., 1993).

A dissolução da matriz vítrea superficial resulta no aumento da área de contato, da molhabilidade e da energia livre de superfície do substrato (DELLA BONA; SHEN; ANUSAVICE, 2004; OH et al., 2002). Esses fatores

permitem que o substrato cerâmico tolere maior difusão de um agente líquido de união e gere maior força interfacial entre os dois componentes (DELLA BONA; ANUSAVICE; MECHOLSKY, 2003). Como resultado, aumentos significativos da união compósito-cerâmica são relatados após o condicionamento com ácido hidrofúorídrico (DELLA BONA; ANUSAVICE; SHEN, 2000; JARDEL et al., 1999; KATO; MATSUMURA; ATSUTA, 2000; OH; SHEN, 2003; OZCAN; VALLITTU, 2003). O embricamento mecânico isoladamente, no entanto, parece ser insuficiente para a promoção de uma adesão adequada e duradoura entre as cerâmicas condicionáveis e as resinas compostas (BERRY; BARGHI; CHUNG, 1999; DELLA BONA; ANUSAVICE; MECHOLSKY, 2003; FILHO, 2005; KATO et al., 1996; LEIBROCK et al., 1999; SHAHVERDI et al., 1998).

O estabelecimento de uma união química entre as cerâmicas ricas em sílica e as resinas compostas baseia-se na mesma estratégia utilizada para unir as partículas de carga das resinas compostas à matriz resinosa. Essas partículas de carga são tratadas com agentes químicos organossilanos que conseguem unir-se através de ligações covalentes e hidrogeniônicas à sílica e aos grupos metacrilatos simultaneamente (BASCOM, 1972; CHEN; BRAUER, 1982; SODERHOLM; SHANG, 1993). O mesmo princípio é utilizado para promover a união entre as cerâmicas ricas em sílica e as resinas compostas, visto a afinidade química entre esses reagentes.

Os agentes silanos possuem em suas duas extremidades, grupamentos reativos orgânicos e inorgânicos, sob a fórmula geral $R-Si-(OR')$ (HAYAKAWA et al., 1992; NEWBURG; PAMEIJER, 1978). A extremidade organo-

funcional (R) da molécula de silano possui grupos metileno (CH_2) que reagem com os grupos metacrilatos do agente adesivo resinoso através de uma reação de polimerização por adição (ISHIDA, 1979). O grupamento OR' é hidrolizado pela ação de um ácido orgânico gerando a formação de grupos silanóis (Si—OH), que reagem por meio de uma reação de condensação com os grupamentos silanóis presentes na superfície cerâmica, formando uniões siloxanas (O—Si—O) (AIDA; HAYAKAWA; MIZUKAWA, 1995; HAYAKAWA et al., 1992; HOOSHMAND et al., 2001; HOOSHMAND; VAN NOORT; KESHVAD, 2004). Simultaneamente à reação de condensação para a formação de uniões siloxanas, o grupo carbonyl (C=O) da molécula de silano reage com grupos hidroxila (OH-) isolados formando uma união hidrogenada (C—O—Si) com a superfície cerâmica (SODERHOLM; SHANG, 1993). A reação das moléculas de silano para a formação de pontes siloxanas depende, portanto, da quantidade de grupos OH- disponíveis na superfície da cerâmica (SODERHOLM; SHANG, 1993).

Os agentes silanos de ligação podem ser aplicados como único tratamento superficial dessas cerâmicas ou posteriormente ao condicionamento ácido. Os tipos de união, mecânica ou química, promovidos pelo condicionamento ácido ou aplicação de um agente silano, contribuem de maneiras diferentes para o estabelecimento da adesão compósito-cerâmica. Quando apenas o condicionamento ácido é realizado, a união entre a resina e a cerâmica é dependente exclusivamente da retenção mecânica obtida pela penetração resinosa nos sulcos e poros criados pela corrosão ácida. A aplicação isolada de um

agente promotor de adesão química, diferentemente, torna a união compósito-resina dependente apenas da interação molecular entre o silano e o substrato. A opção por um tratamento de superfície isolado, mecânico ou químico, no entanto, freqüentemente resulta em valores de união inferiores àqueles obtidos pela combinação de ambos (DELLA BONA; ANUSAVICE; SHEN, 2000; FILHO et al., 2004; JARDEL et al., 1999). Resultados como esses levam muitos autores a considerar a retenção mecânica como o elemento determinante na união compósito-cerâmica formada pela associação do condicionamento ácido e aplicação de um agente silano (FILHO, 2005). Outros autores acreditam, porém, que a associação de fatores mecânicos e químicos é indispensável no estabelecimento de uma união confiável entre materiais resinosos e as cerâmicas ricas em sílica (DELLA BONA; ANUSAVICE; SHEN, 2000; LACY et al., 1988; LEIBROCK et al., 1999; SHAHVERDI et al., 1998). Estudos que avaliam a durabilidade dessa união atestam a estabilidade da ação sinérgica entre os dois tipos de tratamento de superfície em detrimento aos tratamentos isolados com ácido ou silano (FILHO et al., 2004; SHAHVERDI et al., 1998).

Quando o estabelecimento da união química entre as cerâmicas ricas em sílica e as resinas compostas, intermediada por um agente silano bifuncional, é potencializada através de produtos específicos e técnicas de aplicação, a união de superfícies apenas silanizadas mostra-se comparável à união obtida pela associação ácido/silano tanto imediatamente (AIDA; HAYAKAWA; MIZUKAWA, 1995; BARGHI; BERRY; CHUNG, 2000) quanto após 3 meses (HOOSHMAND; VAN NOORT; KESHVAD, 2002). Esforços em melhorar a

adesão química promovida pelos agentes silanos, demonstram, portanto, que uma adesão eficaz e durável entre compósitos e cerâmicas ricas em sílica pode ser obtida sem a necessidade de criação de alterações micromecânicas superficiais, tornando a utilização do ácido hidrófluorídrico dispensável (AIDA; HAYAKAWA; MIZUKAWA, 1995; BARGHI; BERRY; CHUNG, 2000; HOOSHMAND; VAN NOORT; KESHVAD, 2002).

2.2 LIMPEZA PÓS-CONDICIONAMENTO

A aplicação do ácido hidrófluorídrico (HF) sobre a superfície de uma cerâmica rica em sílica resulta na produção de microrretenções mecânicas pela corrosão superficial dos cristais e/ou da matriz vítrea. A corrosão se dá pela reação dos elementos dissociados do ácido (a dissociação de um ácido acontece em presença de H₂O) com os componentes da cerâmica, como o feldspato, a leucita (K₂O-Al₂O₃-4SiO₂) e a matriz rica em sílica (SiO₂) através da seguinte fórmula (MATINLINNA; VALLITTU, 2007):



Assim como à sílica, o flúor pode ligar-se ao potássio (K), alumínio (Al), sódio (Na), cálcio (Ca) e titânio (Ti) presentes nas cerâmicas feldspáticas e nas cerâmicas vítreas (DELLA BONA; VAN NOORT, 1998). Ao ligar-se a esses componentes durante o período de condicionamento ácido, o flúor (F) gera fluossilicatos de K, Na, Al, e Ca que precipitam sobre a superfície cerâmica (BAILEY; BENNETT, 1988; CANAY; HERSEK; ERTAN, 2001; DELLA BONA; VAN

NOORT, 1998; MAGNE; CASCIONE, 2006; PEUMANS et al., 1999). Esses precipitados possuem uma estrutura amorfa esponjosa rica em poros e aderem-se à superfície cerâmica de modo que a lavagem com água não consegue prontamente removê-los (JONES; BOKSMAN; MCCONELL, 1989; MAGNE; CASCIONE, 2006; PEUMANS et al., 1999).

A análise química de superfícies cerâmicas condicionadas com ácido HF e enxaguadas mostra a presença de picos dos elementos Si, Al, K, Ca, Na, Ba e F (CANAY; HERSEK; ERTAN, 2001). Como a maioria das cerâmicas odontológicas não apresentam flúor em sua composição, assim como a testada no estudo acima, a detecção do elemento químico flúor o relaciona à presença dos resíduos formados pela ação do ácido HF. A composição desses sais residuais, contudo, está ligada tanto à composição do ácido, como à da cerâmica, uma vez que picos de flúor foram (SPOSETTI et al., 1986) e não (DELLA BONA; VAN NOORT, 1998) detectados após a aplicação do ácido flúor fosfatado em substratos distintos.

Assim como diferentes cerâmicas possuem diferentes tipos de cristais e percentuais de sílica (HOOSHMAND et al., 2001) e a dissolução preferencial das fases é dependente do tempo de condicionamento, tipo e concentração do ácido, a formação de sais precipitados é igualmente dependente desses fatores (AL EDRIS et al., 1990; BAILEY; BENNETT, 1988; CANAY; HERSEK; ERTAN, 2001; JARDEL et al., 1999; STANGEL; NATHANSON; HSU, 1987). Stangel; Nathanson; Hsu (1987) observaram a dissolução preferencial da fase vítrea de uma cerâmica feldspática quando esta foi condicionada com HF à 52%, enquanto uma concentração menor (20%)

dissolveu preferencialmente a fase cristalina. Em uma cerâmica rica em leucita, Della Bona et al. (1998) observaram que o ácido HF reage mais prontamente com os cristais de leucita do que com a fase vítrea circundante. Quando o tempo de condicionamento é alongado, tanto cavidades resultantes da dissolução dos cristais como padrões claros de corrosão da matriz puderam ser evidenciados.

Em cerâmicas injetáveis compostas por cristais de dissilicato de lítio (IPS Empress 2), o condicionamento com ácido HF promove um aumento da rugosidade superficial pela dissolução exclusiva da fase vítrea, expondo cristais de 0,5 a 4 μm de comprimento. A remoção da matriz vítrea entre esses cristais finos e longos resulta em uma superfície altamente retentiva, sobre a qual a adesão resinosa freqüentemente apresenta valores mais elevados em comparação com cerâmicas ricas em leucita (DELLA BONA; ANUSAVICE; MECHOLSKY, 2003; DELLA BONA; ANUSAVICE; SHEN, 2000; LUO et al., 2001). Tempos muito longos de condicionamento, porém, provocam a perda de suporte dos cristais de dissilicato de lítio, muitos deles levados com a lavagem do ácido (LUO et al., 2001).

Para o estabelecimento de uma adesão confiável às cerâmicas condicionáveis, o molhamento da superfície microretentiva pelo agente silano e a posterior infiltração de um agente adesivo hidrófobo é, portanto, imperativo. Quanto maior a área de superfície com a qual o agente adesivo contata, maior a formação de ligações químicas entre o silano e os grupos metacrilato. A interposição de uma camada de sais precipitados sobre a superfície cerâmica demonstrou alterar essa dinâmica (PHOENIX; SHEN,

1995), culminando na redução das forças de adesão compósito/cerâmica (BAILEY; BENNETT, 1988; MAGNE; CASCIONE, 2006).

Visando a eliminação desses resíduos e a prevenção de seus efeitos sobre a união cerâmica/resina composta, diferentes técnicas de limpeza pós-condicionamento foram sugeridas (BAILEY; BENNETT, 1988; CANAY; HERSEK; ERTAN, 2001; DELLA BONA; VAN NOORT, 1998; JONES; BOKSMAN; MCCONELL, 1989; MAGNE; CASCIONE, 2006; PEUMANS et al., 1999). Bailey; Bennet (1988) associaram à composição do gel de ácido HF, os ácidos HCl e H₂SO₄ para prevenir a formação dos sais precipitados. Os autores perceberam, no entanto, que as concentrações desses ácidos teriam de ser muito altas (30 – 40% em peso) para obter-se o mesmo grau de limpeza alcançado pela escovação da superfície cerâmica com uma escova de dentes seca.

O condicionamento com um ácido adicional também foi utilizado como técnica de limpeza por Magne et al. (2006). Ácido fosfórico à 37,5% foi aplicado e esfregado na superfície cerâmica por 1 minuto, previamente à imersão das amostras em banho ultra-sônico com água destilada por 5 minutos. Essa associação de condicionamento ácido e vibração ultras-ônica resultou na completa eliminação dos resíduos e no reestabelecimento da resistência de união à resina composta. Quando somente o ácido fosfórico foi esfregado na superfície, a dissolução dos resíduos não foi completa, e mínimos precipitados aderidos puderam ser observados. O teste de resistência adesiva nesse estudo foi aplicado, no entanto, apenas às amostras tratadas com a associação ácido + ultra-som, não revelando,

portanto, se a permanência dos pequenos resíduos deixados pelo ácido fosfórico (observados em 5000 x) influenciaria na resistência adesiva.

A grande maioria dos autores defende a imersão da restauração cerâmica em banho ultra-sônico como protocolo para a limpeza pós-condicionamento (CANAY; HERSEK; ERTAN, 2001; JONES; BOKSMAN; MCCONELL, 1989; MAGNE; CASCIONE, 2006; PEUMANS et al., 1999). Esta técnica é, de fato, eficiente na completa remoção dos depósitos presentes na superfície cerâmica após o condicionamento com ácido HF, embora Aida et al. (1995) não tenham relatado diferenças na resistência adesiva entre superfícies submetidas ou não a tal processo.

2.3 TESTES DE RESISTÊNCIA ADESIVA

Os objetivos da realização de testes de adesão entre diferentes substratos seguem propósitos variados. Øilo (1987) classificou esses propósitos em qualitativo e quantitativo, onde o primeiro constituiria um tipo de teste objetivando o estudo da adesão e do tipo de fratura para posterior avaliação visual e caracterização, e o segundo teria como objetivo quantificar a resistência de união de modo a possibilitar, por exemplo, a predição do comportamento clínico de diferentes materiais. Independente de classificações ou diferenciações, a realização dos testes resistência de união visa avaliar, comparar e/ou analisar, materiais (INOUE et al., 2001;2003), técnicas (BOLANOS-CARMONA et al., 2006; DE SILVA et al., 2006),

metodologias de pesquisa (LOGUERCIO et al., 2005), testes mecânicos (PHRUKKANON; BURROW; TYAS, 1998b; SANO; SHONO et al., 1994; SHIMADA; YAMAGUCHI; TAGAMI, 2002; SHONO et al., 1997), propriedades físicas e mecânicas de materiais e substratos (MISRA et al., 2004; SANO; SHONO et al., 1994; SANO et al., 1995), degradação de estruturas (HASHIMOTO et al., 2003), entre outros, de maneira a utilizar seus resultados e descobertas em aplicações clínicas, laboratoriais e metodológicas.

Até recentemente, os principais testes utilizados para avaliar a adesão de materiais a substratos orgânicos e inorgânicos eram os convencionais testes de resistência ao cisalhamento e à tração. Esses testes, no entanto, apresentam inúmeras desvantagens que limitam a sua aplicação e a inferência de seus resultados (DELLA BONA; VAN NOORT, 1995; VAN NOORT et al., 1989). Apesar da ciência dessas limitações (DEHOFF; ANUSAVICE; WANG, 1995; DELLA BONA; VAN NOORT, 1995; VAN NOORT et al., 1989; VERSLUIS; TANTBIROJN; DOUGLAS, 1997) e da introdução de testes mais precisos (SANO; SHONO et al., 1994; SHONO et al., 1997), os testes de resistência à tração e ao cisalhamento continuam muito populares, principalmente devido à sua facilidade de execução. Os estresses de falha (entre dois materiais) obtidos nesses testes são tidos como a razão entre a força aplicada no momento da fratura e a área de superfície aderida, sendo referidos como *resistência de união nominal*.

No teste de resistência ao cisalhamento, um material é aderido a um substrato a partir de um molde cilíndrico e submetido a uma força perpendicular à interface adesiva (ou muito próximo dela) através de

dispositivos específicos. Embora essa geometria de teste objetivasse a avaliação de falhas adesivas sob estresses de cisalhamento, tanto estresses de cisalhamento como estresses de tração são induzidos em ambos os substratos durante a aplicação da força (DEHOFF; ANUSAVICE; WANG, 1995; DELLA BONA; VAN NOORT, 1995; SHIAU et al., 1993; VAN NOORT et al., 1989; VERSLUIS; TANTBIROJN; DOUGLAS, 1997). Estresses são gerados dentro do corpo do material base próximo à interface quando a força é aplicada, resultando em estresses internos de tração aproximadamente três vezes mais altos que os estresses verticais de cisalhamento gerados na interface (DEHOFF; ANUSAVICE; WANG, 1995; DELLA BONA; VAN NOORT, 1995; VERSLUIS; TANTBIROJN; DOUGLAS, 1997). Como consequência da distribuição não-uniforme de estresses gerados internamente, estresses de tração muito altos precipitam a ocorrência de falhas coesivas do substrato e não na interface adesiva (CHADWICK; MASON; SHARP, 1998; DELLA BONA; VAN NOORT, 1995). Geralmente, nos testes de resistência ao cisalhamento, quando a força de união excede 12-15 Mpa, os modos de fratura apresentam-se quase em sua totalidade coesivos em dentina (quando esta é o substrato) (PASHLEY et al., 1995). A predominância de modos de fratura coesiva indica que a configuração e a geometria desse teste não avalia de fato a qualidade da união adesiva (DELLA BONA; VAN NOORT, 1995), sendo inadequado para tal propósito.

Mais recentemente, o teste de "micro-cisalhamento" foi introduzido na tentativa de minimizar as desvantagens apresentadas pelo teste convencional de resistência ao cisalhamento (SHIMADA; YAMAGUCHI;

TAGAMI, 2002). Análises computacionais, no entanto, atestam que a heterogeneidade de distribuição de estresses, similar à presente no teste convencional, desenvolve-se mesmo sob as alterações dimensionais propostas (PLACIDO et al., 2007).

O teste de resistência à tração refere-se ao mesmo tipo de geometria do teste de resistência ao cisalhamento em que uma força de tração perpendicular à interface é aplicada. Convencionalmente, os espécimes de resina composta utilizados nos teste de resistência à tração possuem diâmetros que variam de 6 a 3 mm, gerando uma grande área de adesão. Grandes áreas de adesão aumentam a probabilidade de inclusão de um maior número de defeitos superficiais (trincas, fendas) e defeitos internos dos substratos abaixo e acima da interface (PASHLEY et al., 1999; PASHLEY et al., 1995). São nesses defeitos que os estresses se concentram e originam a propagação de falhas (MECHOLSKY JR, 1995). Como consequência, testes que utilizam grandes áreas de adesão tendem a apresentar distribuição de tensões menos uniformes, gerando a transferência de estresses para longe da interface em direção ao interior dos substratos (DEHOFF; ANUSAVICE; WANG, 1995; DELLA BONA; VAN NOORT, 1995; VAN NOORT et al., 1991; VAN NOORT et al., 1989; VERSLUIS; TANTBIROJN; DOUGLAS, 1997). Isso explica a tendência de corpos de prova com grandes áreas de adesão em produzir fraturas coesivas no substrato com baixos valores de resistência de união (PERINKA; SANO; HOSODA, 1992).

Estudos utilizando o método de análise em elementos finitos demonstram que a heterogeneidade dos estresses apresentada por testes

de tração aumenta a probabilidade de um grande número de defeitos dominar a propagação das fraturas, principalmente se encontrados na periferia da interface (VAN NOORT et al., 1991; VAN NOORT et al., 1989). Então, quanto maior o número de defeitos englobados pela área de adesão, maior é a probabilidade de os valores de resistência adesiva de um teste representarem, na verdade, os valores críticos de resistência à propagação catastrófica de uma determinada trinca ou defeito estrutural localizado na superfície ou no interior de um dos substratos. Esses valores tendem a ser menores do que os valores de resistência de um material estável estruturalmente.

A ocorrência de fraturas coesivas freqüentemente levava à interpretação deturpada de que a adesão promovida por um determinado material alcançava uma magnitude que ultrapassava os valores de resistência coesiva da dentina (PASHLEY et al., 1995). No entanto, estudos relataram valores de resistência coesiva da dentina muito superiores aos valores em que as fraturas coesivas vinham ocorrendo (BOWEN; RODRIGUEZ, 1962; LEHMAN, 1967; WATANABE; MARSHALL; MARSHALL, 1996). Ou seja, as fraturas envolviam a dentina por razões distantes das relacionadas à qualidade da adesão.

Ficou claro que os testes convencionais não mais poderiam ser utilizados para avaliar a eficácia e a evolução de técnicas ou materiais adesivos, uma vez que seus resultados apresentam pouca representatividade dos reais valores de resistência adesiva.

Um passo importante na evolução dos testes mecânicos aplicados à odontologia surgiu quando Sano et al. (1994) ao aplicarem uma geometria previamente utilizada para mensurar a resistência coesiva da dentina (SANO; CIUCCHI et al., 1994), produziram áreas reduzidas ($2\text{mm}^2 - 0,5\text{mm}^2$) em interfaces adesivas (SANO; SHONO et al., 1994). Esses autores relataram valores de resistência adesiva 2 a 3 vezes mais altos que os encontrados previamente em estudos que utilizaram grandes áreas de adesão (SANO; SHONO et al., 1994). Quando a área de adesão foi reduzida abaixo de 2mm^2 , o modo de fratura caracterizou-se exclusivamente adesivo, algo inédito até então, principalmente quando valores de união tão altos estavam associados. Com base nesses resultados, uma relação logarítmica inversamente proporcional (proporção não-linear) foi estabelecida entre os valores de resistência de união e a área adesiva. Ou seja, quanto menor a área de adesão utilizada em um teste, mais altos serão os valores de resistência adesiva encontrados. Diversos estudos posteriormente corroboraram essa relação (GORACCI et al., 2004; PHRUKKANON; BURROW; TYAS, 1998a;b; SHONO et al., 1997). Isso está de acordo com o princípio da Lei de Griffith (PASHLEY et al., 1995), a qual afirma que devido à presença de um maior número de defeitos capazes de concentrar estresses, uma distribuição de estresses menos homogênea se dará em espécimes com maior área em comparação com espécimes menores que contêm um menor número de defeitos. Como uma menor quantidade de distúrbios estruturais são encontrados em áreas reduzidas, uma distribuição mais homogênea resultará.

Estresses distribuídos homoganeamente através da interface precipitariam a ocorrência de fraturas nas áreas de fato menos resistentes às tensões exercidas, convergindo os valores de estresse de tensão máxima e os valores de estresse de tensão nominal a um plano que representaria o quanto realmente um material ou uma interface poderia resistir às forças aplicadas (MEIRA et al., 2004). No entanto, como a obtenção de espécimes isentos de defeitos, irregularidades ou inconsistências estruturais foge à realidade da composição e organização orgânica e inorgânica dos substratos testados em odontologia, a aplicação de tal teoria recai sobre a estruturação de testes que favoreçam a distribuição de estresses de maneira mais próxima à ideal. Hoje, o teste de microtração é o que melhor preenche tais requisitos e parece ser o mais indicado para a mensuração de valores de resistência de união entre dois substratos (BETAMAR; CARDEW; VAN NOORT, 2007b; GORACCI et al., 2004; MEIRA et al., 2004; PASHLEY et al., 1999; PASHLEY et al., 1995; PHRUKKANON; BURROW; TYAS, 1998b).

A avaliação dos padrões de fratura após a realização de um teste mostra-se um bom indicador da natureza da distribuição dos estresses internos em um espécime (DELLA BONA; ANUSAVICE; MECHOLSKY, 2003). Partindo do princípio que a interface adesiva entre dois substratos constitui o elo mais frágil de um espécime, a ocorrência de fraturas dentro das dimensões de uma interface geralmente leva à conclusão que os estresses foram ali concentrados, e os valores mensurados correspondem verdadeiramente à resistência adesiva (PASHLEY et al., 1999; PASHLEY et al., 1995). As fraturas mistas (envolvendo uma interface adesiva e um ou os dois

substratos) ocorrem quando há a sobreposição da curva de resistência da interface e da curva de resistência de um ou dos dois substratos sendo mais passíveis de ocorrer com a aproximação dos estresses de tensão máxima da interface e do substrato (HOOSHMAND; VAN NOORT; KESHVAD, 2002).

Fraturas coesivas poderiam representar, por um lado, que a resistência adesiva da interface superou a resistência coesiva estrutural do material fraturado, de forma que falhas interfaciais foram eliminadas ou apresentaram-se menos importantes que as falhas inerentes ao substrato; ou que os estresses gerados foram concentrados em falhas existentes no interior do corpo fraturado e não na interface adesiva (HOOSHMAND; VAN NOORT; KESHVAD, 2002).

Apesar, no entanto, de o teste de microtração possibilitar o desenvolvimento de distribuições de estresses mais homogêneas, grande variância dos valores de resistência de união são frequentemente relatados (MEIRA et al., 2004). Esse fato está relacionado a fatores ligados à heterogeneidade e fragilidade de alguns substratos e a fatores inerentes ao método (GORACCI et al., 2004; MEIRA et al., 2004; PASHLEY et al., 1995). A geometria do espécime (BETAMAR; CARDEW; VAN NOORT, 2007a;b; PHRUKKANON; BURROW; TYAS, 1998b), a área interfacial (GORACCI et al., 2004; PHRUKKANON; BURROW; TYAS, 1998a;b; SANO; SHONO et al., 1994; SHONO et al., 1997), a distância e a área de fixação do espécime (EL ZHAIRY et al., 2004; MEIRA et al., 2004), o ângulo da interface (SILVA et al., 2006) e a velocidade de corte dos espécimes (REIS et al., 2004; SADEK et al., 2005) são alguns dos fatores que possuem grande influência sobre valores

de resistência de união obtidos nos testes de microtração. A dificuldade em controlar muitos desses fatores, associada à inexistência de uma padronização metodológica para os testes de microtração dificulta, ou mais provavelmente, impossibilita a comparação de resultados encontrados em diferentes estudos.

Visto sua importância e pertinência ao presente estudo, considerações envolvendo a fabricação dos espécimes merecem ser traçadas e enfatizadas.

Produzir espécimes com áreas diminutas requer, quase que inevitavelmente, que uma área interfacial maior seja transformada, ou reduzida, de forma que a área desejada seja obtida. Hoje, as formas geométricas em que espécimes para microtração são utilizados, são reflexo da maneira como são produzidos.

Quatro são as geometrias mais comumente empregadas para os espécimes de microtração, e todas elas são fabricadas a partir de algum tipo de processo mecânico. A forma de ampulheta (*hourglass*) é fabricada através de cortes de um corpo de prova em fatias muito finas previamente ao desgaste com pontas diamantadas à mão livre. Retangular ou circular, a forma da área interfacial para o espécime com forma de ampulheta é fabricada através de desgastes, seja com pontas diamantadas ou com fresas através de um aparato especial (INOUE et al., 2003). O desgaste com brocas também é o método utilizado para fabricar os espécimes da forma geométrica "*dumbbell*" (BETAMAR; CARDEW; VAN NOORT, 2007a). Os espécimes em forma de palitos (*stick*) são produzidos a partir de cortes

perpendiculares entre si e paralelos a interface adesiva de um corpo de prova utilizando um disco diamantado acoplado a uma máquina de cortes de precisão.

À parte as vantagens previamente citadas, pelas quais o método de microtração adquiriu a popularidade que possui, os efeitos das técnicas de fabricação dos espécimes constituem a grande limitação relacionada ao método. Isso porque, quando pontas diamantadas ou discos de corte entram em contato repetidamente, em alta velocidade, com a interface adesiva, vibrações de magnitudes variadas são transferidas (CARDOSO et al., 2002; FERRARI et al., 2002; PASHLEY et al., 1999; PHRUKKANON; BURROW; TYAS, 1998b; REIS et al., 2004; SADEK et al., 2005). Como os estresses provocados por esse tipo de ação mecânica são impossíveis de ser mensurados, estes tornam-se variáveis incapazes de ser controladas. Por essa razão, seus efeitos sobre a integridade da interface adesiva e sobre os valores de resistência adesiva são desconhecidos. Sabe-se, no entanto, que durante o processo mecânico de corte ou desgaste dos espécimes, falhas prematuras são frequentes (BOUILLAGUET et al., 2001; INOUE et al., 2001; PASHLEY et al., 1999; YOSHIYAMA et al., 1996). Essas falhas são provocadas pela ação dos discos de corte e, principalmente, pela ação de pontas diamantadas para a produção de espécimes do tipo ampulheta (BETAMAR; CARDEW; VAN NOORT, 2007a; BOUILLAGUET et al., 2001; DELLA BONA; ANUSAVICE; SHEN, 2000; PASHLEY et al., 1995). Phurkkanon et al. (1998b) relataram, ainda, maior prevalência de falhas prematuras ao fabricar espécimes com a forma de ampulheta de interface circular, especialmente

em áreas menores que $1,1\text{mm}^2$. Quando espécimes são produzidos a partir de substratos friáveis, como o esmalte e as cerâmicas, a ocorrência de falhas precoces é ainda maior (DELLA BONA; ANUSAVICE; SHEN, 2000; GORACCI et al., 2004; SHIMADA et al., 2002; SHIMADA; TAGAMI, 2003), devido, provavelmente, à fragilidade e baixa elasticidade dessas estruturas.

O efeito do preparo dos espécimes sobre a integridade do substrato e da interface pode ser evidenciado de maneira ainda mais clara quando os valores de resistência de união à microtração do esmalte são comparados com os encontrados para a dentina. A adesão ao esmalte, repetidamente constatada mais alta que a adesão à dentina pela literatura (ARMSTRONG; BOYER; KELLER, 1998; FINGER; FRITZ, 1996; FRITZ; FINGER, 1999; GORDAN et al., 1997), apresenta valores similares ou significativamente menores que os valores encontrados para a dentina quando o teste de microtração é utilizado (CARDOSO et al., 2002; GORACCI et al., 2004; IKEDA et al., 2002; SADEK et al., 2005; SHIMADA et al., 2002). Esses achados podem ser explicados pelo grande número de falhas estruturais encontradas na superfície do esmalte de espécimes observados em grande aumento (FERRARI et al., 2002; GORACCI et al., 2004; MANNOCCI et al., 2001; SADEK et al., 2005). Trincas e fraturas presentes no esmalte são provocadas pelas vibrações e pelo atrito dos instrumentos de corte, e são geralmente observados nos ângulos dos palitos (SADEK et al., 2005), local de maior concentração de estresses neste tipo de geometria (PHRUKKANON; BURROW; TYAS, 1998b). Embora esses defeitos sejam mais frequentemente observados em esmalte, a estrutura do substrato dentinário também pode

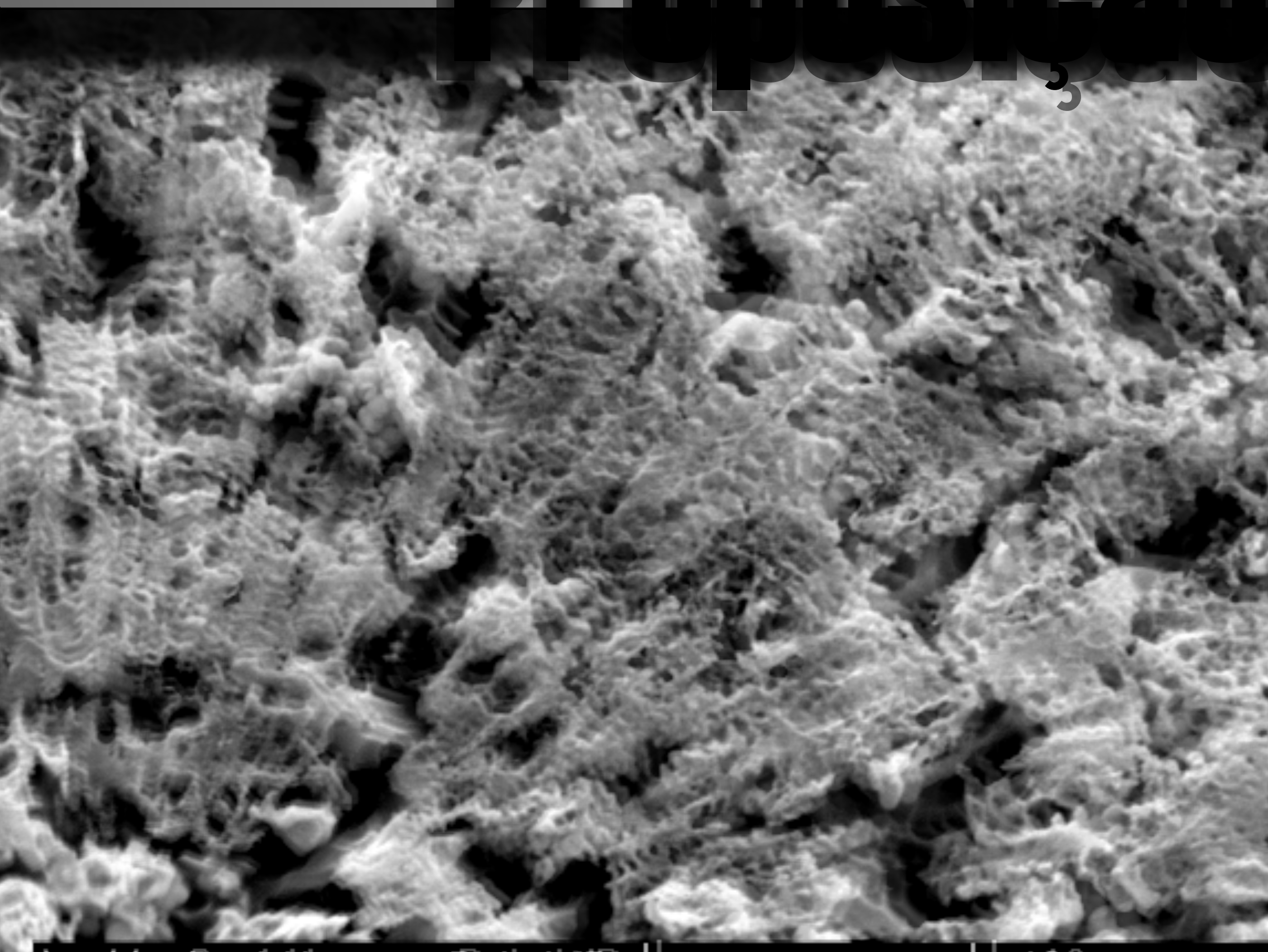
ser comprometida por processos mecânicos de preparo (GORACCI et al., 2004; MANNOCCI et al., 2001).

Embora seja difícil determinar a magnitude da influência dos procedimentos de preparo sobre os valores de resistência de união, ao considerar a capacidade de tais eventos em produzir defeitos em diferentes substratos e a dependência dos valores de união à presença e tamanho de trincas (MECHOLSKY JR, 1995), especula-se que os valores encontrados nos testes de microtração podem, muito provavelmente, não representar os reais valores de adesão dos materiais testados. Essa idéia encontra-se tão difundida entre alguns autores, que muitos questionam se o teste de microtração seria o ideal para todas as condições experimentais, como o teste de adesão ao esmalte, por exemplo (FERRARI et al., 2002; GORACCI et al., 2004; SADEK et al., 2005).

Pouco consenso também envolve a inclusão ou exclusão das perdas prematuras nas médias dos grupos, uma vez que ao ser considerados como “zero”, as médias de alguns grupos tenderiam a diminuir e, possivelmente, obscureceriam as diferenças. Alguns autores publicam as médias com e sem a inclusão das perdas prematuras, e conclusões dali podem ser tiradas.

Como previamente comentado, o teste de microtração ainda constitui o melhor método de teste, e, dentro deste, a geometria de espécime em forma de palito parece ser a menos desfavorável quanto à produção de trincas e vibrações nos substratos e na interface (GORACCI et al., 2004).

Proposição



3 PROPOSIÇÃO

O presente estudo tem como propósitos:

1. Avaliar a influência da técnica de limpeza pós-condicionamento na resistência de união compósito-cerâmica e no modo de fratura utilizando um novo método de microtração a fim de determinar um protocolo clínico para a limpeza pós-condicionamento das cerâmicas IPS Empress Esthetic e IPS Empress 2.
3. Determinar a composição química dos resíduos criados pelo condicionamento com ácido HF utilizando uma análise química por raios-x.

Materialis e Método



4 MATERIAIS E MÉTODO

4.1 CONSIDERAÇÕES GERAIS

Esta pesquisa está dividida em 3 experimentos. Todos os materiais e equipamentos neles utilizados, assim como seus lotes e fabricantes, estão descritos nas tabelas 1 e 2:

Tabela 1. Materiais utilizados neste estudo e respectivos fabricantes, lotes e validades.

Material	Fabricante	Lote/Validade
IPS Empress Esthetic	<i>Ivoclar-Vivadent</i>	J08587
IPS Empress II	<i>Ivoclar-Vivadent</i>	E13821
Ácido Hidro-fluorídrico à 10% (Fig. 1)	<i>Dentsply</i>	4716552/2009-04
IPS Empress Speed	<i>Ivoclar-Vivadent</i>	-
Scotchbond Etchant (Fig. 2)	<i>3M ESPE</i>	6GK
Filtek Z250 (Fig. 3)	<i>3M ESPE</i>	5LT/2008-06 6LA/2008-11
Clearfil SE Bond Primer e Bond (Fig. 4)	<i>Kuraray</i>	51362/2008-01
Pó de Óxido de Alumínio 50µm	<i>Knebel Produtos Odontológicos</i>	-
Clearfil Porcelain Bond Activator (Fig. 5)	<i>Kuraray</i>	182AA/2007-08
Cilindro de Silicone	<i>Embramed</i>	3001P0046
Lixa D' água	<i>Aqua-Flex Norton</i>	-

Resina Epoxi		-
Espaçadores de PVC 20 mm	<i>Tigre</i>	-
SuperBonder	<i>Loctite</i>	-
Pó de ouro-paládio	<i>Bal-Tec</i>	-
SilicaGel	<i>CPO Ltda.</i>	0789/2008-07
Scotchbond Multi- Purpose Plus Adhesive (Fig. 6)	<i>3M ESPE</i>	5JP/2008-08
Rely X Ceramic Primer (Fig. 7)	<i>3M ESPE</i>	6XA/2009-01



Figura 1. Ácido Hidrofluorídrico à 10%.



Figura 2. Ácido Fosfórico Scotchbond Etchant à 37%.



Figura 3. Resina composta Filtek Z250.



Figura 4. Clearfil SE Bond Primer e Bond.



Figuras 5 a 7. Clearfil Porcelain Bond Activator, Scotchbond Multi-Purpose Adhesive e RelyX Ceramic Primer.

Tabela 2. Instrumentos utilizados neste estudo e respectivos fabricantes.

Instrumento	Fabricante
Forno EP600	<i>Ivoclar-Vivadent</i>
Máquina de Cortes Isomet 1000	<i>Buehler</i>
Máquina Politriz	<i>Panambra</i>
Microjateador Microetcher	<i>Danville Engineering</i>
Ultrasonic Cleaner 1440D	<i>Odontobrás</i>
Máquina de Testes Universais Instron 4444	<i>Instron Corp.</i>
MEV Philips XL-30	<i>Philips Eletronic Corp.</i>
Curing Light 2500	<i>3M</i>

4.2 EXPERIMENTO 1

Este experimento consiste na avaliação da resistência de união de uma resina composta aderida à dois tipos de cerâmicas injetáveis através de uma nova técnica de fabricação de espécimes para o teste de

microtração. Os tópicos abaixo descrevem as etapas de fabricação e teste dos espécimes.

4.2.1 CONFECÇÃO DO SUBSTRATO CERÂMICO

4.2.1.1 INJEÇÃO E CORTE DAS CERÂMICAS

Oito cilindros cerâmicos de IPS Empress Esthetic (Fig. 8) e IPS Empress 2 (Fig. 9) foram produzidos pela técnica da cera perdida. Padrões de cera cilíndricos de dimensões de 10 mm de comprimento e 10 mm de diâmetro foram envolvidos por um material de revestimento especial (IPS Empress Speed, Ivoclar-Vivadent, Liechtenstein, Alemanha) próprio para a injeção dessas cerâmicas. Um forno específico (EP600, Ivoclar-Vivadent, Liechtenstein, Alemanha) foi utilizado para derreter os lingotes pré-fabricados de cerâmica à uma temperatura inicial de 700°C a uma taxa de elevação de temperatura de 60°C/min. A temperatura final alcançou 920°C (IPS Empress 2) e 1075°C (IPS Empress Esthetic) e foi mantida por 20 minutos. A cerâmica derretida foi então injetada sob 5 *bar* de pressão, ocupando o espaço no interior do revestimento (Tabela 3). Após o resfriamento, o revestimento foi removido da superfície da cerâmica através de um microjateamento de partículas de óxido de alumínio de 50µm (Knebel Produtos Odontológicos, São Paulo, Brasil) à 2 *bar* de pressão.



Figura 8. Lingote da cerâmica IPS Empress.



Figura 9. Lingote da cerâmica IPS Empress 2.

Tabela 3. Ciclo de queima dos fabricantes das cerâmicas utilizadas neste estudo. *T (Temperatura)

Cerâmica	T*. (°C) Inicial	Taxa Aquecimento (°C/min)	T. de queima (°C)	Tempo espera (min)	Vácuo T. (°C)
IPS Empress Esthetic	700	60	1075	20	500 -1075
IPS Empress 2	700	60	920	20	500 - 920

Os cilindros cerâmicos assim obtidos foram seccionados em uma máquina de cortes de precisão (Isomet 1000, Buehler, Lake Bluff, IL, EUA) utilizando um disco diamantado dupla face (Buehler, Lake Bluff, IL, EUA) sob irrigação constante. Como resultado, vinte e quatro discos cerâmicos (12 para cada tipo de cerâmica) de dimensões de 10mm de diâmetro e 3mm de espessura, foram obtidos (Fig. 10).



Figura 10. Discos de cerâmica EE e E2 (3 mm espessura x 10 mm diâmetro) após o corte.

4.2.1.2 INCLUSÃO DOS DISCOS CERÂMICOS

Com a finalidade de facilitar e possibilitar a apreensão dos discos na máquina de testes, cada disco foi incluído em um cilindro de PVC com resina epoxi. Na superfície lateral de cada disco cerâmico, sulcos foram confeccionados com discos *carburundum* com o objetivo de criar um espaço retentivo para a infiltração por resina epoxi e prevenir um possível deslocamento vertical do disco durante o teste (Fig. 11).

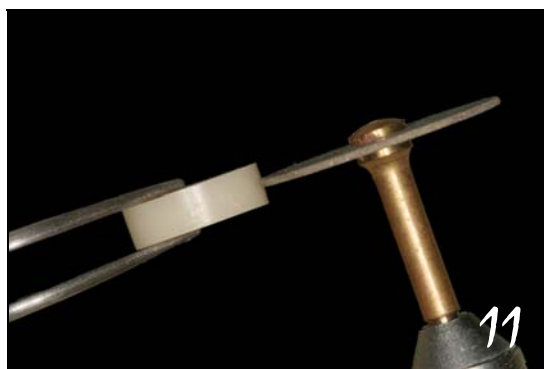
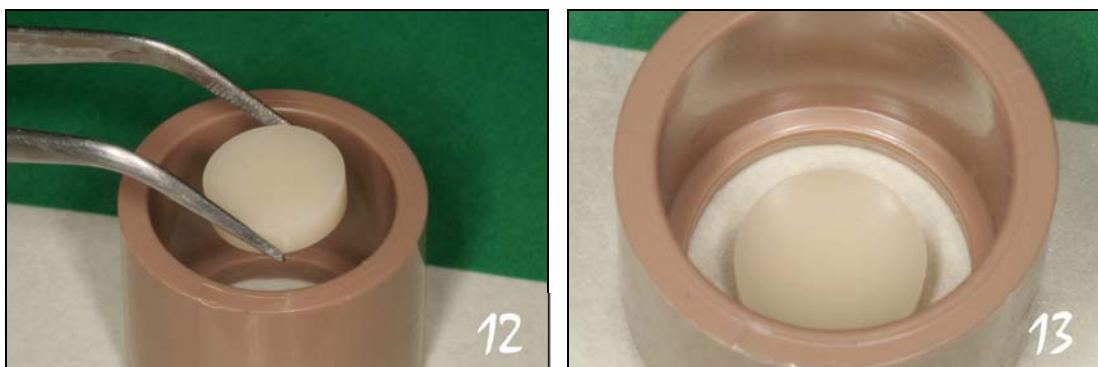
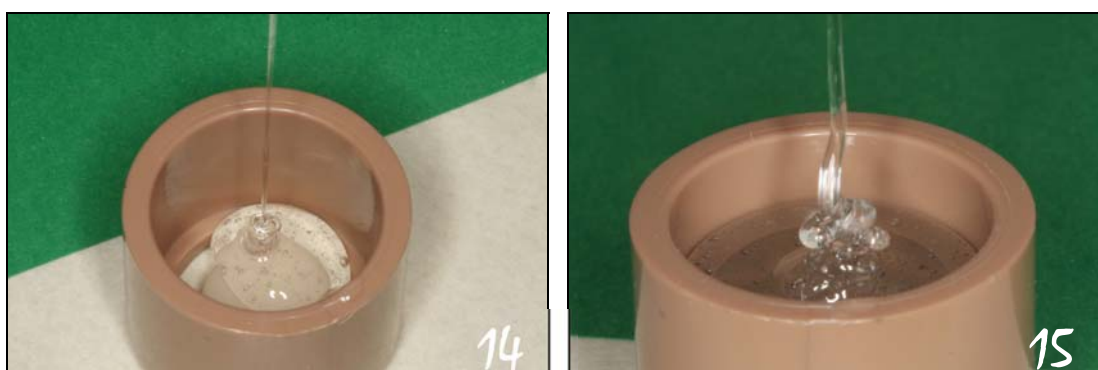


Figura 11. Confeção de sulcos na lateral dos discos.

Os discos foram então posicionados no centro de cilindros de PVC (Tigre, Brasil) de 25 mm de diâmetro com uma luz de 20 mm de diâmetro (Figs. 12 e 13). Resina epoxi auto-polimerizável foi vertida sobre os discos cerâmicos, penetrando nos sulcos laterais e preenchendo toda a extensão do cilindro de PVC (Figs 14 e 15).



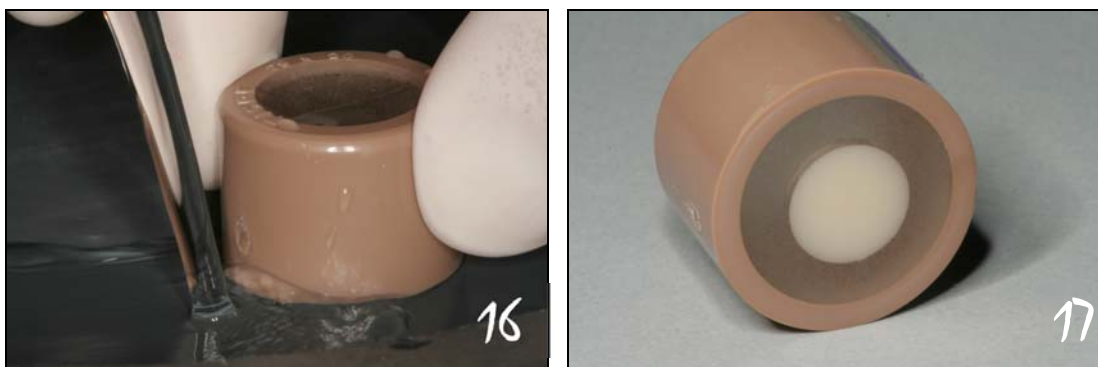
Figuras 12 e 13. Inserção de um disco de cerâmica dentro de um cilindro de PVC.



Figuras 14 e 15. Inclusão de um disco cerâmico em um cilindro de PVC com resina epoxi.

4.2.1.3 POLIMENTO DA SUPERFÍCIE CERÂMICA

A superfície exposta dos discos cerâmicos foi polida metalograficamente com lixas sequenciais de Carbetto de Silício em granulação decrescente #100, #400, #600, #800 e #1200 (Acqua Flex-Norton, São Paulo, Brasil) em uma politriz (Panambra Struers DP-10, Panambra, São Paulo, Brasil) sob irrigação constante e, na seqüência, limpos em um aparelho ultra-sônico (Ultrasonic Cleaner 1440 D, Odontobrás, São Paulo, Brasil) em água destilada por 5 minutos e secos com jato de ar livre de óleo (Figs. 16 e 17). Os discos foram aleatoriamente assignados aos grupos experimentais.



Figuras 16 e 17. Polimento com lixas de Carbeto de Silício de granulação decrescente para a obtenção uma superfície plana, regular e polida.

4.2.2 DIVISÃO DOS GRUPOS EXPERIMENTAIS

De acordo com o tipo de técnica de limpeza da superfície cerâmica e com o tipo de cerâmica (IPS Empress Esthetic ou IPS Empress 2), os discos foram separados e distribuídos nos grupos (dois discos por grupo) descritos na Tabela 4.

Tabela 4. Códigos dos grupos de acordo com a técnica de limpeza da superfície e tipo de cerâmica. (SL) sem limpeza; (JAA) jato ar-água; (AF) ácido fosfórico; (BU) banho ultra-sônico; (AFBU) ácido fosfórico + banho ultrasônico e; (CSK) clearfil silane kit.

Técnica de Limpeza	GRUPOS	
	IPS Empress Esthetic (EE)	IPS Empress 2 (E2)
SL (sem limpeza)	<i>EESL</i>	<i>E2SL</i>
JAA (jato ar-água)	<i>EEJAA</i>	<i>E2JAA</i>
AF (ac. Fosforico)	<i>EEAF</i>	<i>E2AF</i>
BU (banho ultrasom)	<i>EEBU</i>	<i>E2BU</i>
AFBU (AF + BU)	<i>EEAFBU</i>	<i>E2AFBU</i>
CSK (Clearfil Sil. Kit)	<i>EECSK</i>	<i>E2CSK</i>

4.2.3 OBTENÇÃO DOS GRUPOS EXPERIMENTAIS

4.2.3.1 TRATAMENTO DE SUPERFÍCIE DO SUBSTRATO CERÂMICO

Após o polimento, todos os discos cerâmicos sofreram o seguinte tratamento de superfície:

- o **Condicionamento com ácido HF:** a superfície dos discos cerâmicos foi coberta com um gel de ácido Hidrofluorídrico à 10% (Dentsply, Buenos Aires, Argentina) por 1 minuto (para a cerâmica IPS Empress Esthetic) e 20 segundos (para a cerâmica IPS Empress 2) e lavada em água corrente por 30 segundos e secas com ar livre de óleo.



Figuras 18 e 19. Condicionamento da superfície cerâmica com ácido Hidrofluorídrico e lavagem com água.

- o **Limpeza da superfície cerâmica:** será abordado no próximo item.

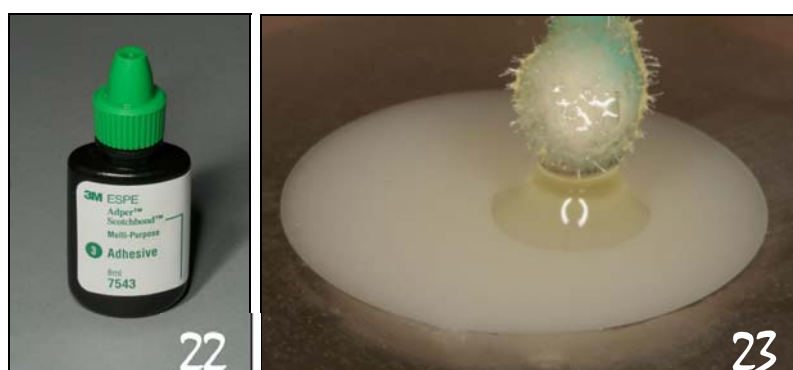
- o **Aplicação de um agente de ligação Silano:** após o emprego da técnica de limpeza, a superfície foi seca com um jato de ar livre de óleo. Um

agente Silano de ligação (Scotchbond Ceramic Primer, 3M ESPE, St. Paul, MN, EUA) pré-hidrolizado foi aplicado, deixado na superfície por 10 segundos e seco com leve jato de ar por 5 segundos.



Figuras 20 e 21. Aplicação do Silano Rely X Ceramic Primer na superfície cerâmica.

o **Aplicação de um agente adesivo hidrófobo**: após a secagem do agente silano, um agente adesivo hidrófobo (Scotchbond Multi-Purpose Bonding Agent, 3M ESPE, St. Paul, MN, EUA) foi aplicado sobre a superfície cerâmica, afilado com um leve jato de ar por 5 a 10 segundos e polimerizado por 20 segundos com um aparelho foto-ativador de luz halógena com intensidade de 400 mW/cm^2 (Curing Light 2500, 3M, St. Paul, MN, EUA).

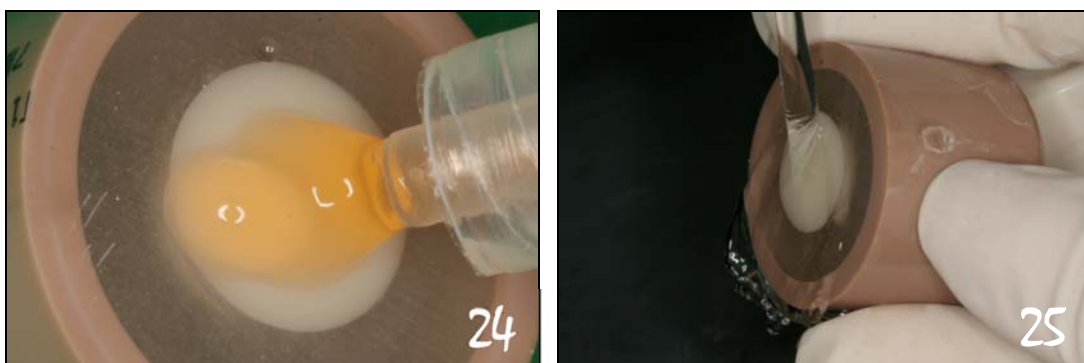


Figuras 22 e 23 Aplicação da Adesivo Scotchbond Multipurpose Adhesive.

4.2.3.2 TÉCNICAS DE LIMPEZA DA SUPERFÍCIE CERÂMICA

Após o passo de condicionamento ácido com ácido HF, diferentes técnicas de limpeza da superfície foram empregadas previamente à aplicação do agente silano, criando os seguintes grupos:

Grupo SL (Sem Limpeza) : nenhum procedimento de limpeza foi realizado. O silano foi aplicado imediatamente após a lavagem e secagem do ácido Hidrofluorídrico (Figs. 24 e 25).



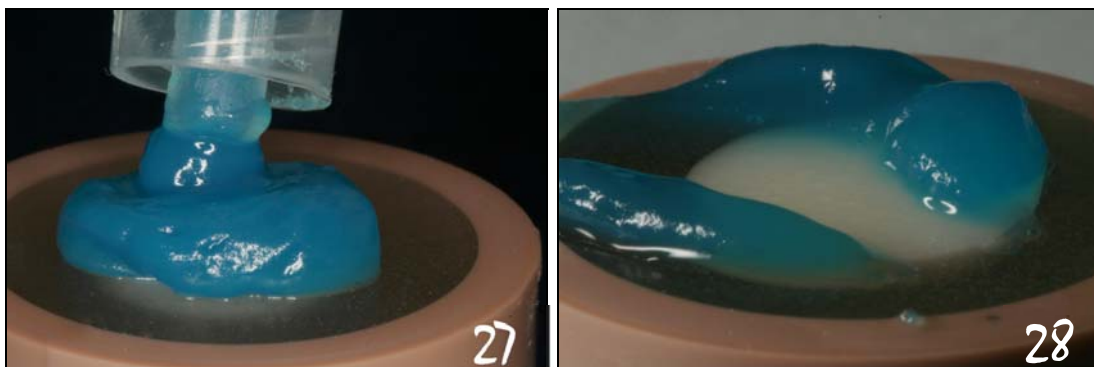
Figuras 24 e 25. Após o condicionamento com ácido Hidrofluorídrico, a superfície cerâmica foi apenas lavada e seca previamente à aplicação do agente silano.

Grupo JAA (Jato Ar-Água): Após a lavagem do ácido hidrofluorídrico a superfície cerâmica foi limpa com um jato de ar-água livre de óleo a uma distância de 10 mm por 30 segundos à 4 bar de pressão (Fig. 26).



Figura 26. Limpeza com Jato de ar-água por 30 segundos.

Grupo AF (Ácido Fosfórico): a superfície da cerâmica foi coberta com um gel de ácido fosfórico à 37% (Scotchbond Etchant, 3M ESPE, St. Paul, MN, EUA) por 1 minuto e lavada em água corrente por 30 segundos (Figs. 27 E 28).



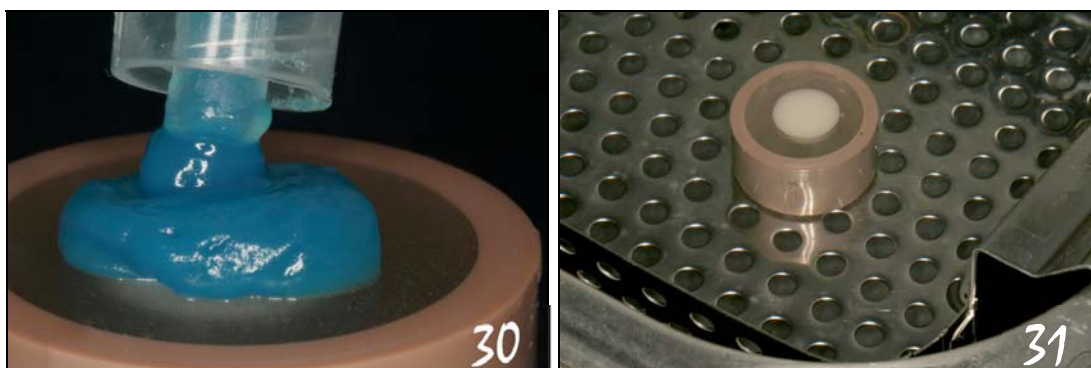
Figuras 27 e 28. Aplicação de um gel de ácido Fosfórico à 37% por 1 minuto e lavagem com água.

Grupo BU (Banho Ultra-sônico): os cilindros de PVC contendo os discos cerâmicas foram inseridos em uma máquina de limpeza ultrasônica (Ultrasonic Cleaner 1440 D, Odontobrás, São Paulo, Brasil) em água destilada por 5 minutos (Fig. 29).



Figura 29. Banho ultrassônico em água destilada por 5 minutos.

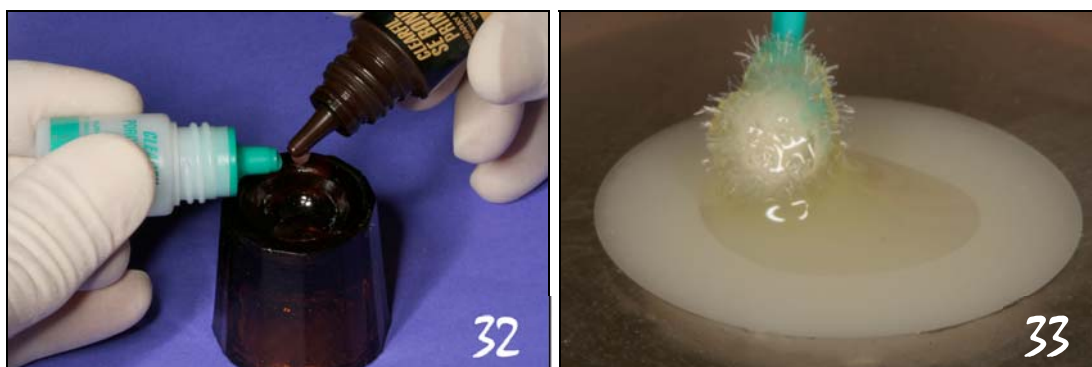
Grupo AFBU (Ácido Fosfórico + Banho Ultra-sônico): a superfície cerâmica foi coberta com um gel de ácido fosfórico à 37% (Scotchbond Etchant, 3M ESPE, St. Paul, MN, Brasil) por 1 minuto e lavada em água corrente por 30 segundos. Posteriormente, os cilindros de PVC contendo os discos cerâmicos foram inseridos em uma máquina de limpeza ultrassônica (Ultrasonic Cleaner 1440 D, Odontobrás, São Paulo, Brasil) em água destilada por 5 minutos (Figs. 30 e 31).



Figuras 30 e 31. Limpeza com gel de ácido fosfórico à 37% e banho ultrassônico em água destilada por 5 min.

Grupo CSK (Clearfil Silane Kit): O sistema de silanização autocondicionante Clearfil Silane Kit (Kuraray, Osaka, Japão) foi aplicado imediatamente após a lavagem e secagem do ácido Hidrofluorídrico. Uma gota do Clearfil SE Bond Primer foi misturado à uma gota do Clearfil Porcelain Activator e aplicado à superfície da cerâmica condicionada e

seco com jato de ar por 15 segundos após 5 segundos de repouso sobre a superfície cerâmica. Posteriormente, uma camada de adesivo Clearfil SE Bond Bond foi aplicada à superfície cerâmica, afilada com um leve jato de ar e polimerizada por 10 segundos, conforme as instruções do fabricante (Figs. 32 e 33). Neste grupo os passos gerais de aplicação do agente silano Scotchbond Ceramic Primer e a posterior aplicação do agente adesivo Scotchbond Multipurpose Adhesive não foram realizados.



Figuras 32 e 33. Mistura de uma gota do Primer Autocondicionante com uma gota do Silano imediatamente antes da aplicação na superfície cerâmica.

A composição dos materiais utilizados para promover a adesão entre a superfície cerâmica e a resina composta (silanos e sistemas adesivos) estão descritos na Tabela 5.

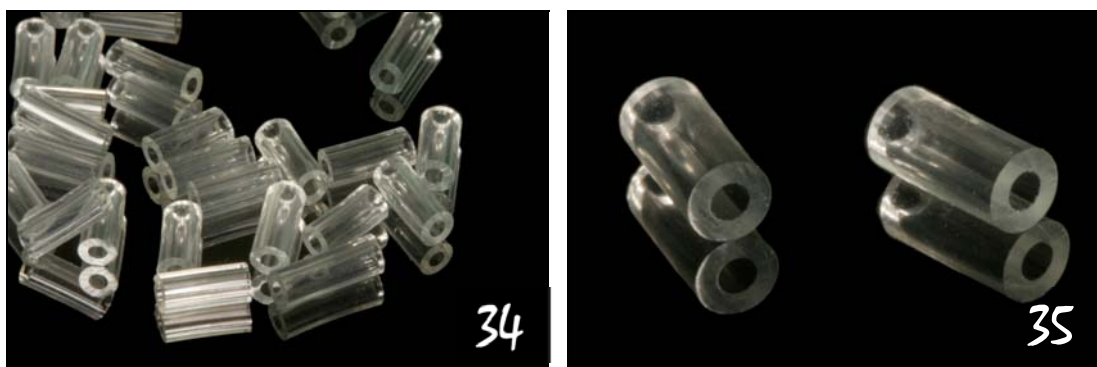
Tabela 5. Composição dos materiais adesivos e silanos utilizados.

Material	Composição
Clearfil SE Bond Primer	10-MDP, HEMA, Dimetacrilato hidrofílico, Canforoquinona, N,N-Dietanol-p-toluidina (DMAEMA), Água
Clearfil SE Bond Bond	10-MDP, Bis-GMA, HEMA, Dimetacrilato Hidrofóbico, Canforoquinona, N,N-Dietanol-p-toluidina (DMAEMA), Silica

	<i>Coloidal Silanizada</i>
Clearfil Porcelain Bond Activator	<i>Bisfenol A Polietoxi Dimetacrilato, 3-Metacriloxipropiltrimetoxisilano</i>
Scotchbond Ceramic Primer	<i>Álcool Etilico, Água Deionizada, Metacriloxipropiltrimetoxisilano</i>
Scotchbond Bonding Agent	<i>Bis-GMA, HEMA, Canforoquinona</i>

4.2.3.3 FABRICAÇÃO DOS ESPÉCIMES

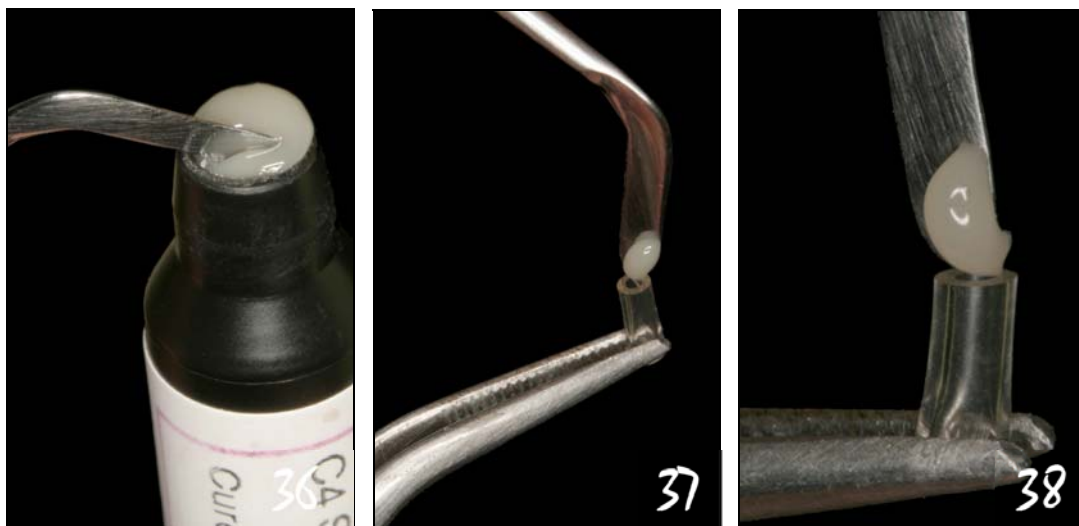
Tubos cilíndricos de silicone (Embramed, São Paulo, Brasil) de 0,8 mm de diâmetro e 4 mm de comprimento foram empregados para fabricar os espécimes de resina composta aderidas à superfície cerâmica (Figs. 34 e 35).



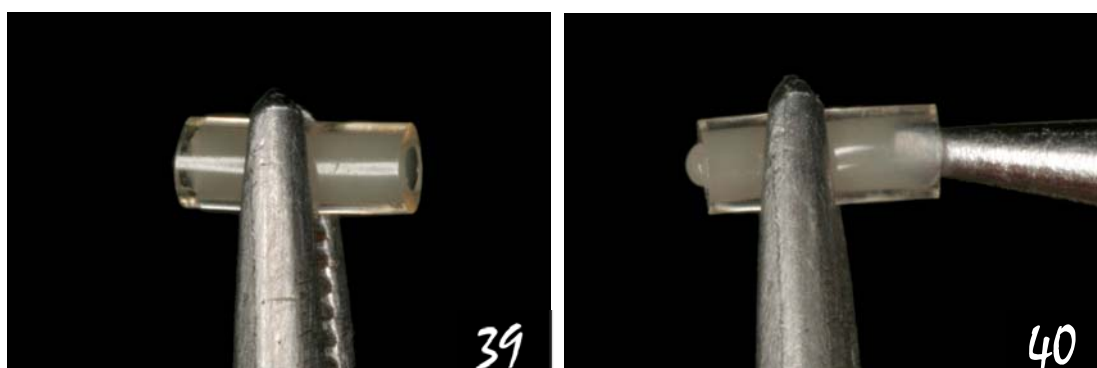
Figuras 34 e 35. Cilindros de silicone (4 mm comprimento x 0,8 mm de diâmetro) utilizados para a fabricação dos espécimes de resina composta sobre a superfície cerâmica.

Os cilindros de silicone foram preenchidos totalmente com resina composta (Filtek Z250, 3M ESPE, St. Paul, MN, EUA) (Figs. 36 a 39). Posteriormente, com um instrumento afilado, a resina composta foi

pressionada por uma extremidade até que um leve extravazamento ocorresse (Fig. 40).

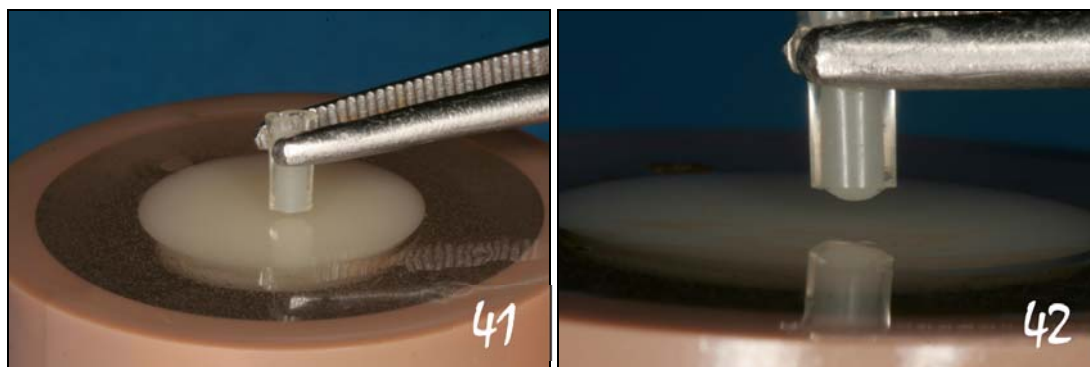


Figuras 36 a 38. Inserção da resina composta no cilindro de silicone.



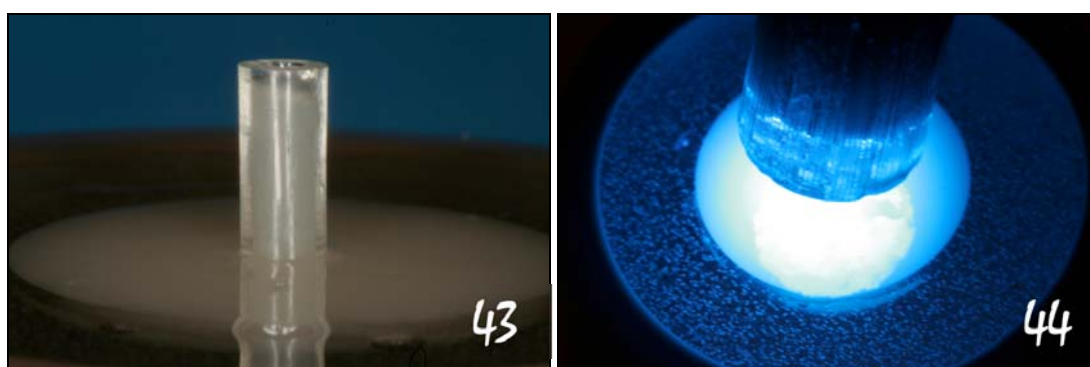
Figuras 39 e 40. Cilindro de silicone preenchido com resina composta. Por uma extremidade um instrumento pressiona a resina composta até que um leve extravazamento ocorra.

Cada cilindro preenchido foi individualmente assentado sobre a superfície cerâmica com uma leve pressão até que as bordas do cilindro de silicone contatassem a superfície (Figs. 41 a 43).



Figuras 41 e 42. Posicionamento do cilindro preenchido com resina composta sobre a superfície cerâmica.

Os cilindros foram foto-ativados por 40 segundos utilizando um aparelho foto-ativador (Curing Light 2500, 3M, St. Paul, MN, EUA) com 400 mW/cm² de intensidade luminosa (Figs. 44 e 45).



Figuras 43 e 44. Cilindro com resina posicionado e sendo foto-ativado.

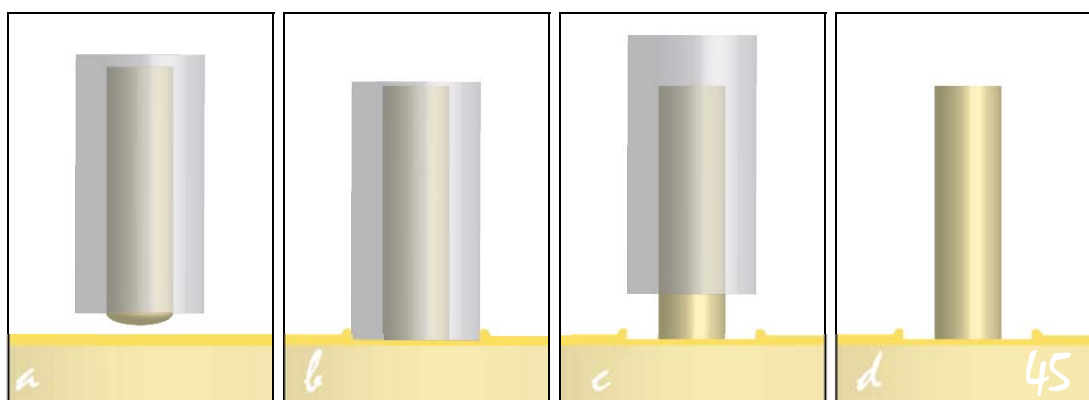
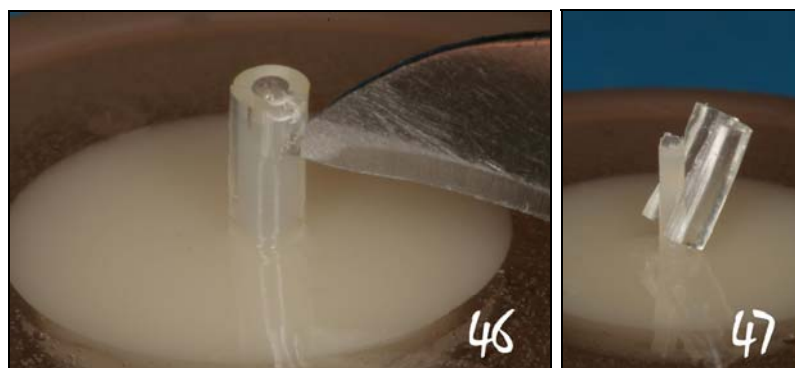


Figura 45. Esquema ilustrativo da confecção dos espécimes cilíndricos de resina composta. (a) Cilindro de silicone preenchido com resina composta com leve extravazamento na extremidade; (b) Posicionamento na superfície cerâmica; (c) Remoção do molde de silicone após a foto-ativação e; (d) Espécime pronto.

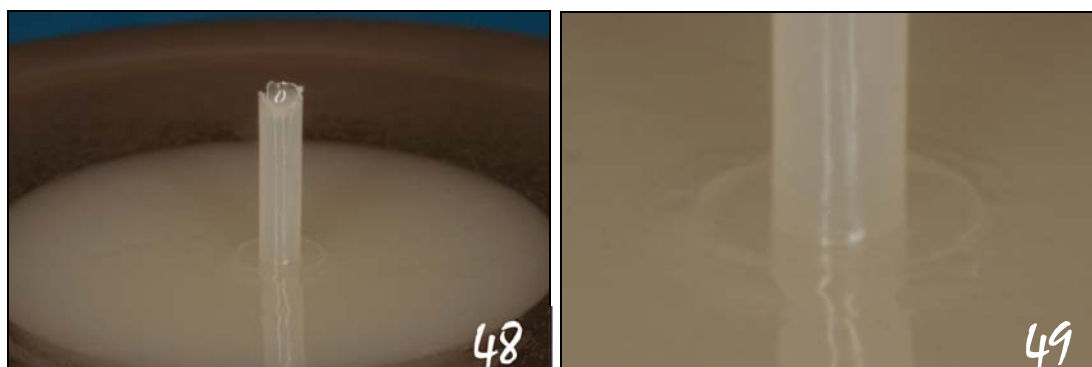
Imediatamente após a polimerização, os cilindros de silicone foram cortados com uma lâmina de bisturi número 12 e descartados (Figs. 46 e 47),

formando espécimes cilíndricos de resina composta de 4 mm de altura e 0,8 mm de diâmetro aderidos à superfície cerâmica e gerando uma área de adesão de aproximadamente 0,5 mm²(Figs. 48 e 49).

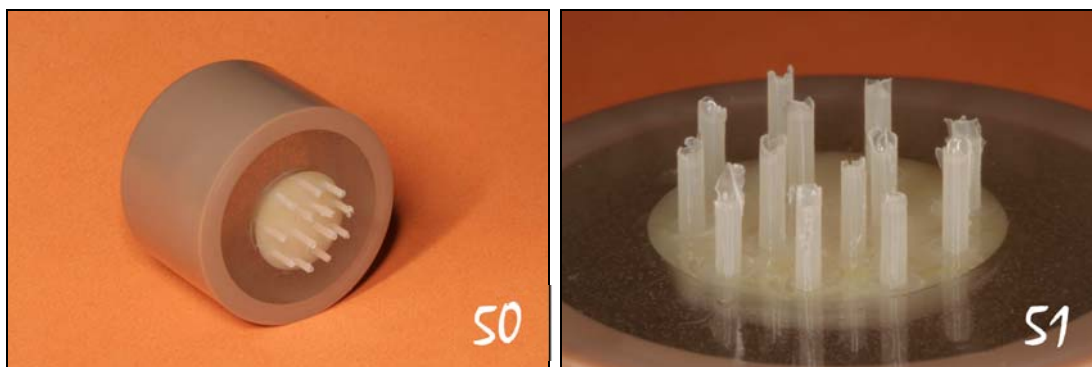


Figuras 46 e 47. Corte e remoção do cilindro de silicone.

A área de superfície de cada disco cerâmico possibilitou o assentamento de 15 cilindros de resina composta, obtendo, dessa forma, um total de 30 espécimes por grupo (n=30) (Figs. 50 e 51). Todos os espécimes, após a fabricação do último espécime, foram foto-ativados em conjunto por 1 minuto da mesma maneira como descrito anteriormente. Após a remoção dos cilindros de silicone, os espécimes foram armazenados em água destilada à 37 °C em uma estufa (Quimis Aparelhos Científicos Ltda., Diadema, São Paulo, Brasil) por 24 horas.



Figuras 48 e 49. Espécime de resina composta aderido à superfície cerâmica. A inserção da resina composta a partir de um cilindro de silicone permite a obtenção de um ângulo de 90° com a superfície da cerâmica.



Figuras 50 e 51. Espécimes de resina composta aderidos à superfície cerâmica.

4.2.4 TESTE DE MICROTRAÇÃO

Após o período de armazenamento, os espécimes foram submetidos ao teste de microtração na máquina universal de testes Instron modelo 4444 (Instron Corp. Canton, MA, EUA), através de uma nova técnica que seguiu os seguintes passos e procedimentos: os cilindros de PVC contendo os espécimes foram encaixados em um aparato metálico preso à base inferior da máquina de testes (Fig. 52). Este aparato possui uma plataforma metálica que permite a movimentação vertical dos cilindros de PVC através da rotação de dois parafusos localizados em suas extremidades.

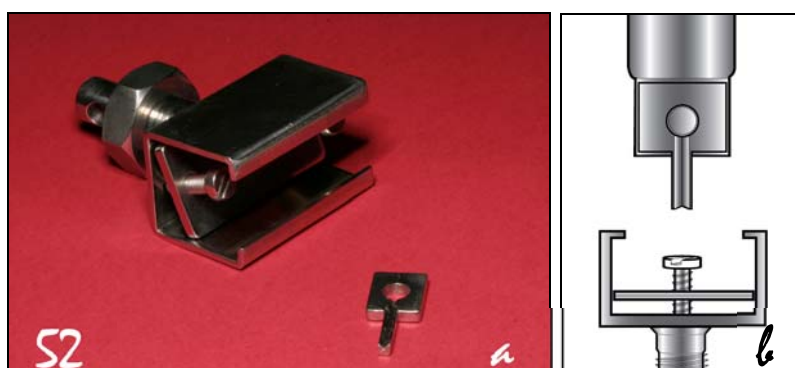
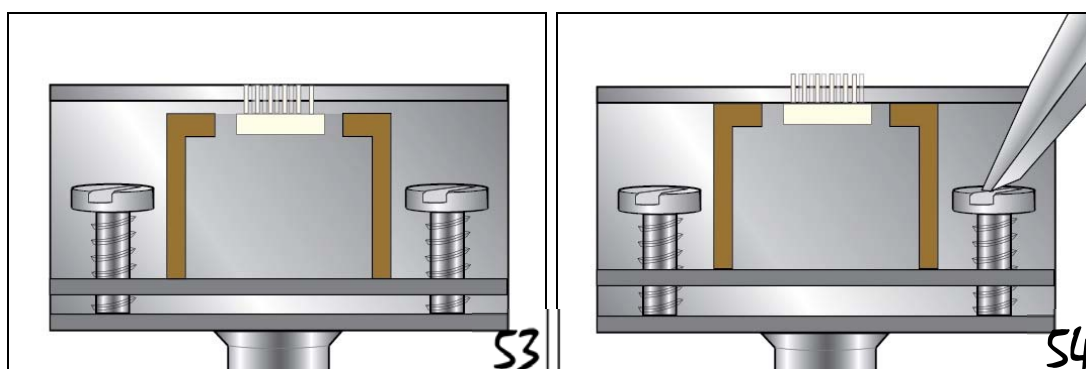


Figura 52. Peças do dispositivo. (a) Peça maior fixa e peça menor móvel e; (b) esquema ilustrativo do posicionamento das peças na máquina de testes.

Para a inserção inicial e rotação dos corpos de prova, a plataforma é abaixada e, para a fixação do cilindro de PVC previamente ao início do teste, os parafusos são apertados (Figs. 53 e 54). Quando os parafusos são apertados, o cilindro de PVC é comprimido contra abas metálicas localizadas na extremidade superior das paredes laterais do aparato, assegurando que a superfície da cerâmica permaneça perpendicular ao eixo móvel da máquina de testes.



Figuras 53 e 54. Fixação e compressão do cilindro de PVC contra as abas metálicas através do aparafusamento.

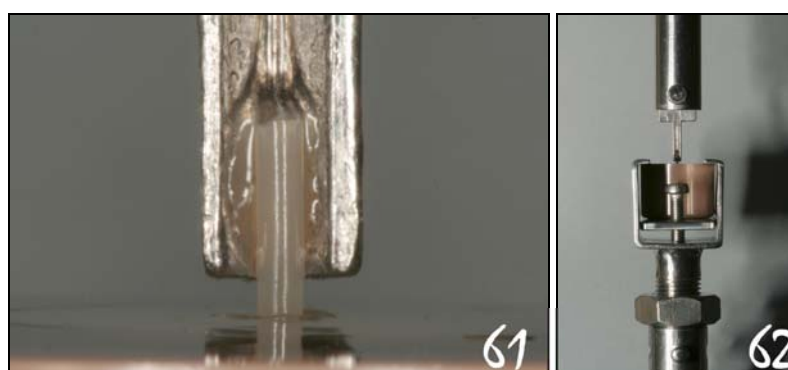
Ao eixo superior móvel da máquina de testes um dispositivo é adaptado, e, ao ser movimentado para baixo, é posicionado no nível dos espécimes de resina composta (Fig. 55). O tubo de PVC é rotacionado até que algum espécime encaixe-se no sulco presente na superfície do dispositivo metálico (Figs. 56 e 57). Com a posição do espécime determinada, os parafusos da plataforma são apertados (Fig. 58). O dispositivo móvel do eixo superior é removido da máquina e uma fina película de cola à base de cianocrilato (SuperBonder, Loctite, São Paulo, Brasil) é aplicada sobre o sulco (Fig. 59).



Figuras 55 a 57. Ao ser abaixado, o dispositivo superior permite que o espécime seja encaixado no sulco.



Figuras 58 a 60. Fixação do corpo de prova ao dispositivo inferior pelo aparafusamento (58) e fixação do espécime de resina ao dispositivo superior móvel (59 e 60).



Figuras 61 e 62. Espécime colado e pronto para o teste.

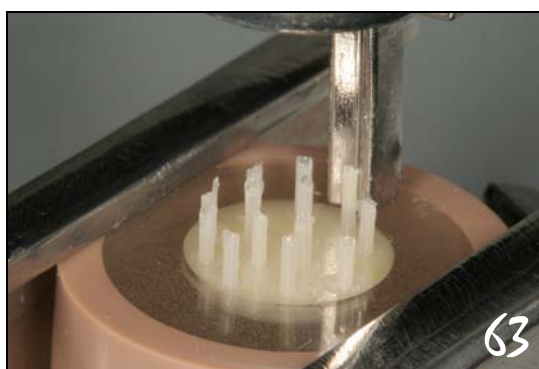


Figura 63. Espécime posicionado para o teste.

Após ser adaptado novamente ao eixo superior da máquina de testes e encaixado ao espécime, o dispositivo é baixado à 1,0 mm da superfície cerâmica (Fig. 60 a 63). A movimentação vertical do eixo superior da máquina de testes é iniciada após a presa completa da cola

(aproximadamente 10 minutos) à uma velocidade de bisagra de 0,5 mm/min até que o espécime de resina composta desgrude-se da superfície cerâmica, caracterizando uma falha adesiva, coesiva ou mista.

Os valores de resistência de união à microtração foram expressos em MegaPascals e obtidos pela divisão da força de tração (em N) no momento da fratura pela área de superfície de adesão (em mm²).

4.2.5 AVALIAÇÃO E CLASSIFICAÇÃO DO TIPO DE FRATURA

Os modos de fratura dos espécimes foram observados através de um estereoscópio Q734ZTC (Callmex, Florianópolis, SC, Brasil) em um aumento de 25x e classificados em:

Falha Adesiva: Fratura que envolve a interface adesivo-resina composta ou; a interface adesivo-cerâmica ou; as interfaces adesivo-resina composta e adesivo-cerâmica ou; coesiva na película adesiva.

Falha Mista: fratura que envolve alguma das interfaces da falha adesiva em conjunto com a fratura de um ou ambos os substratos.

Falha Coesiva: fratura que envolva apenas um dos substratos.

4.2.5.1 PREPARO DOS ESPÉCIMES FRATURADOS PARA ANÁLISE EM MICROSCÓPIO ELETRÔNICO DE VARREDURA (MEV)

Os espécimes de resina composta fraturados foram imediatamente catalogados e protegidos com uma película plástica. Espécimes de resina com tipos de fratura característicos e seus respectivos sítios de fratura em cerâmica foram selecionados para observação em microscópio eletrônico de varredura (MEV) (PXL-30, Philips Eletronic Corp., Holanda). Um dia antes de serem levados ao MEV os espécimes fraturados foram unidos lado a lado em uma base acrílica de forma que a interface adesiva ficasse voltada para cima. Eles foram então levados a uma estufa à 50°C por 3 horas. Removidos da estufa, as amostras foram acondicionadas em potes de vidro contendo esferas de sílica gel e hermeticamente fechados para a total eliminação da umidade. Os discos cerâmicos foram imersos em álcool 90% por 1 hora para eliminação de componentes adesivos não polimerizados e secos em uma estufa à 50°C por 3 horas.

As superfícies foram encobertos à vácuo com ouro-paládio (SCD 005, Bal-Tec, Balzers, Liechtenstein) por 90 segundos. Os espécimes de resina composta e os discos cerâmicos foram então observadas no MEV a uma voltagem de aceleração de 10 - 20 Kv a uma distância de 12-15 mm.

4.3 EXPERIMENTO 2

Este experimento consistiu na análise em microscopia eletrônica de varredura de amostras das cerâmicas IPS Empress Esthetic e IPS Empress 2 com as diferentes técnicas de limpeza de superfície utilizadas no Experimento 1. A análise química dessas amostras foi realizada através de um aparelho de análise de energia dispersiva acoplado ao MEV.

4.3.1 PREPARO DAS AMOSTRAS PARA ANÁLISE EM MICROSCÓPIO ELETRÔNICO DE VARREDURA (MEV)

Discos adicionais de cerâmica foram fabricados para cada um dos grupos de técnica de limpeza e seguiram para análise em Microscópio Eletrônico de Varredura para propósito ilustrativo de caracterização dos padrões de limpeza das diferentes técnicas de remoção dos resíduos. Após o condicionamento com ácido Hidrofluorídrico à 10% pelo tempo previamente estabelecido para cada tipo de cerâmica, as diferentes técnicas de limpeza pós-condicionamento foram conduzidas. Para as amostras do grupo CSK, após o condicionamento, uma gota de Clearfil Porcelain Activator e uma gota de Clearfil Primer Bond foram misturadas e aplicados sobre a superfície (sem esfregar) por 5 segundos e secos com jato de ar por 15 segundos. Em seguida, as amostras foram lavadas com álcool 90% por 30 segundos e imersas em álcool 90% por 30 minutos. As amostras

foram secas com jato de ar livre de óleo e levadas a uma estufa à 50°C por 3 horas. Removidos da estufa, as amostras foram acondicionadas em potes de vidro contendo esferas de sílica gel (Cromato Produtos Químicos, Diadema, SP, Brasil) hermeticamente fechados para a total eliminação da umidade. As superfícies das amostras foram recobertas à vácuo com ouro-paládio (SCD 005, Bal-Tec, Balzers, Liechtenstein) por 90 segundos. As superfícies foram então observadas no MEV a uma voltagem de aceleração de 10-25 Kv em aumentos de 750 e 2000x.

4.3.2 ANÁLISE QUÍMICA DAS AMOSTRAS

Todas as amostras foram analisadas através de um aparelho de Raios-X EDX (EDXA, EUA) acoplado ao microscópio eletrônico para a análise qualitativa e quantitativa dos elementos químicos presentes nas áreas escaneadas. As áreas escaneadas de cada amostra correspondem às fotomicrografias obtidas no item 4.3.1, sendo que para o grupo EE as análises foram obtidas em um aumento de 750 vezes e para o grupo E2 em um aumento de 2000 vezes (uma vez que esses foram os aumentos utilizados para observar os resíduos). Todos os picos e porcentagens dos elementos químicos detectados foram registrados. Para algumas fotomicrografias um mapeamento químico em cores (*x-ray color mapping*) foi realizado para a localização dos átomos de flúor nas amostras.

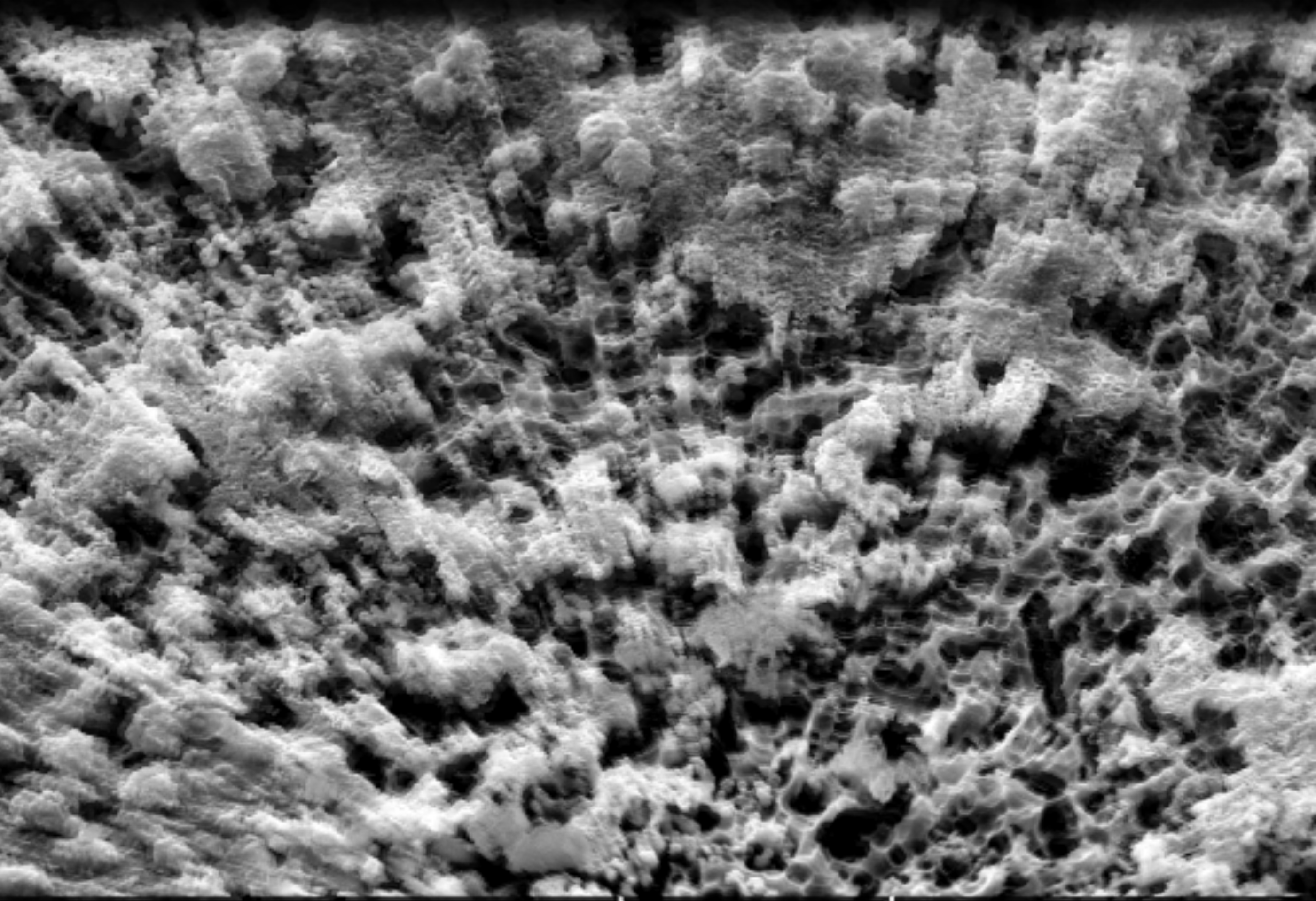
4.4 ANÁLISE ESTATÍSTICA

A análise de variância one-way ANOVA e o teste *post-hoc* de Tukey foram utilizados ajustados em um grau de confiança de 95% para detectar diferenças entre os grupos de limpeza para os grupos EE e E2 separadamente. Para detectar diferenças entre os mesmos grupos de limpeza de superfície para as cerâmicas EE e E2, múltiplos testes-t pareados com nível de significância de 95% foram empregados.

Para detectar diferenças entre os valores dos tipos de fratura, um teste t de student ajustado à um grau de confiança de 95% foi empregado.

A comparação entre os valores de obtidos para os modos de fratura e os valores obtidos para os espécimes do experimento 2 foi realizada com base na observação das médias e dos intervalos de confiança.

Resultados



5 RESULTADOS

5.1 EXPERIMENTO I

Os valores de resistência de união (MPa) dos espécimes dos grupos de técnica de limpeza dos grupos das cerâmicas EE e E2, assim como os respectivos modos de fratura estão discriminados nas Quadros 13 e 14 no Apendice A.

A análise de variância one-way ANOVA ajustada em grau de confiança de 95% foi utilizada para detectar diferenças estatísticas entre os grupos de técnica de limpeza. Os valores de resistência de união apresentaram distribuição normal e variância homogênea tanto para o grupo EE ($p=0,102$) como para o grupo E2 ($p=0,111$) segundo o teste de Bartlett. A análise de variância one-way ANOVA para o grupo EE detectou diferenças estatisticamente significativas ($p<0.001$). De acordo com o teste de Tukey de comparação múltipla, diferenças estatisticamente significativas foram encontradas entre alguns grupos de técnicas de limpeza, conforme demonstra a Tabela 6 e o Gráfico 1.

Tabela 6. Estatística descritiva do teste de resistência de união à microtração para o grupo EE.

Grupo	n	Média*	DP	EP	IC (95%)	FA	FM	FC
EESL	30	48,0	9,1 ^c	1,66	44,6 - 51,4	27	3	0
EEJAA	30	73,4	6,4 ^a	1,17	71,05 - 75,8	5	24	1
EEAF	30	68,6	10,1 ^a	1,85	64,8 - 72,4	10	20	0
EEBU	30	71,3	10,6 ^a	1,94	67,3 - 75,2	6	21	3
EEAFBU	30	74,1	10,9 ^a	1,99	70,1 - 78,2	4	25	1
EECSK	30	57,0	9,1 ^b	1,66	53,6 - 60,4	20	10	0

*SD: Desvio Padrão; EP: Erro Padrão; IC: Intervalo de Confiança de 95%; FA: Falha Adesiva; FM: Falha Mista; FC: Falha Coesiva. *MPa.*
Letras iguais indicam ausência de diferenças significativas ($\alpha=0.05$).

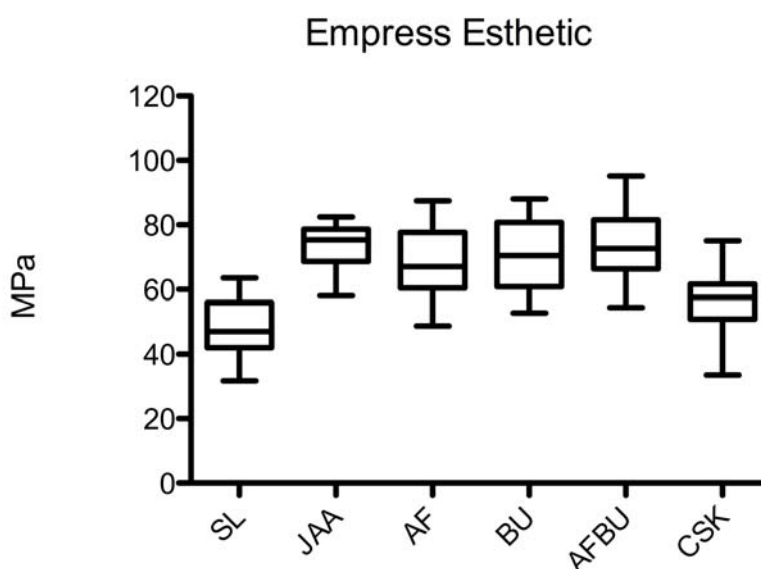


Gráfico 1. Valores médios dos grupos de Técnica de Limpeza do grupo EE.

Os resultados demonstram que a presença de resíduos sobre a superfície cerâmica IPS Empress Esthetic diminui significativamente a adesão entre cerâmica e resina composta. O subgrupo EESL obteve 90% de fraturas adesivas, ilustradas pelas figuras 67 e 82. Quando foram levados ao MEV, pôde-se observar que a camada de resíduos ficou aderida à camada

adesiva na superfície do espécime de resina (Figuras 83d e 84d) e à superfície cerâmica (Figura 84c). Os subgrupos EEJAA, EEAF, EEBU e EEAFBU não apresentaram diferenças significativas entre si, indicando que todos foram equivalentemente eficazes no reestabelecimento dos valores de resistência de união. Para esses subgrupos, a maioria das fraturas iniciaram na interface adesiva e propagaram-se para dentro do corpo da resina composta. O sistema de silanização auto-condicionante Clearfil Silane Kit, (subgrupo EECCK) embora tenha apresentado valores estatisticamente maiores que os valores do subgrupo EESL, parece não ter sido capaz de dissolver adequadamente os resíduos da superfície cerâmica.

A análise de variância one-way ANOVA para o grupo E2 foi estatisticamente significativa ($p=0,0352$). De acordo com o teste de Tukey de comparação múltipla houve diferença estatisticamente significativa entre o grupo E2SL e E2JAA, conforme descrito na Tabela 7 e Gráfico 2.

Tabela 7. Estatística descritiva do teste de resistência de união à microtração para o grupo E2.

Grupo	n	Média*	DP	EP	IC (95%)	FA	FM	FC
E2SL	30	64,6	12,4 ^b	2,27	60,0 - 69,3	21	8	1
E2JAA	30	74,1	10,3 ^a	1,88	70,3 - 78,0	5	23	2
E2AF	30	69,3	15,6 ^{ab}	2,86	63,4 - 75,1	14	16	0
E2BU	30	73,1	12,3 ^{ab}	2,25	68,5 - 77,7	7	22	1
E2AFBU	30	69,6	10,7 ^{ab}	1,95	65,6 - 73,6	11	17	2
E2CSK	30	68,2	9,8 ^{ab}	1,79	64,6 - 71,9	11	19	0

*SD: Desvio Padrão; EP: Erro Padrão; IC: Intervalo de Confiança de 95%; FA: Falha Adesiva; FM: Falha Mista; FC: Falha Coesiva. *MPa.
Letras iguais indicam ausência de diferenças significativas ($\alpha=0.05$).*

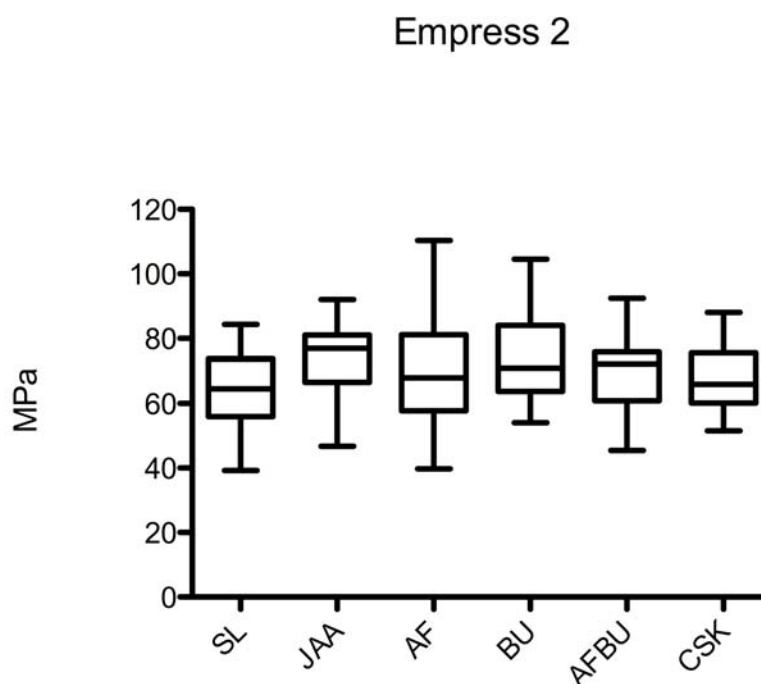


Gráfico 2. Valores médios (MPa) dos grupos de Técnica de Limpeza para o grupo E2.

Os resultados demonstram que a ausência de procedimentos utilizados para a remoção dos resíduos parece não diminuir significativamente a resistência de união da cerâmica E2 à resina composta, embora o subgrupo E2JAA tenha apresentado valores estatisticamente maiores que o subgrupo E2SL. No entanto, nenhum grupo de técnicas de limpeza foi estatisticamente diferente entre si. Diferentemente dos outros subgrupos, o subgrupo E2SL apresentou a maioria das suas fraturas na interface adesiva.

Múltiplos testes-t pareados foram conduzidos para comparar a resistência de união entre as duas cerâmicas sob a mesma técnica de limpeza (Tabela 8), embora este não tenha sido o objetivo deste estudo.

Tabela 8. Média (MPa), Desvios-padrão e Valores de P segundo os testes-t pareados para as cerâmicas EE e E2 de acordo com os subgrupos de Técnica de Limpeza.

GRUPOS	SL	JAA	AF	BU	AFBU	CSK
EE	48 (9,1)	73,4 (6,4)	68,6 (10,1)	71,3 (10,6)	74,1 (10,9)	57 (9,1)
Valor de p	<0.0001	0,7464	0,8435	0,5886	0,1379	<0,0001
E2	64,6 (12,4)	74,1 (10,3)	69,3 (15,6)	73,1 (12,3)	69,6 (10,7)	68,2 (9,8)
() Desvio Padrão (MPa) Diferença estatisticamente significativa: $p < 0,05$						

A comparação entre as cerâmicas EE e E2 para os subgrupos SL e CSK revelou diferenças significativas, sugerindo que para a cerâmica EE a presença de resíduos constitui um fator significativo na redução dos valores de resistência de união. Os subgrupos JAA, AF, BU e AFBU não apresentaram diferença estatística entre EE e E2 indicando que sob a essas técnicas de limpeza a resistência de união à microtração é estatisticamente similar entre as duas cerâmicas.

Por conta da amostra do tipo de fratura coesiva ter apresentado apenas 12 observações, estas foram desconsiderados da análise de comparação entre os modos de fratura e os valores de resistência de união. Por conseguinte, um teste-t de Student foi utilizado para detectar diferenças entre os valores de adesão de acordo com os tipos de fratura (A e M) apresentados. O teste-t de Student detectou diferenças estatisticamente significativas entre os grupos ($p < 0,001$), de acordo com a tabela 9. O Gráfico 4 apresenta a porcentagem total dos modos de fratura Adesivo, Misto e Coesivo para os grupos EE e E2.

Tabela 9. Dados estatísticos do confronto entre os valores das fraturas Adesivas e Mistas de todos os grupos

Tipo Fratura	n	Média*	DP	EP	IC (95%)
Adesiva	141	58,4	11,8 ^b	0,99	56,5 - 60,4
Mista	207	72,9	9,9 ^a	0,69	71,6 - 74,3

*SD: Desvio Padrão; EP: Erro Padrão; IC: Intervalo de Confiança de 95%; FA: Falha Adesiva; FM: Falha Mista; FC: Falha Coesiva. *MPa.
Letras iguais indicam ausência de diferenças significativas ($\alpha=0.05$).*

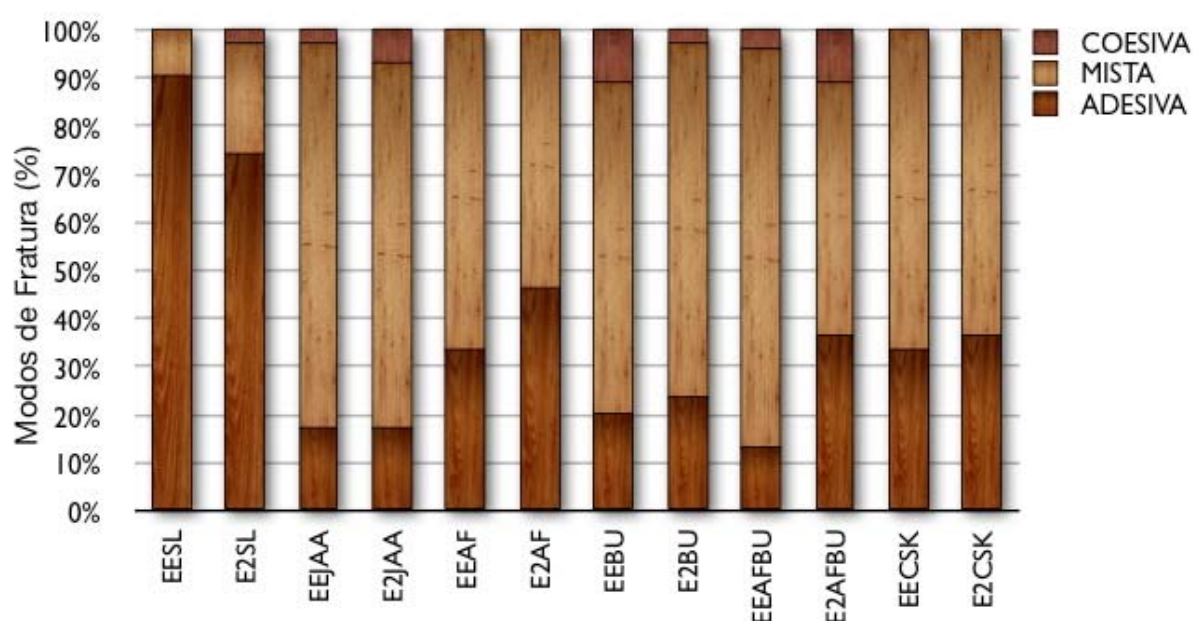
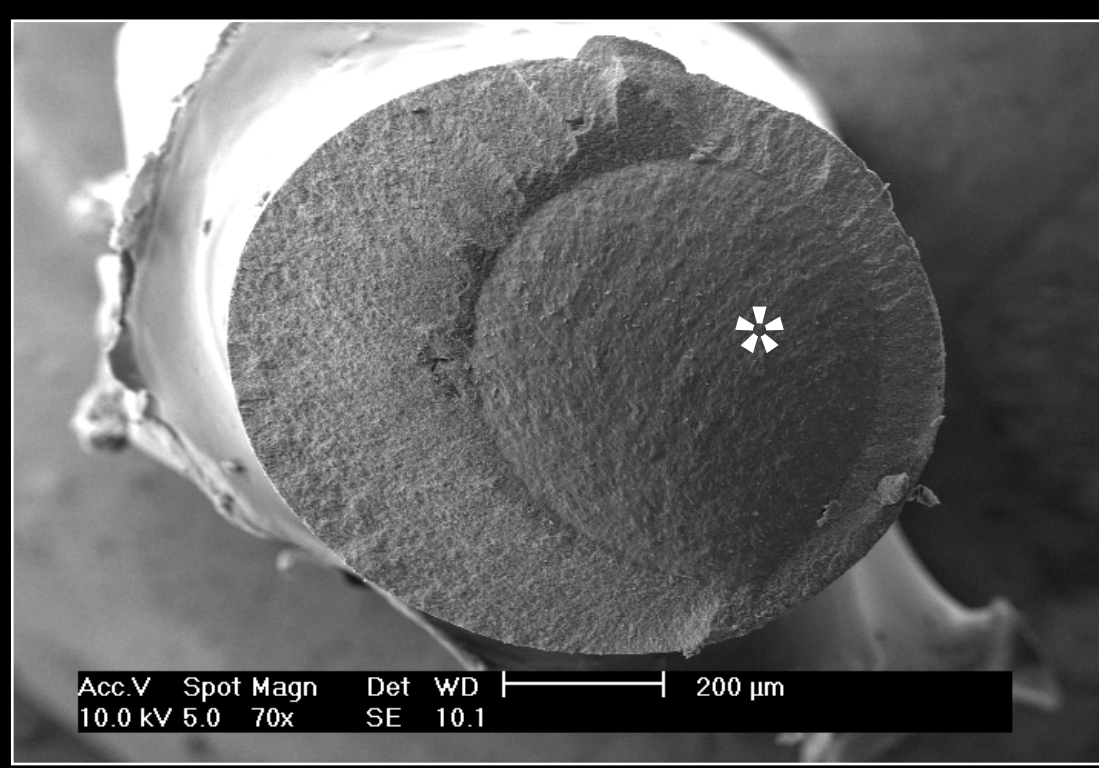
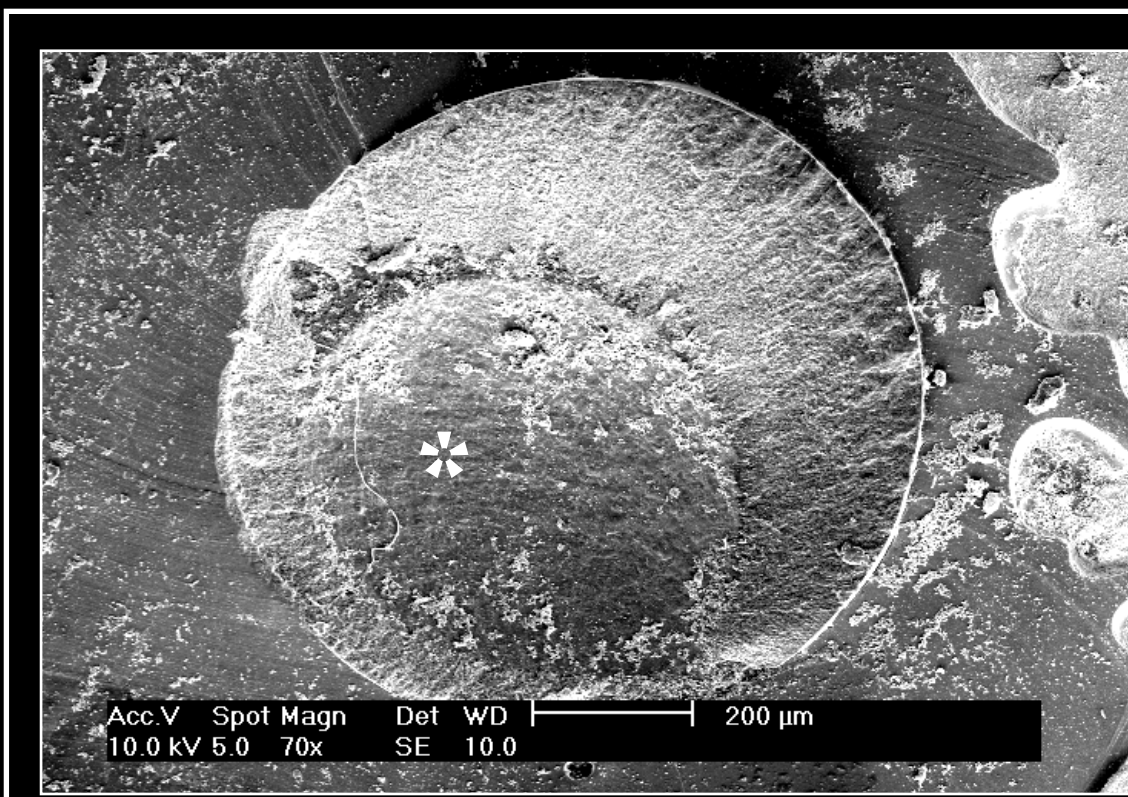
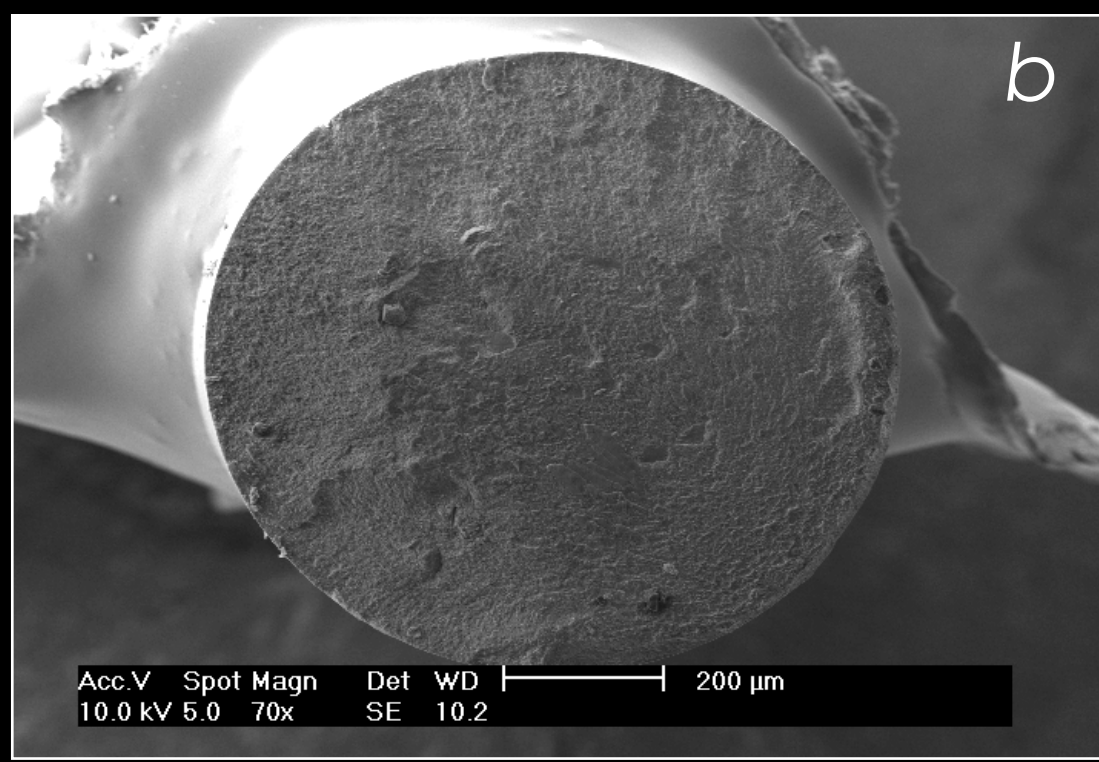
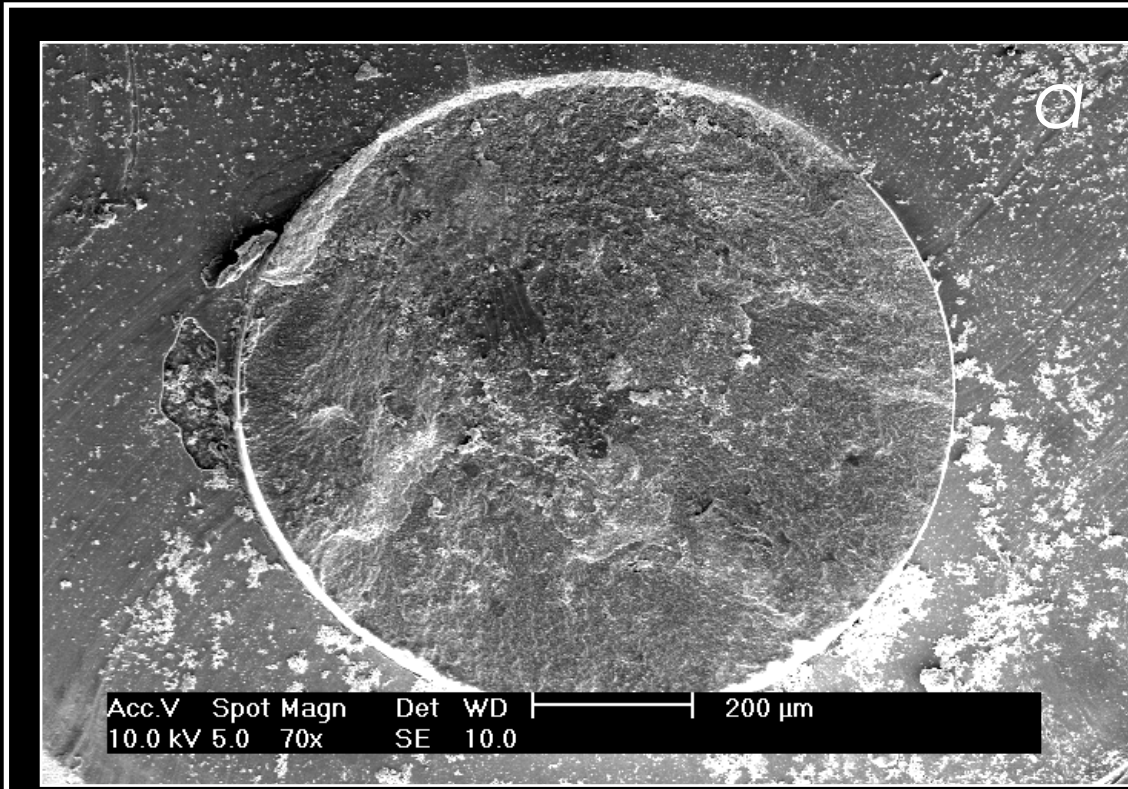
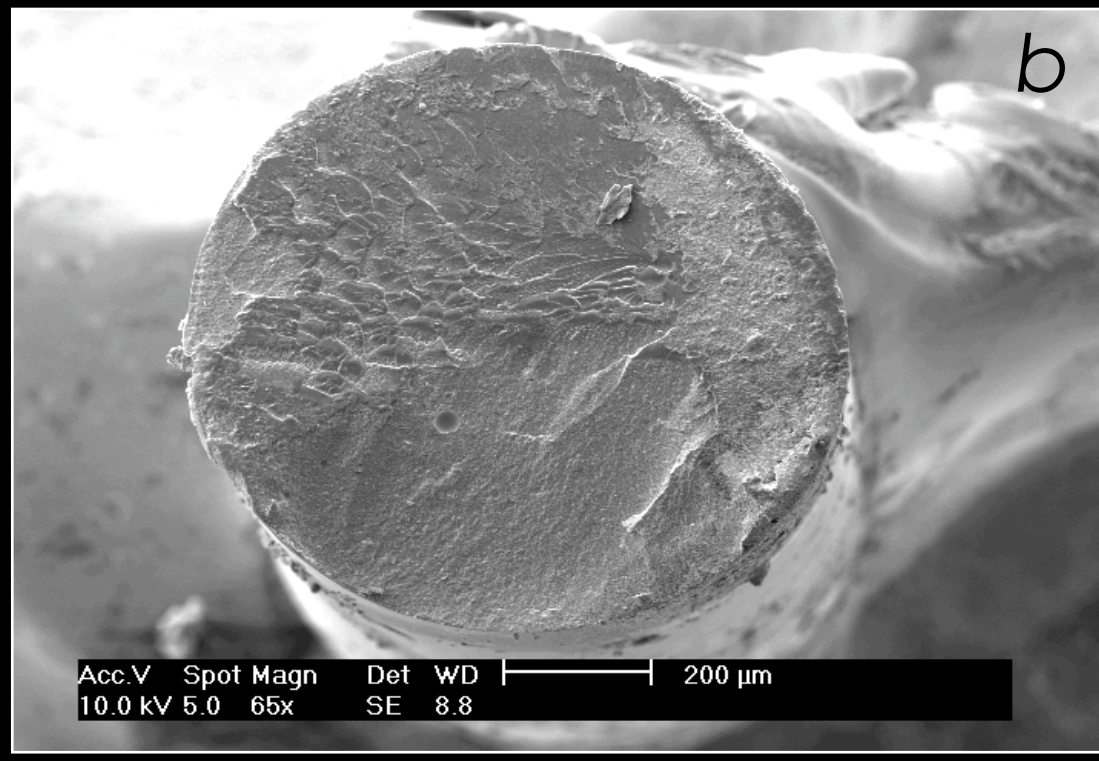
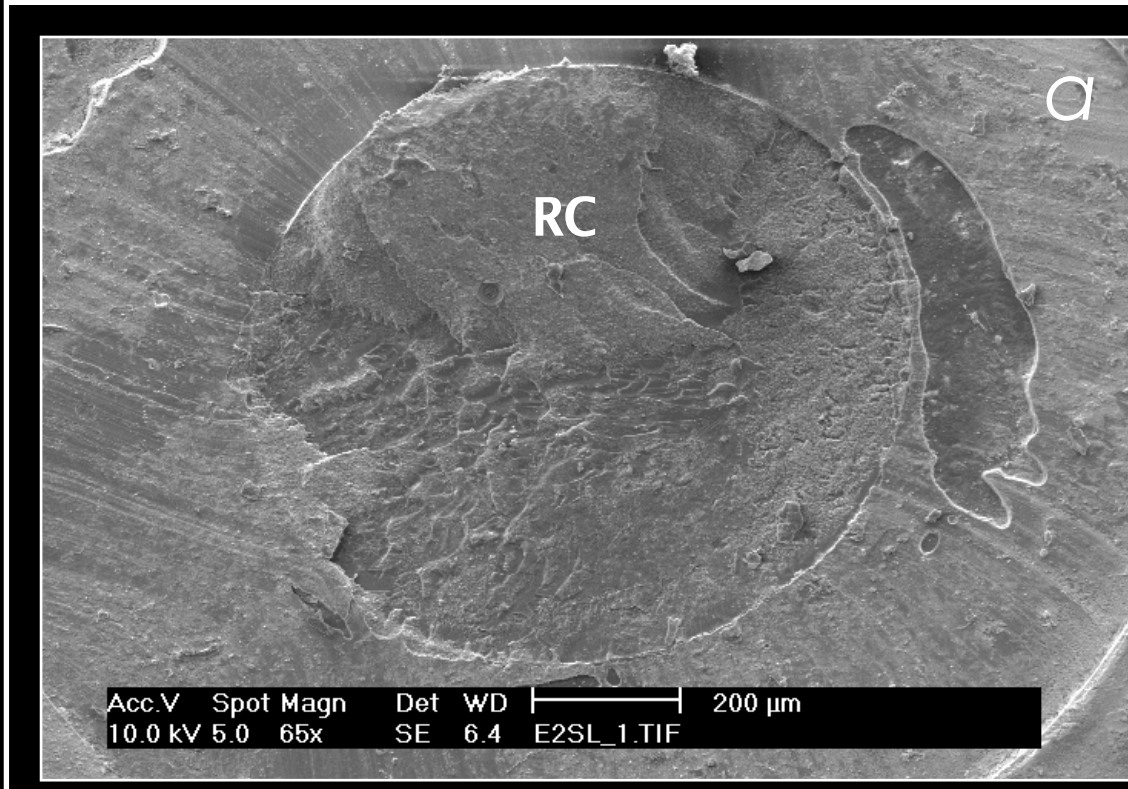
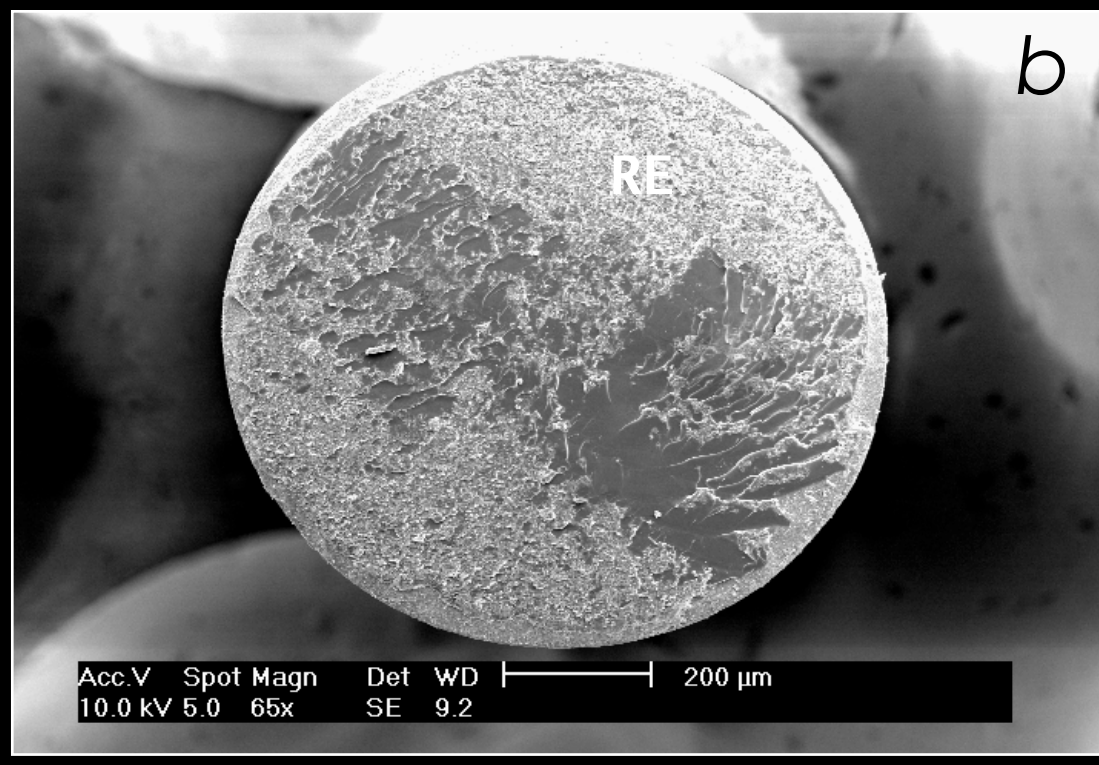
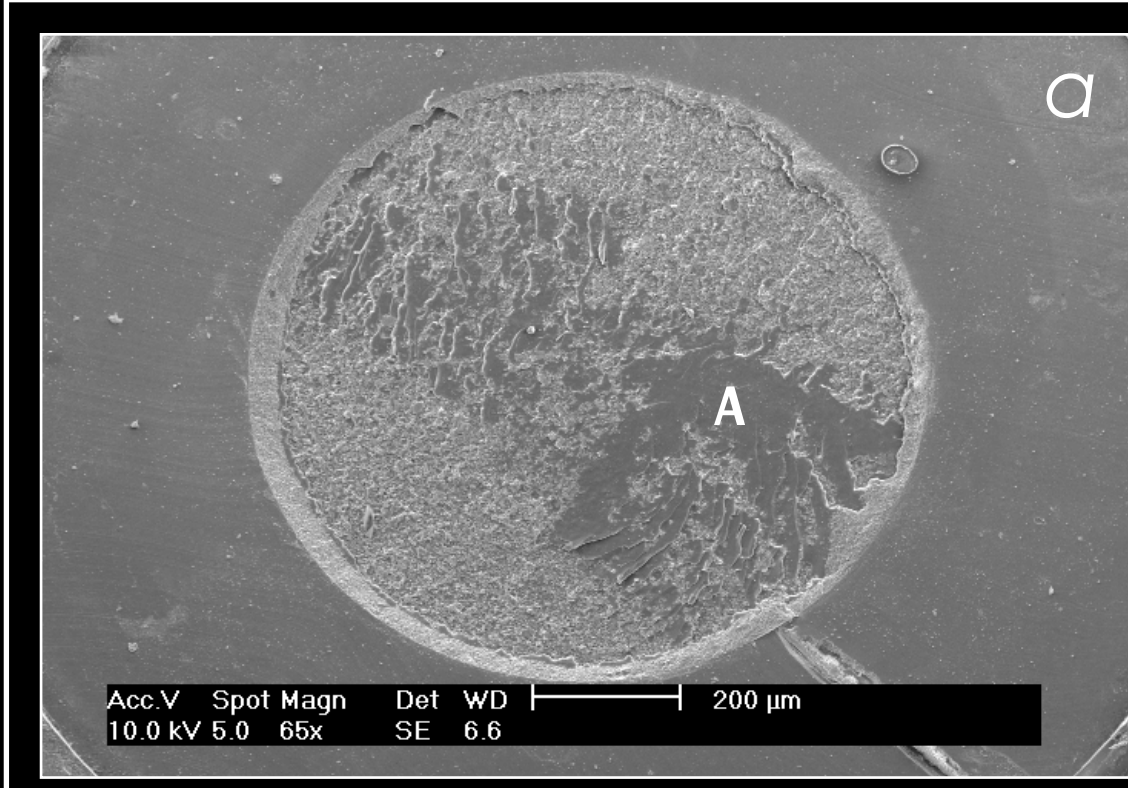


Gráfico 4. Percentagens dos tipos de fratura combinados dos grupos EE e E2.

As fotomicrografias obtidas no MEV para os modos de fratura representativos para cada subgrupo das cerâmicas EE e E2 são ilustradas nas Figuras 67 -77 e 80- 86.



EESL

EEAFBU

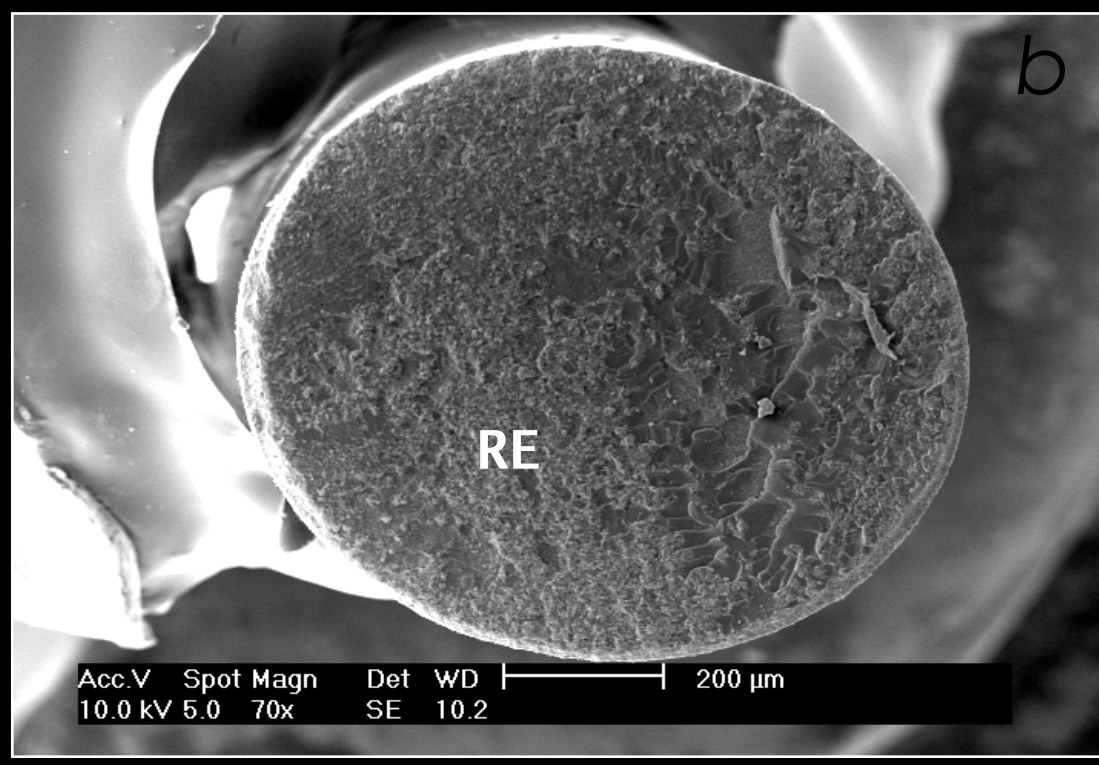
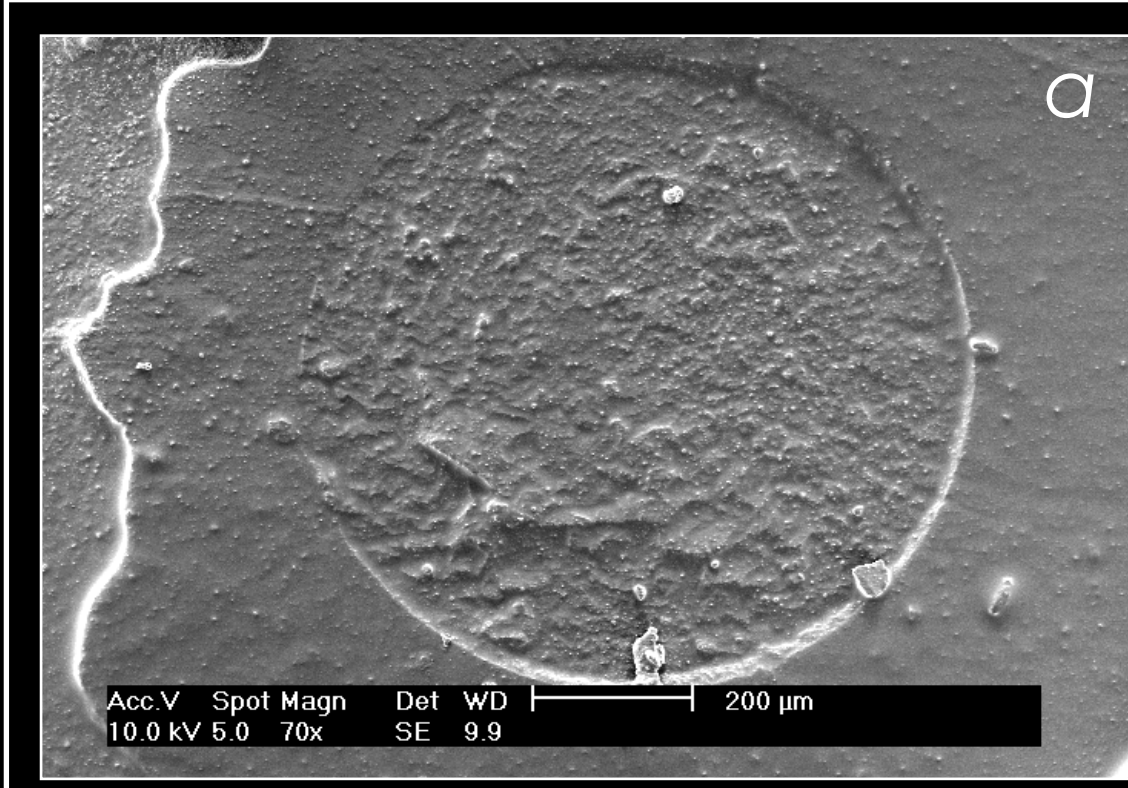
EEAF

EEJAA

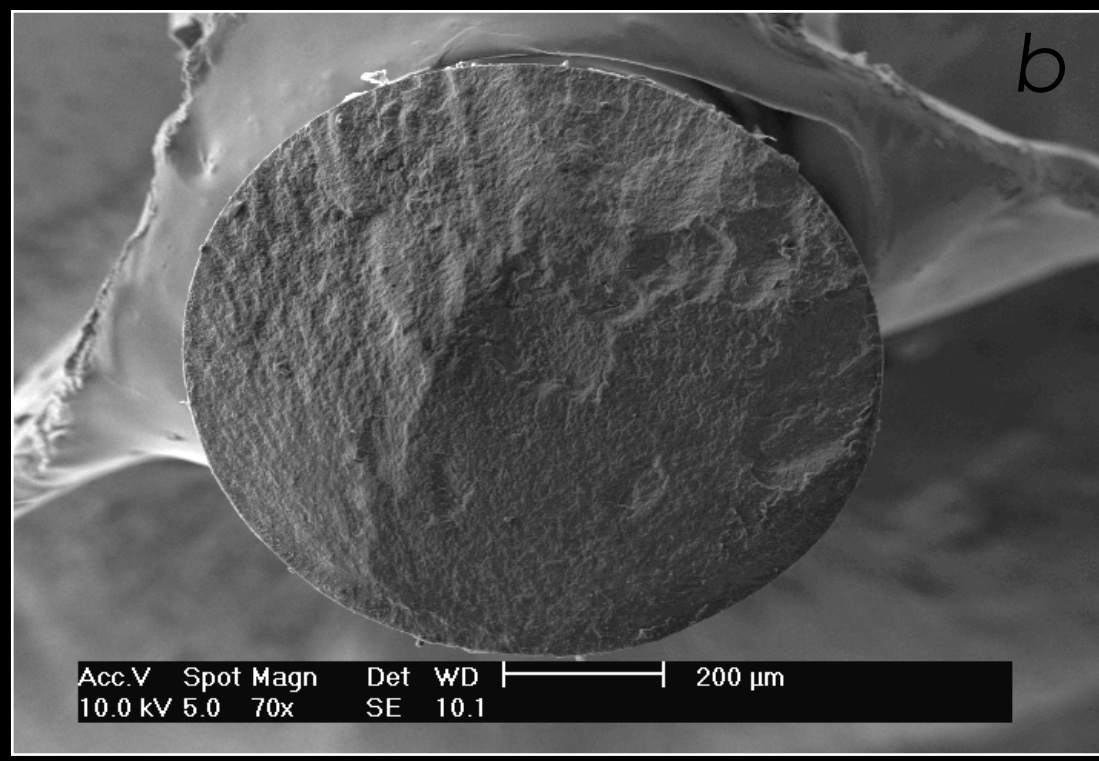
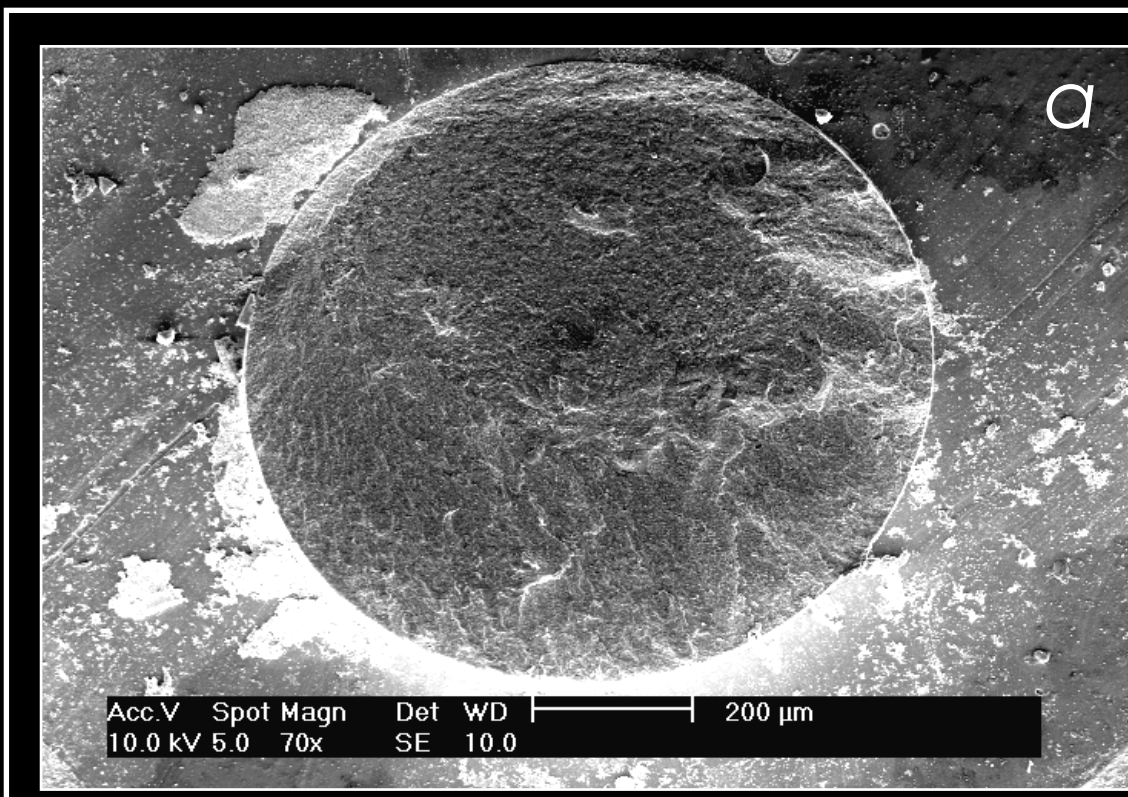
Figura 67. Falha adesiva de um espécime do grupo EESL. É possível observar a presença de resíduos (RE) e de falha coesiva da película adesiva (A).

Figuras 68 e 69. Falha do tipo mista entre adesivo/cerâmica e resina composta (RC).

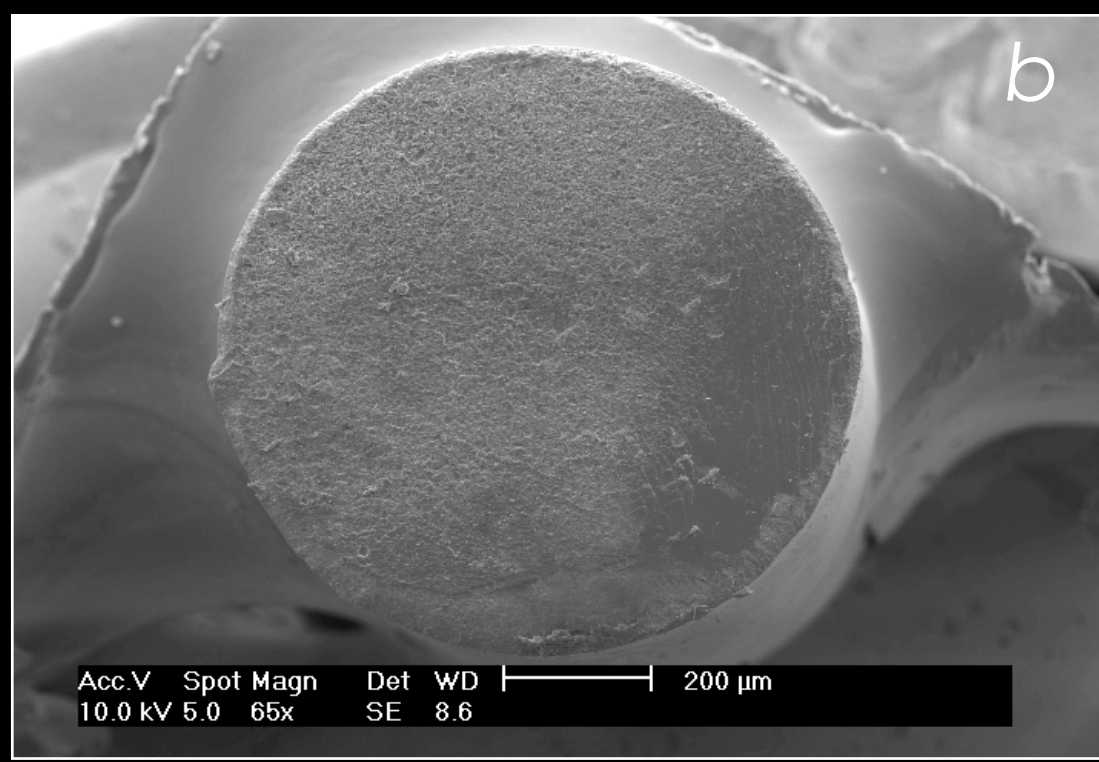
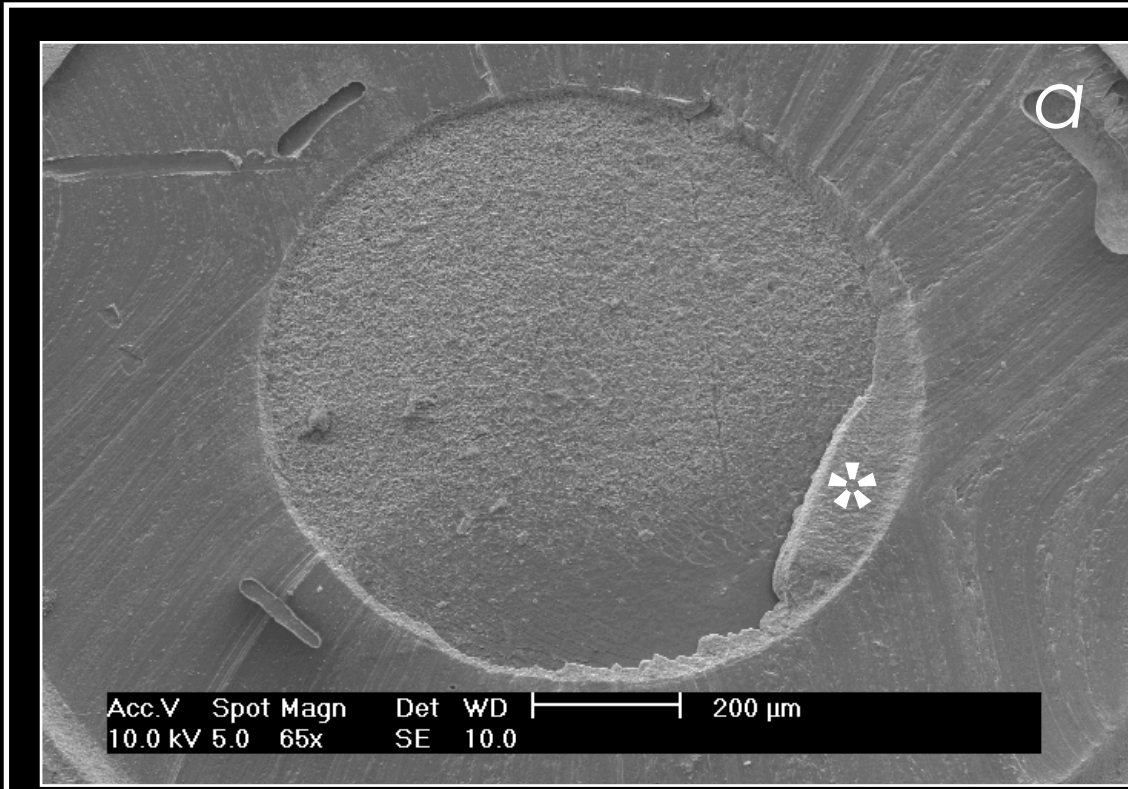
Figura 70. Falha mista entre resina composta, adesivo e cerâmica (asterisco). Contaminação na superfície da cerâmica é visível (a).



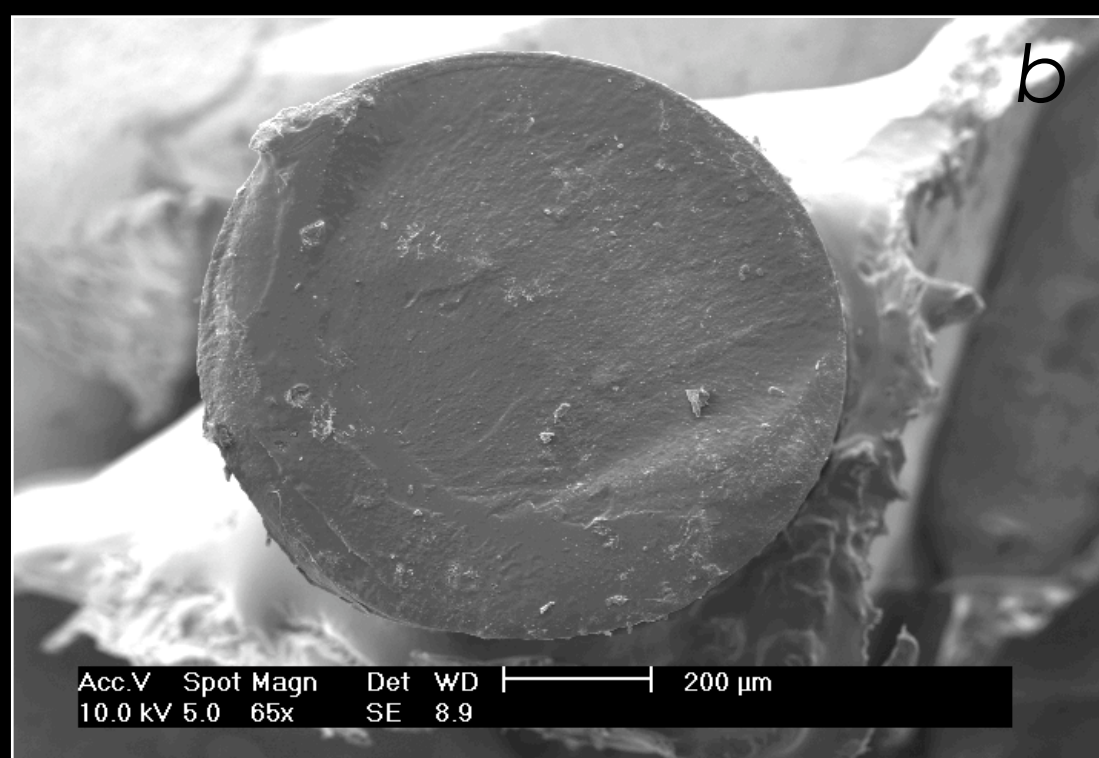
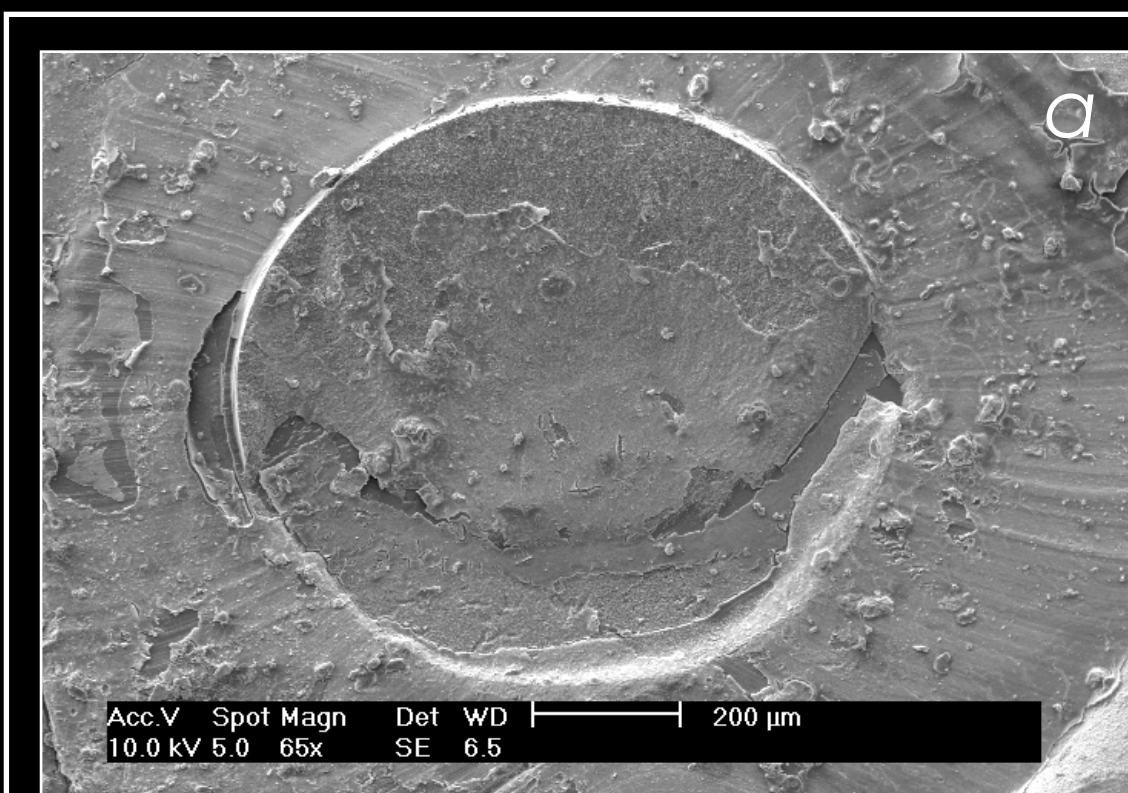
EEC SK



EE BU



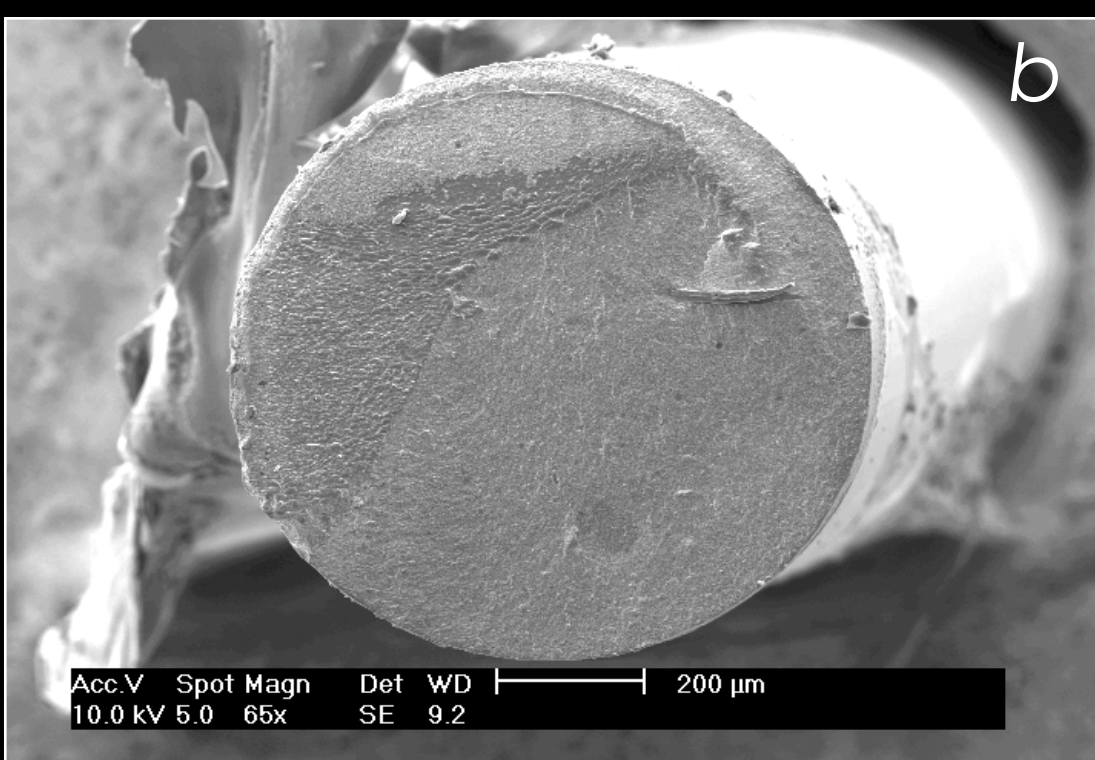
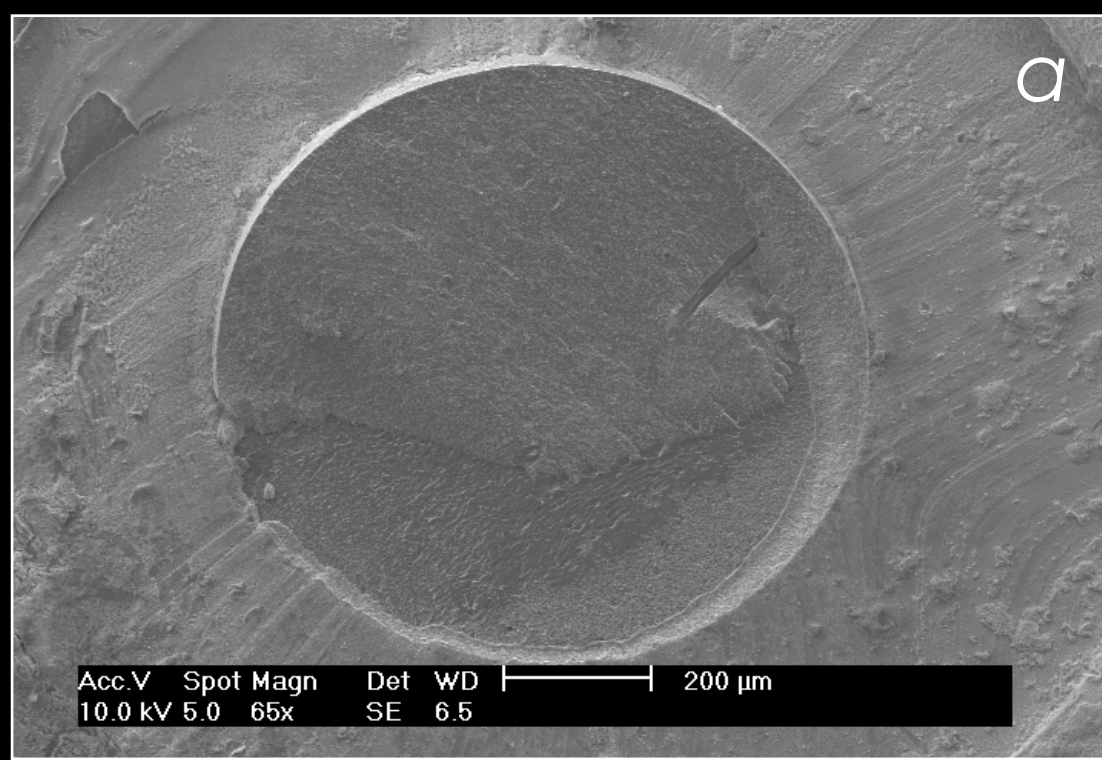
E2 SL



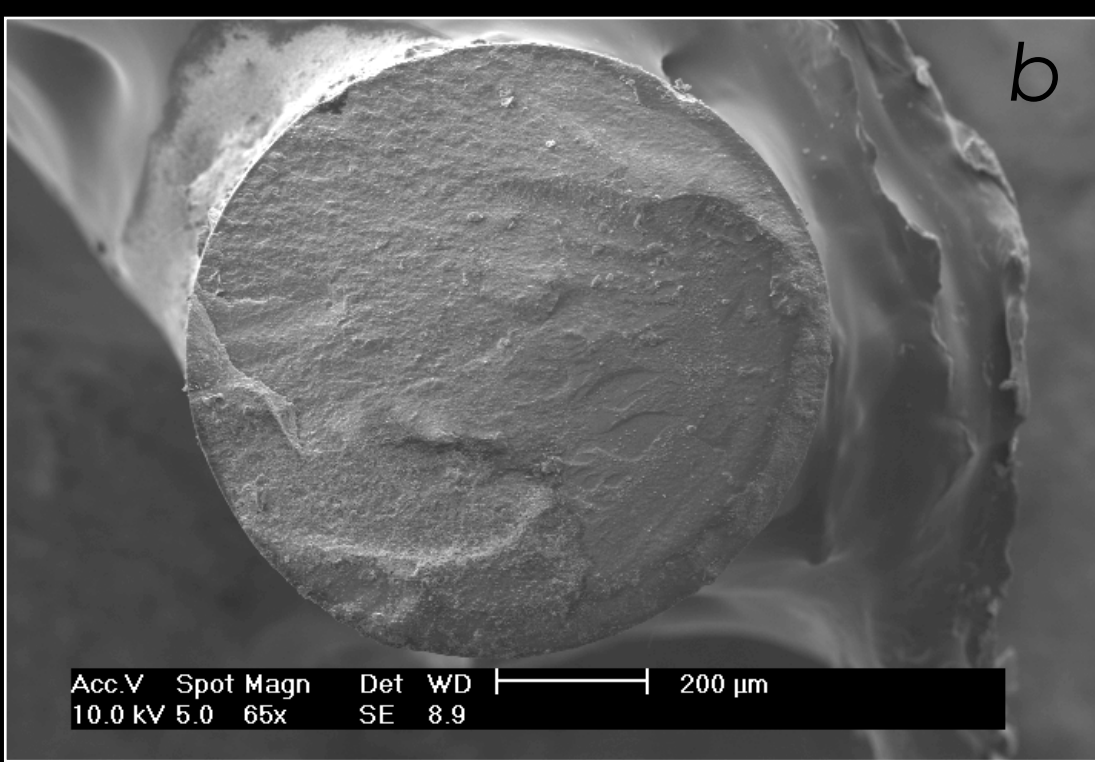
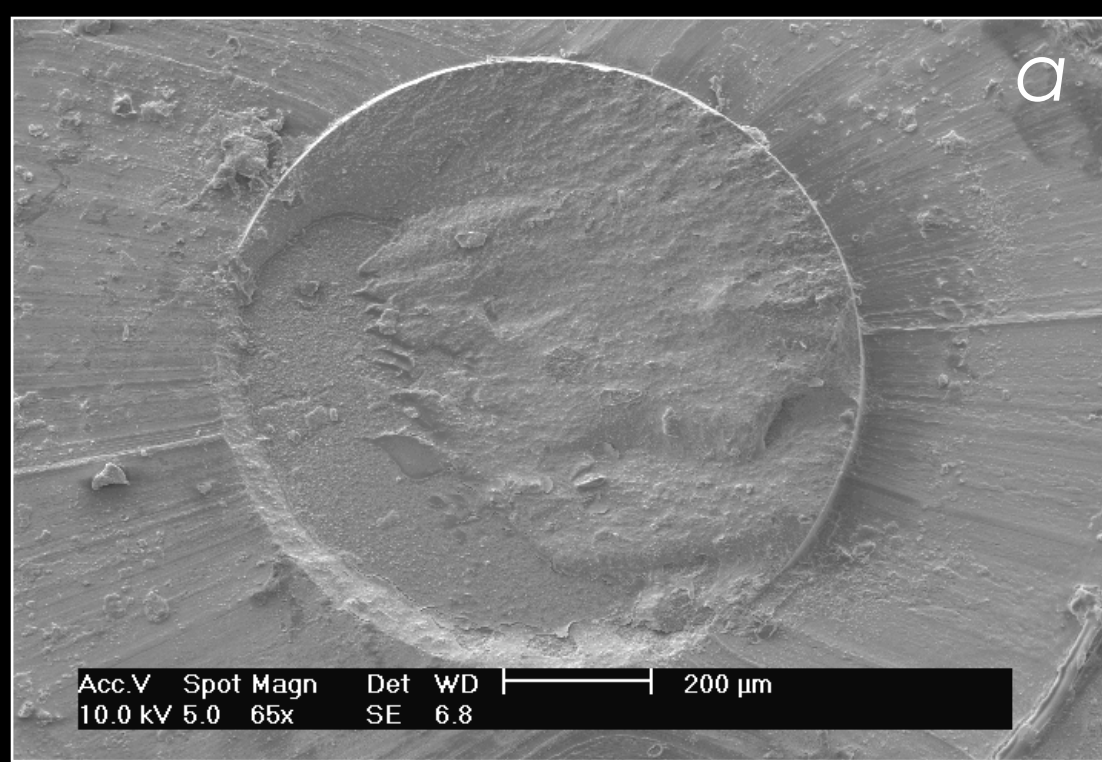
E2 AF BU

Figura 71. Falha adesiva de um espécime do grupo EEC SK. A falha ocorreu através da película adesiva expondo uma camada espessa de resíduos (RE) aderidos à resina composta (b).
 Figura 72. Fratura mista de um espécime do grupo EE BU.
 Figura 73. Falha adesiva entre o a cerâmica e a camada adesiva de um espécime do grupo E2 SL. (b) Asterisco: porção de adesivo permaneceu aderido à cerâmica.
 Figura 74. Falha mista em um espécime do grupo E2 AF BU.

75

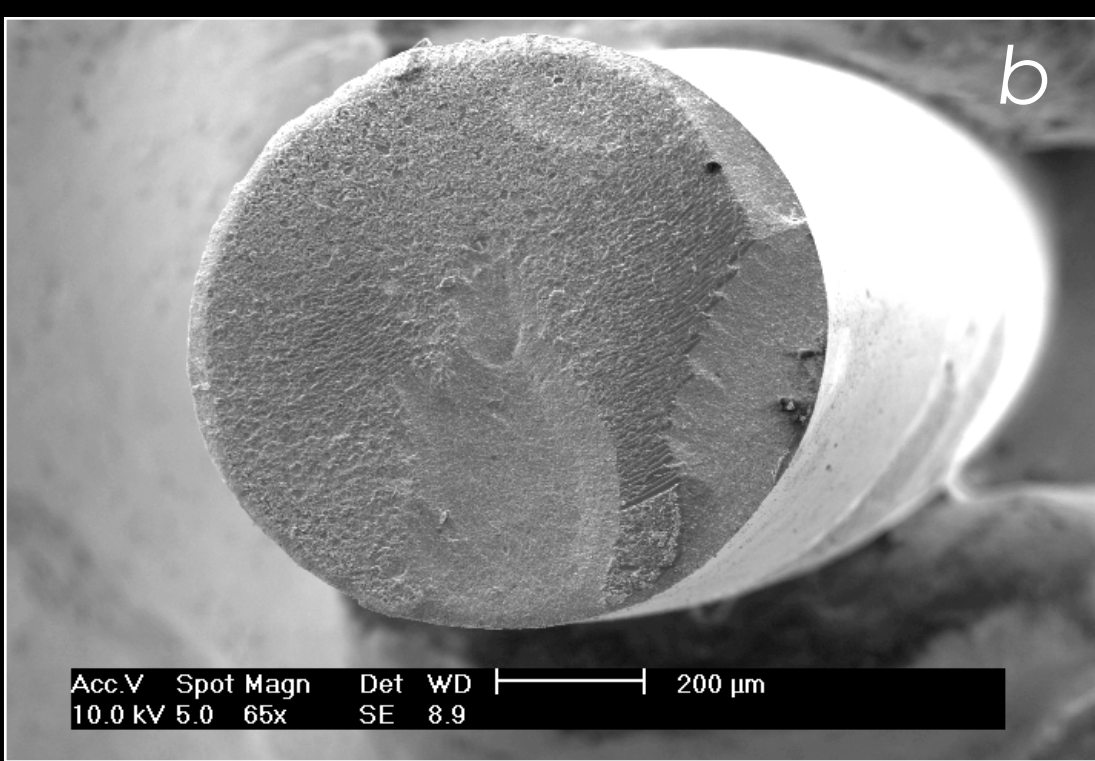
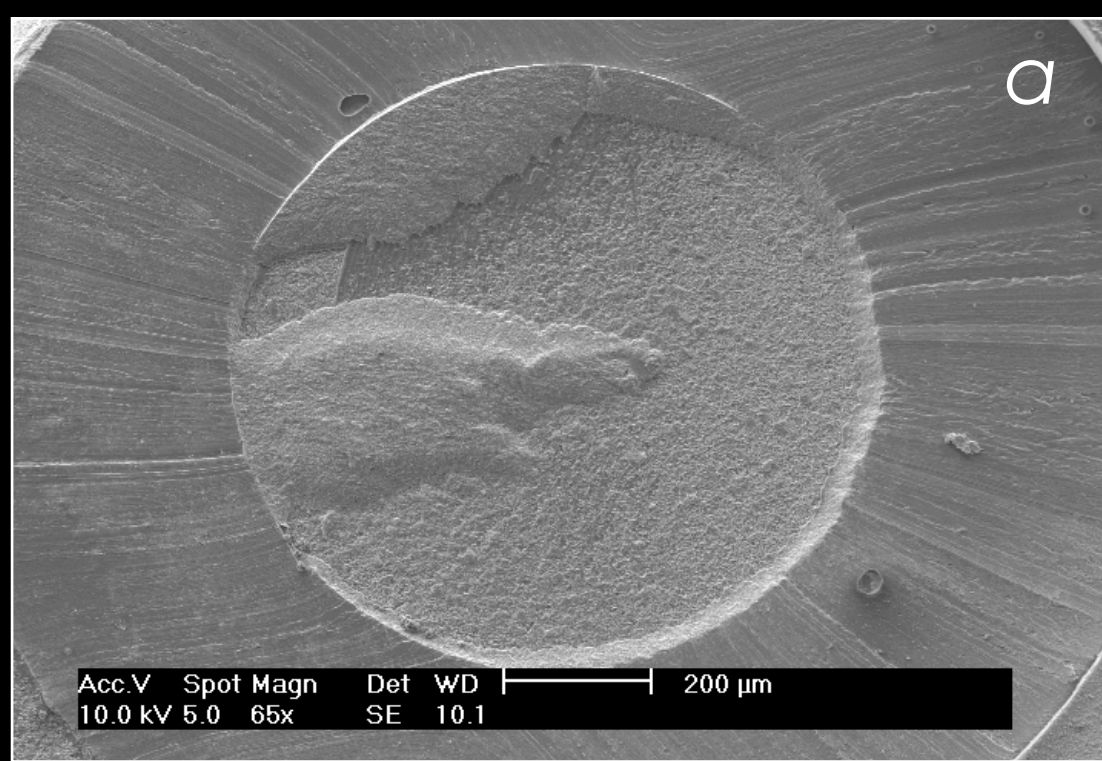


E2AF

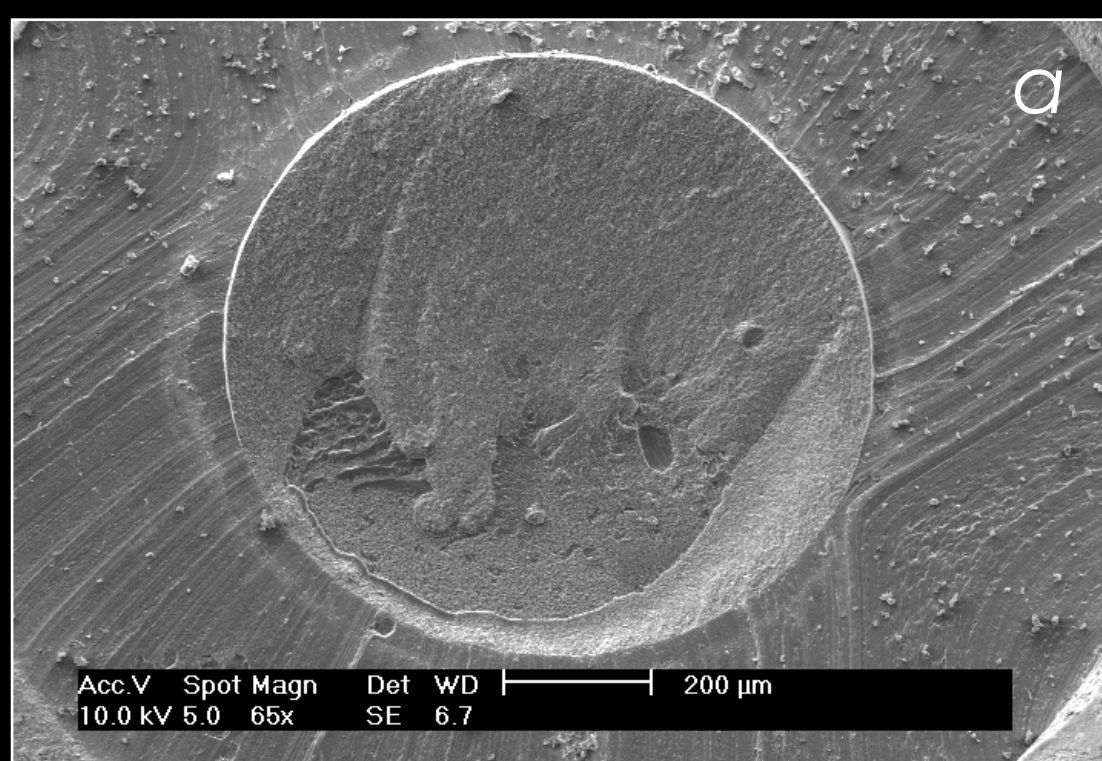


E2JAA

77



E2CSK



E2BU

78

Figuras 75 a 78. Espécimes de resina composta que foram aderidos à cerâmica IPS Empress 2 e sofreram fratura do tipo mista. As falhas iniciaram na interface adesivo/cerâmica e propagaram-se através da camada adesiva em direção ao corpo da resina composta.

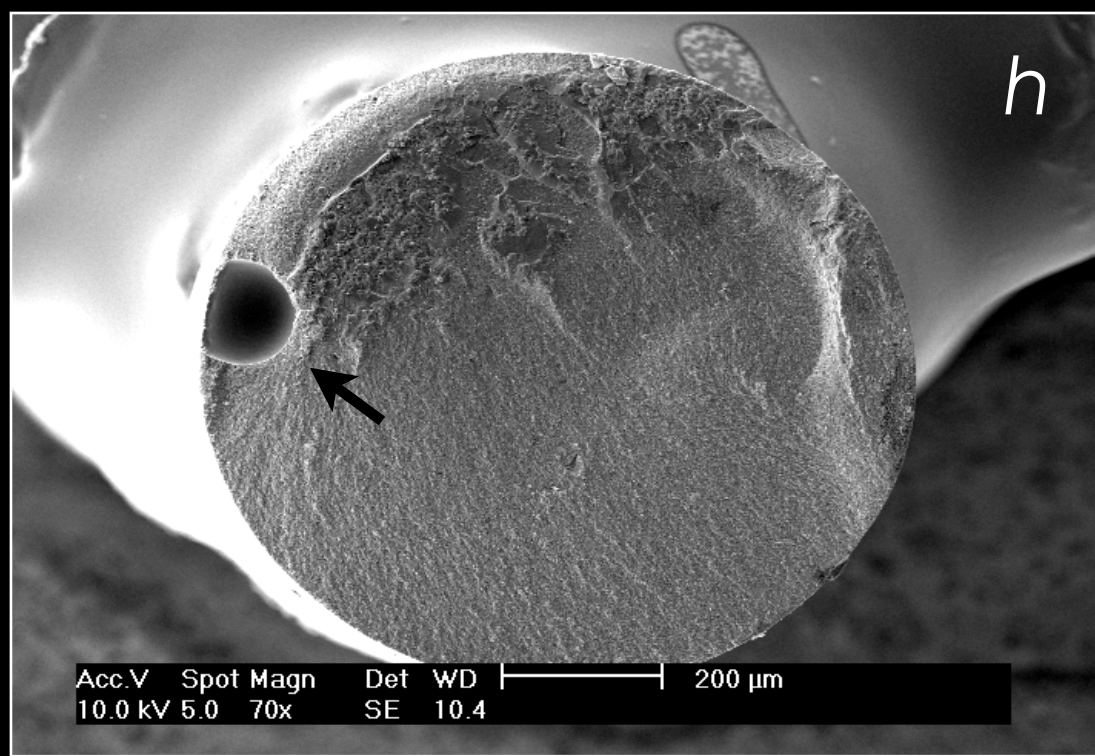
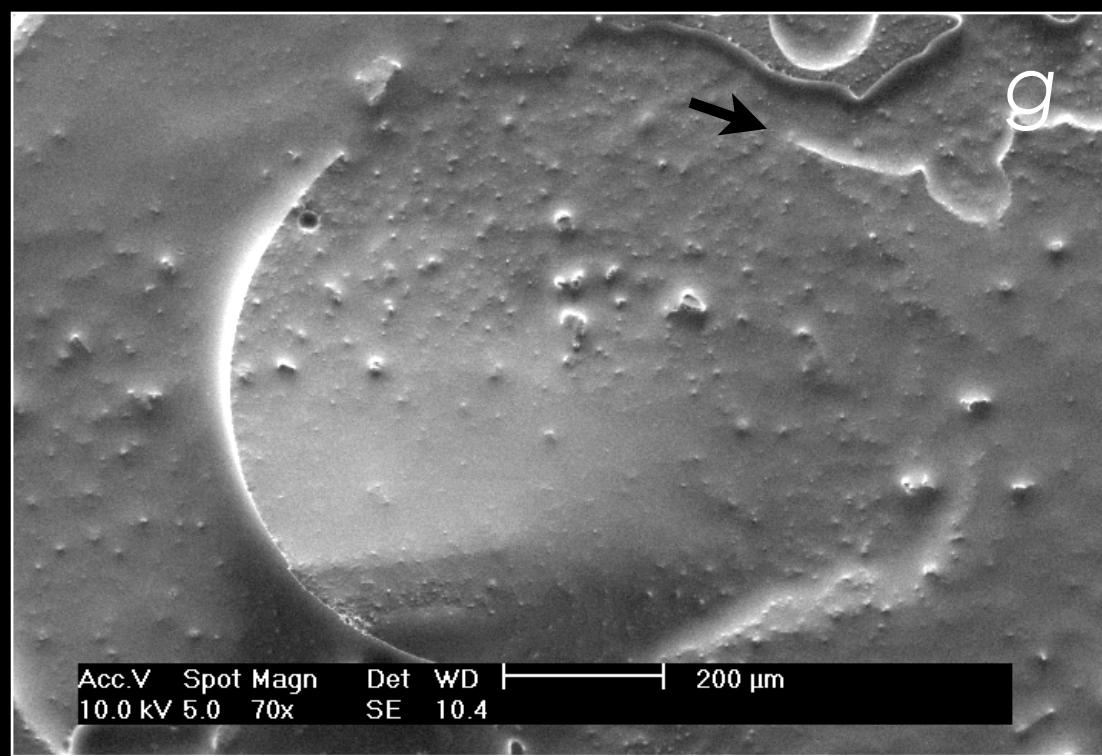
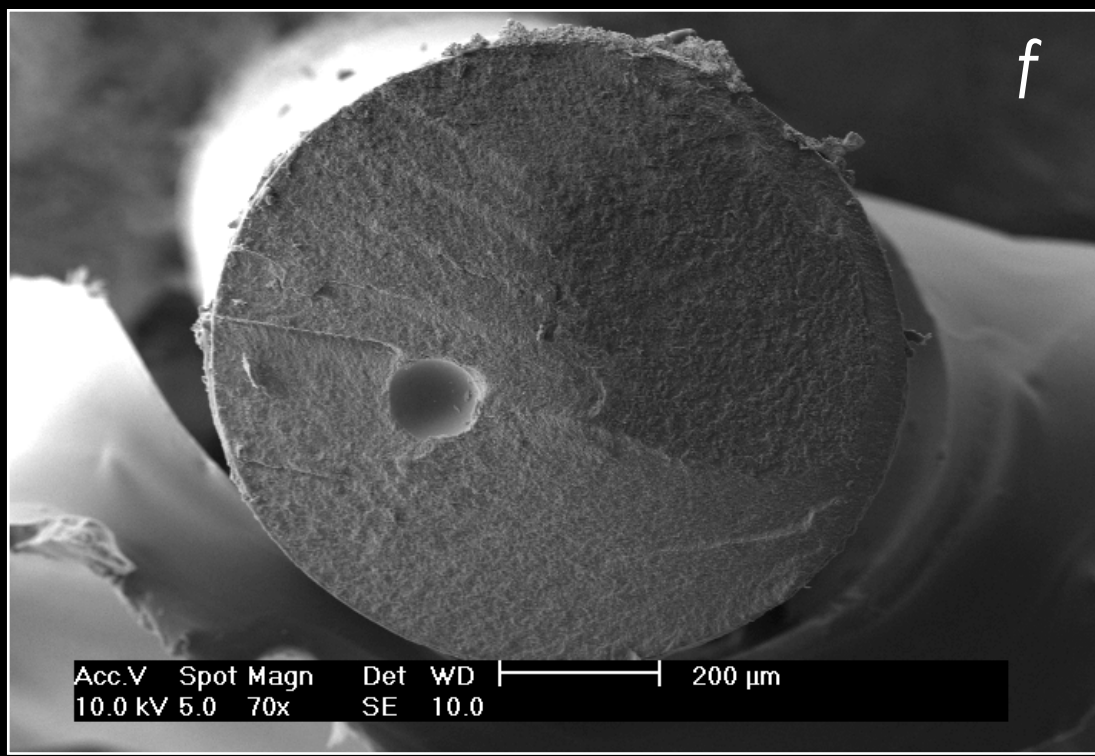
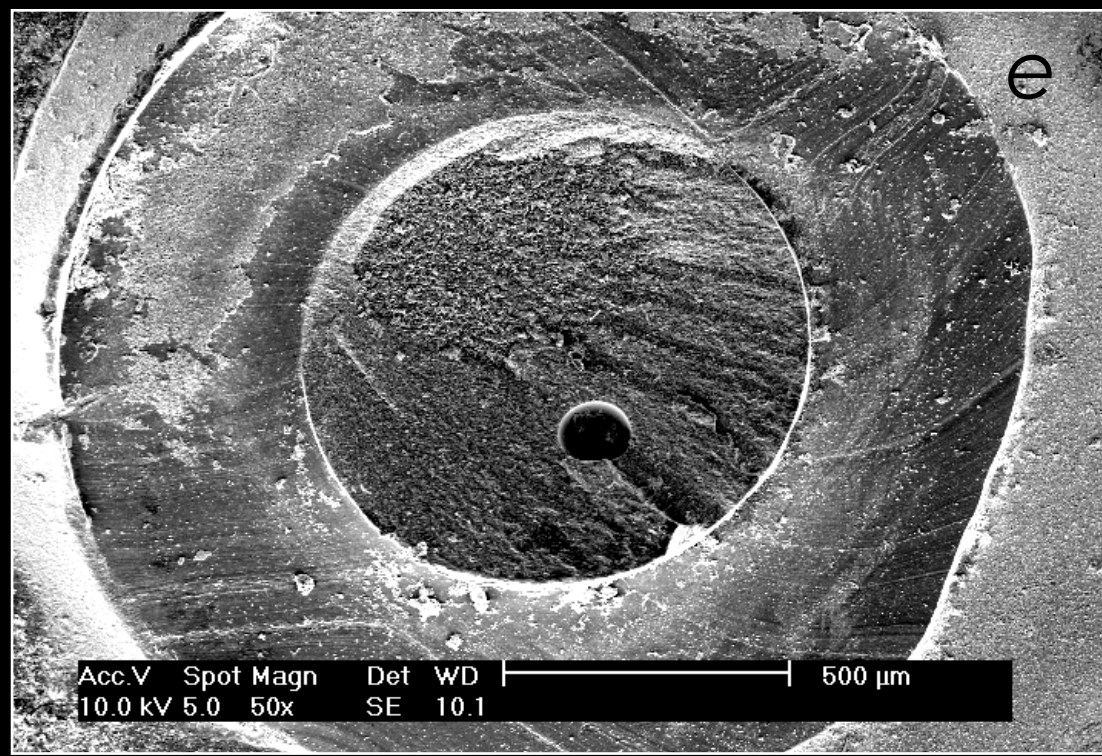
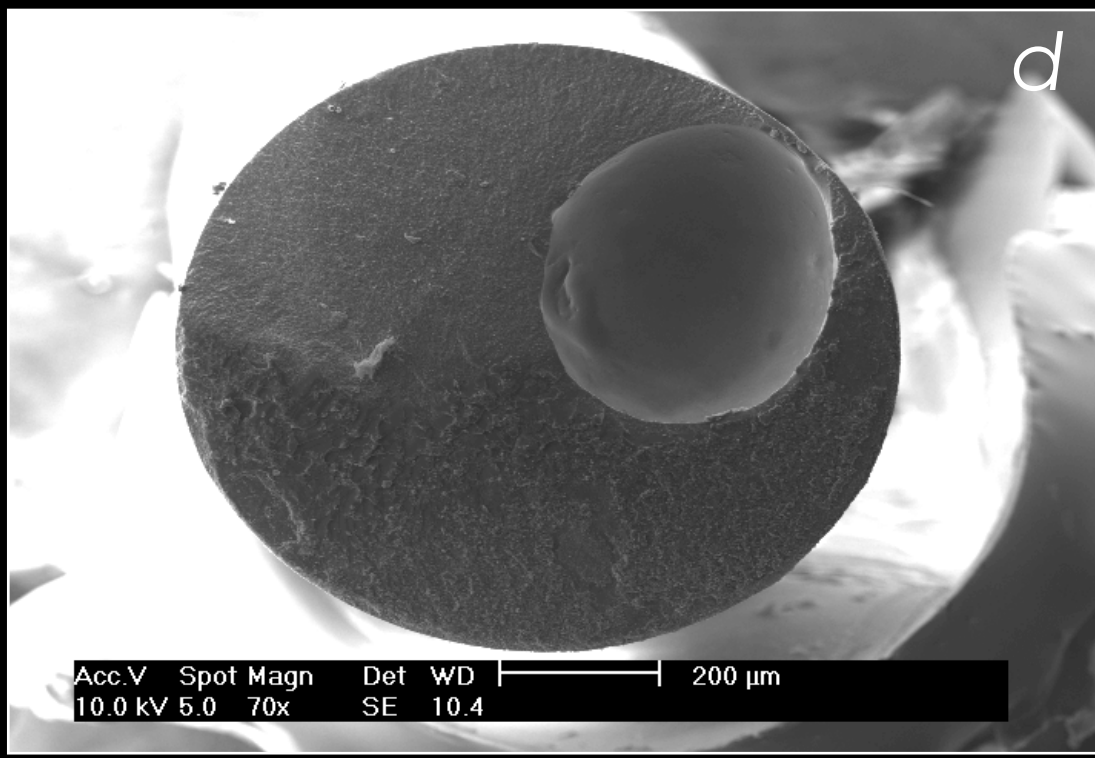
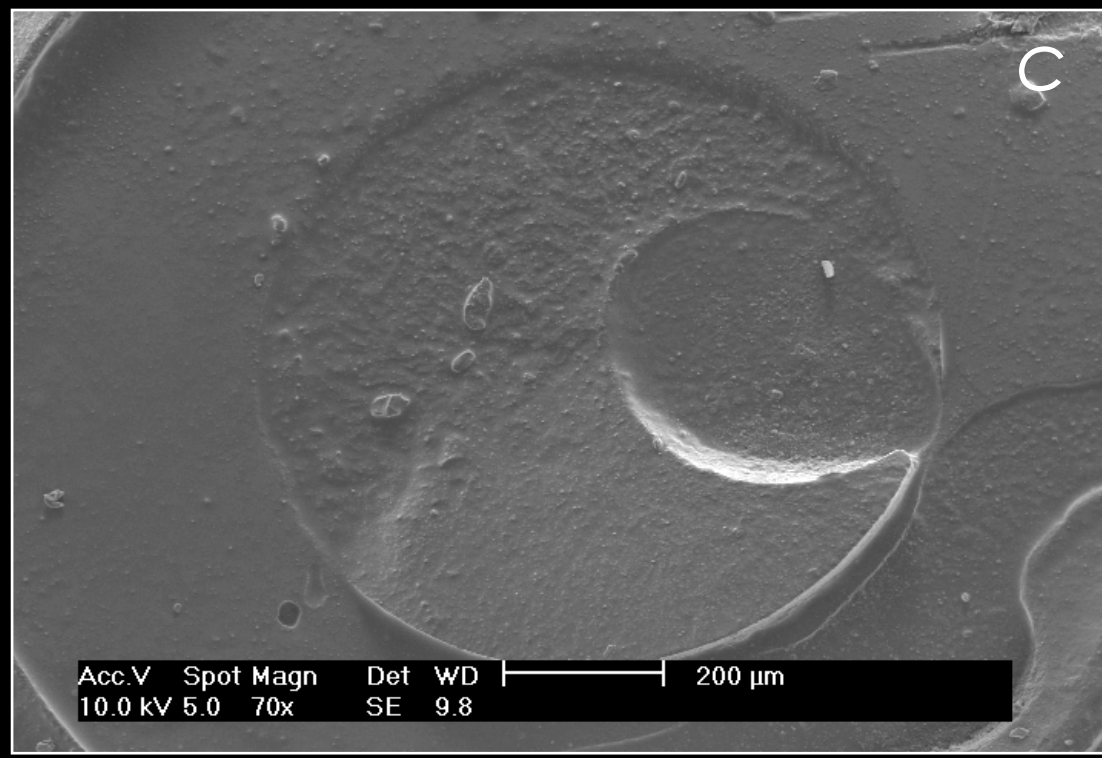
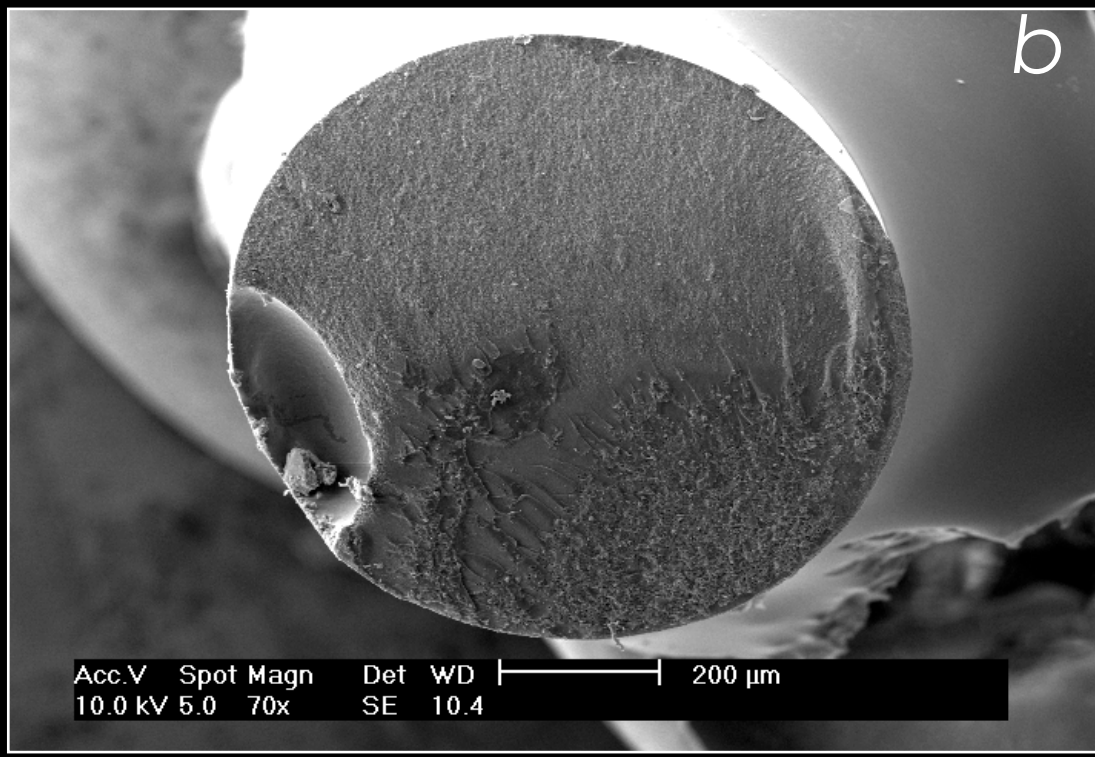
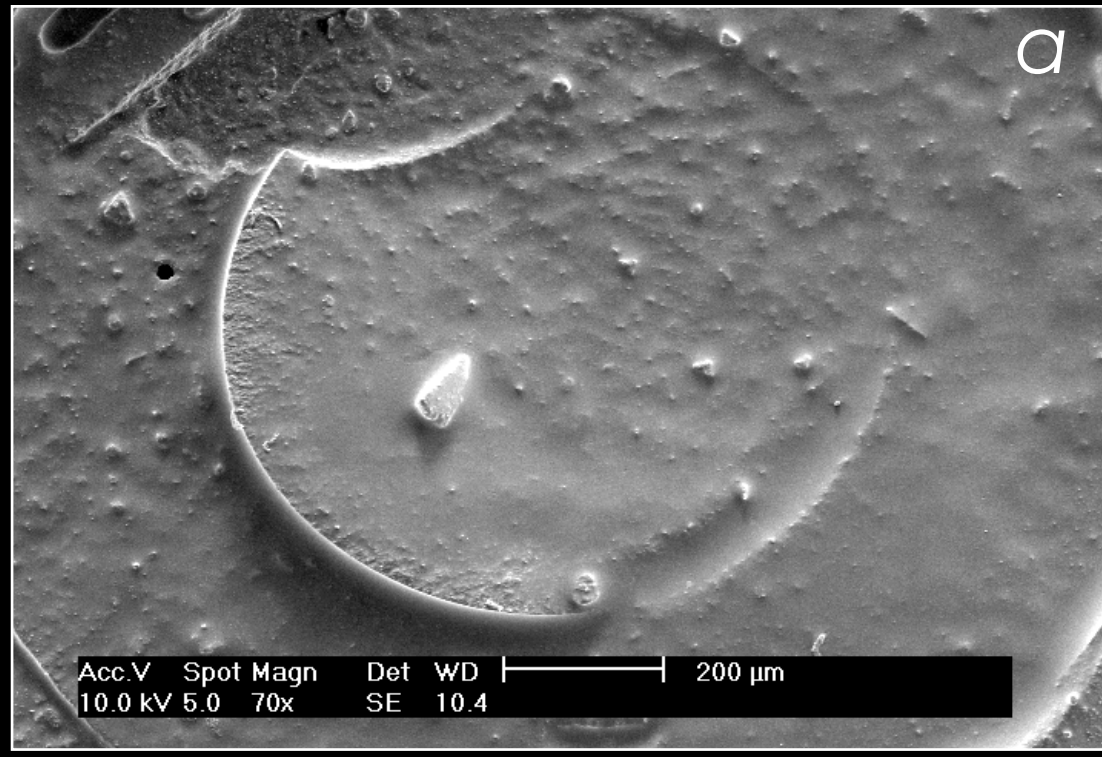


Figura 79. Espécimes descartados devido a falhas durante a fabricação. Alguns espécimes apresentaram bolhas de ar entre a resina composta e a parede interna do cilindro de silicone (a, b). Falha no preenchimento dos cilindros com resina resultou em espécimes com bolhas internas (e, f). Durante a posicionamento do cilindro na superfície cerâmica ocorreu o aprisionamento de ar (c, d). Um defeito no cilindro impediu correto selamento durante o procedimento de colagem e permitiu a entrada de ar e a formação de uma bolha (seta) (g, h).

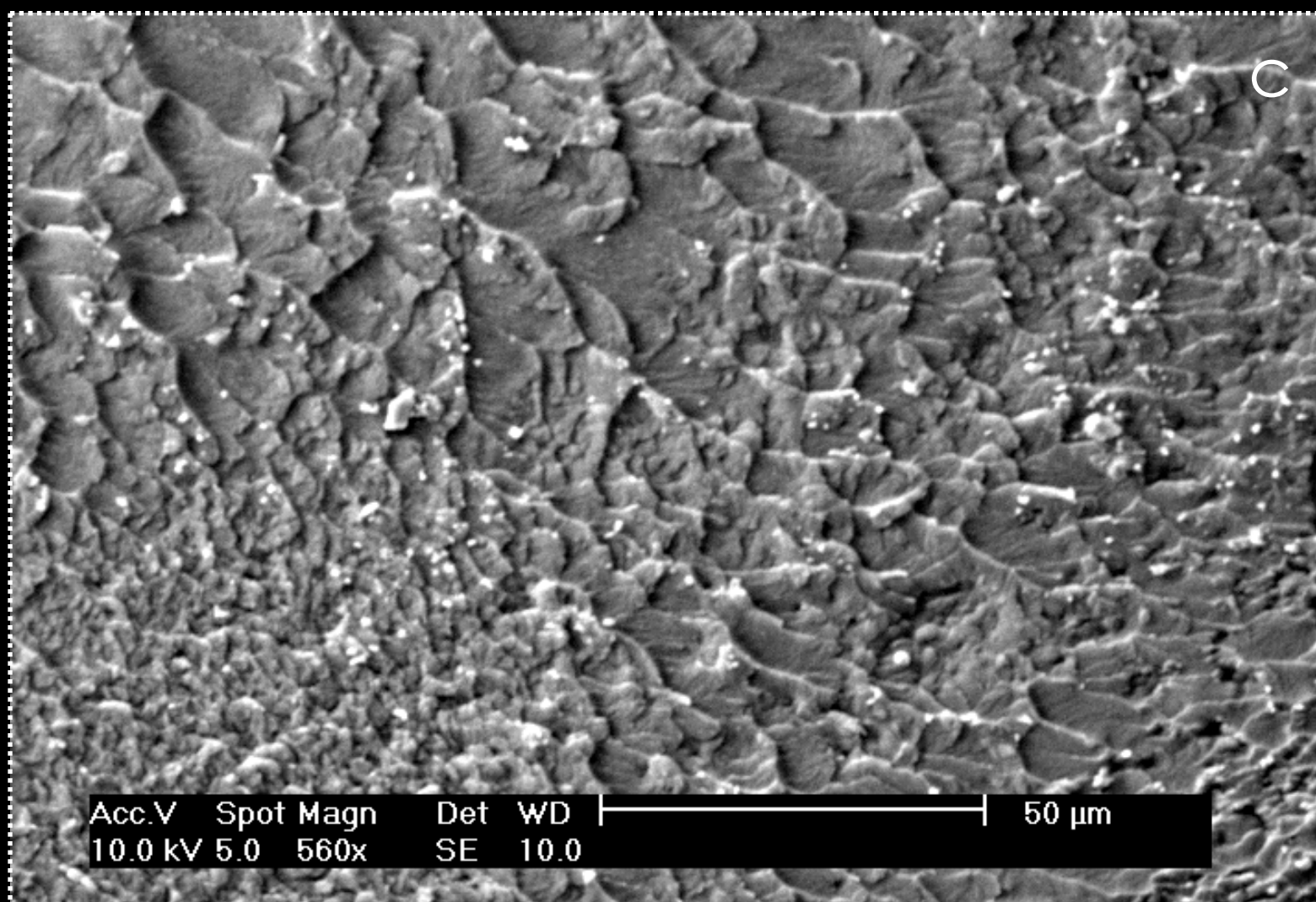
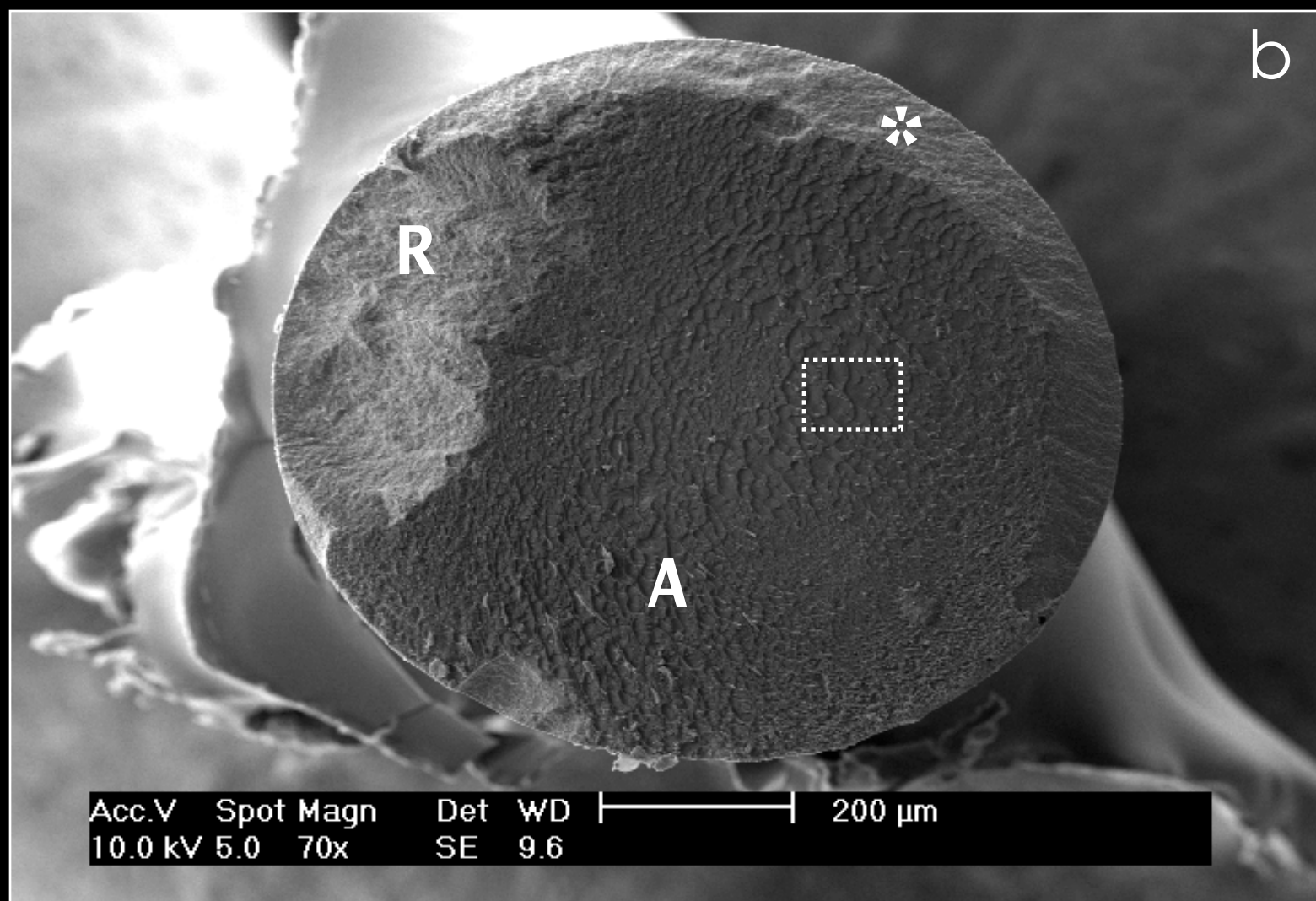
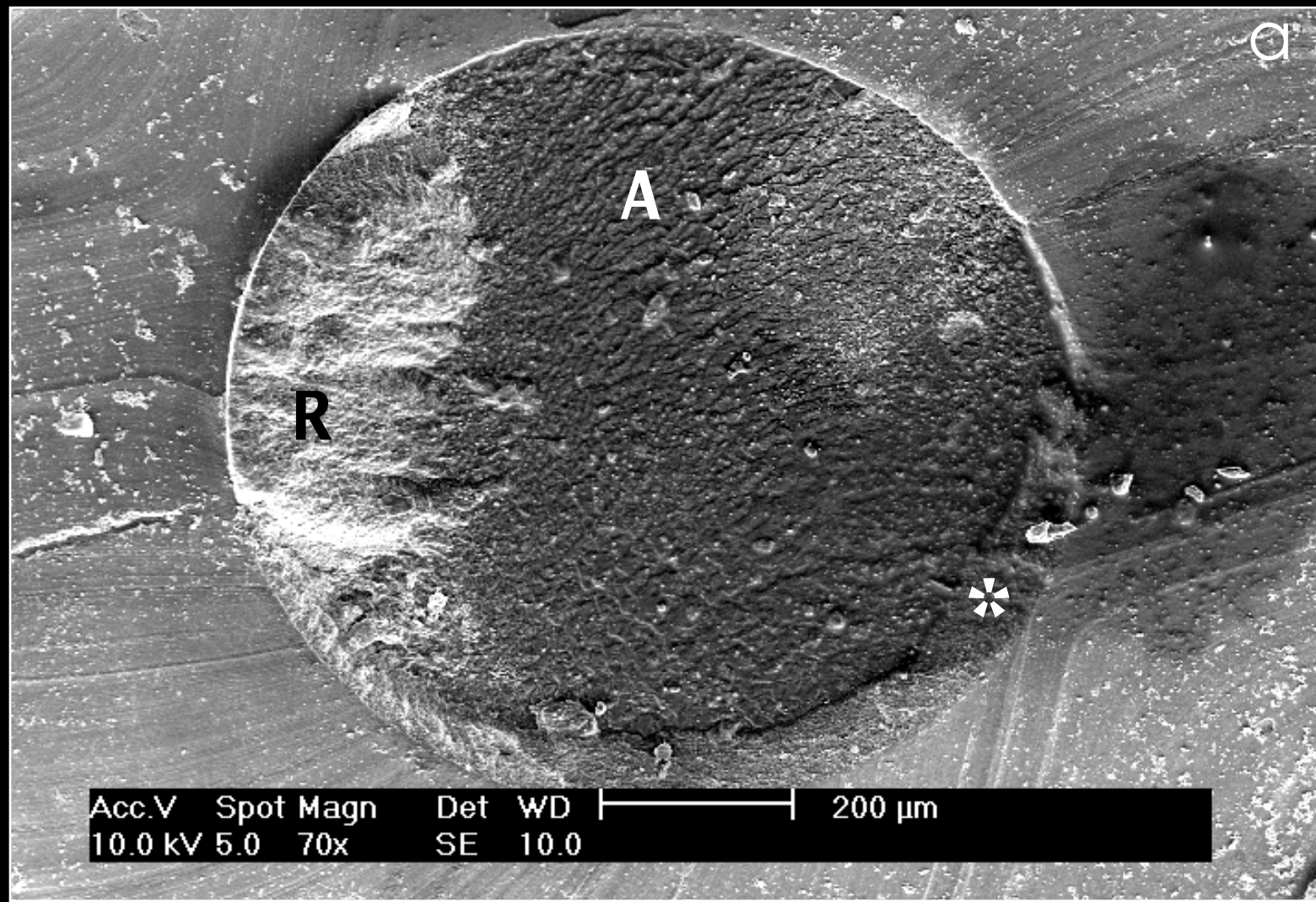


Figura 80. (a; c)Espécime 6 do Grupo E2JAA. Fratura mista na película adesiva (A) e em resina composta (R). Asterisco: Fratura da borda do espécime de resina característico demespécimes com área seccional circular. Quadrado Pontilhado: (c). Padrão de fratura coesiva da película adesiva em maior aumento. Note o aspecto escamoso peculiar.

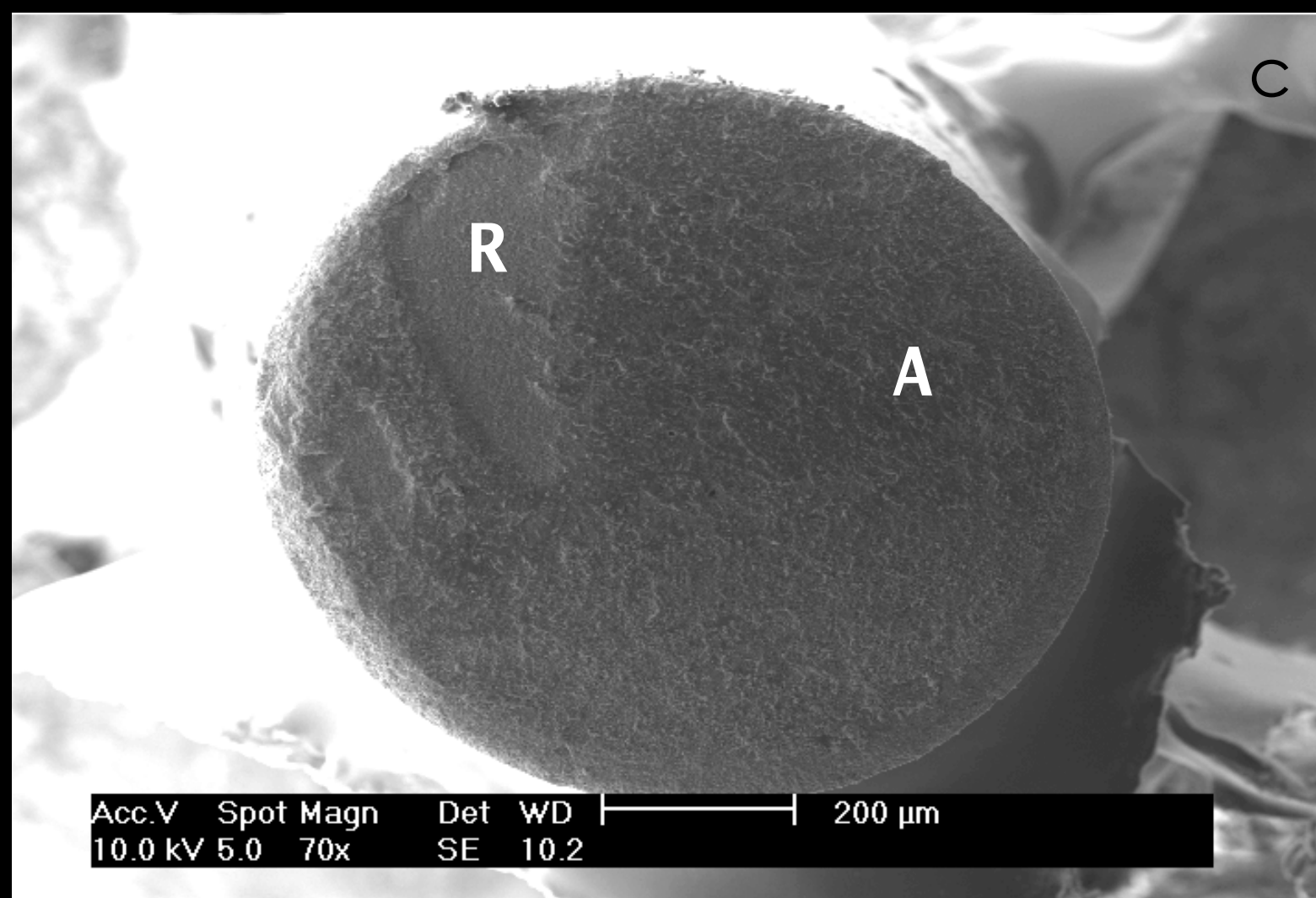
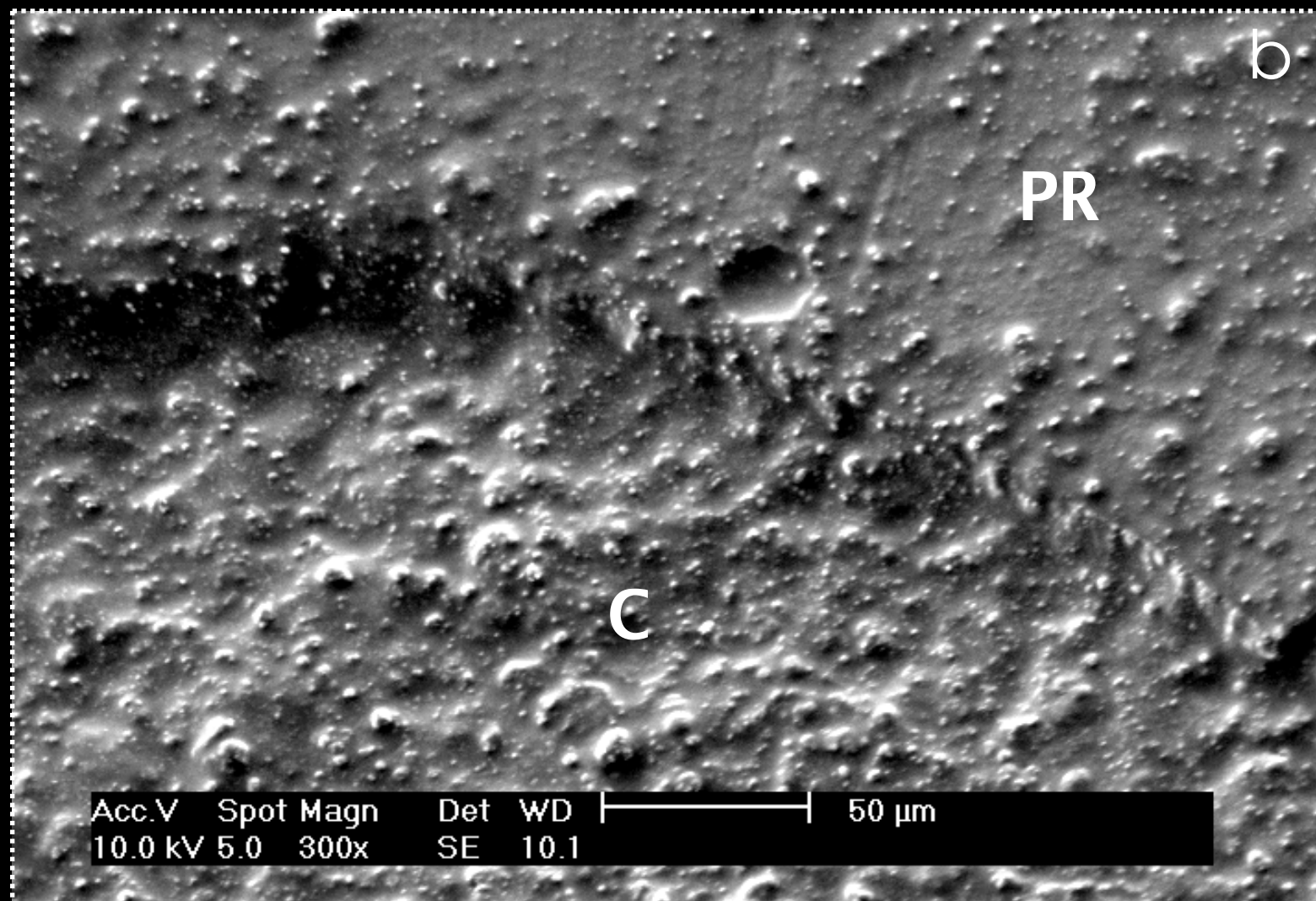
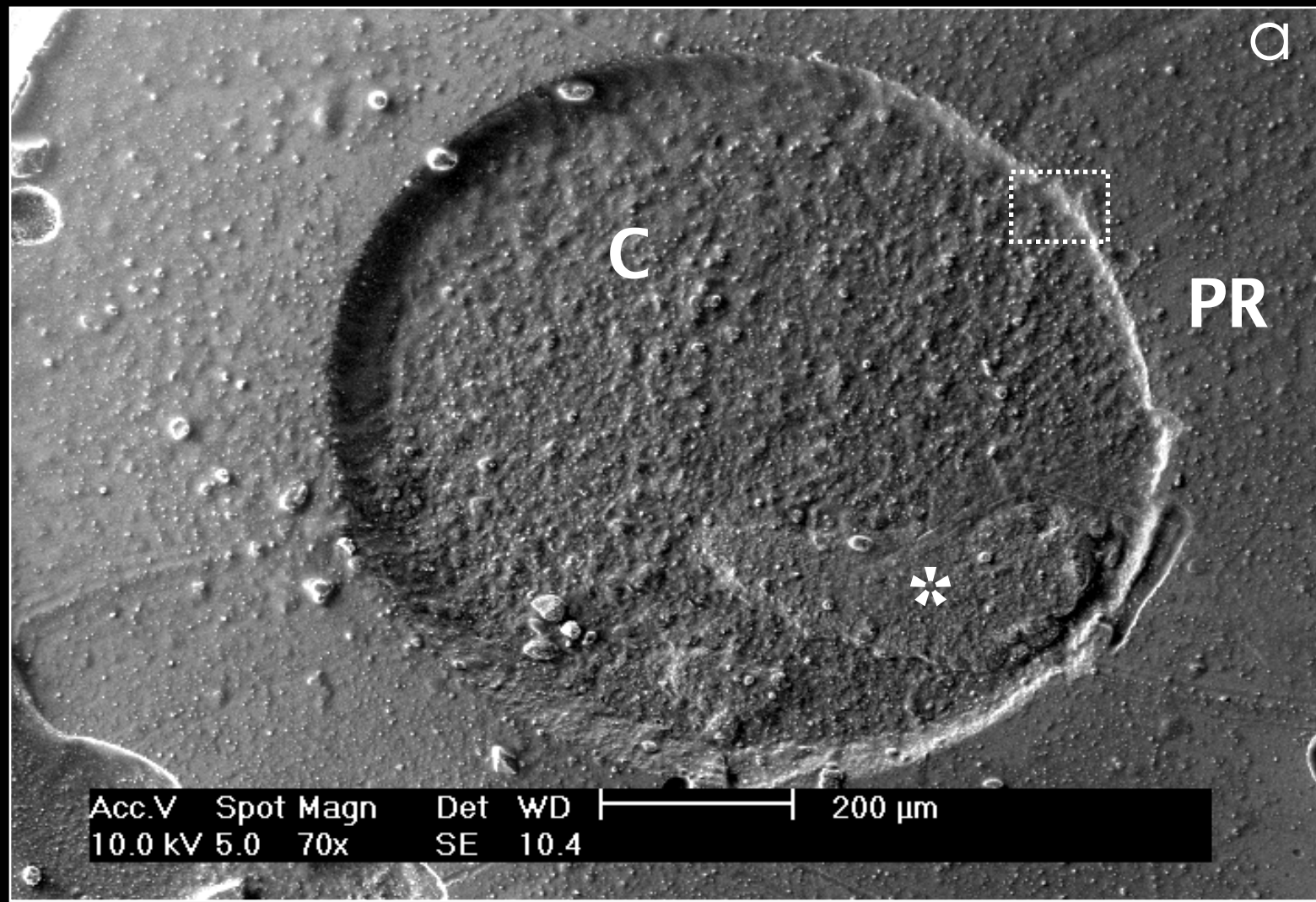


Figura 81. (a; c) Espécime 1 do Grupo E2AFBU. Fratura Adesiva entre a película adesiva (A) e a superfície cerâmica (C). Asterisco: Uma porção da camada adesiva permaneceu aderida à superfície cerâmica revelando a resina composta (R). Quadrado Pontilhado: (b). Microscopia em maior aumento da "interface" flash/adeseivo/cerâmica. A película de resina composta com o espécime. Nenhuma fenda pode ser observada entre o adesivo e a superfície cerâmica.

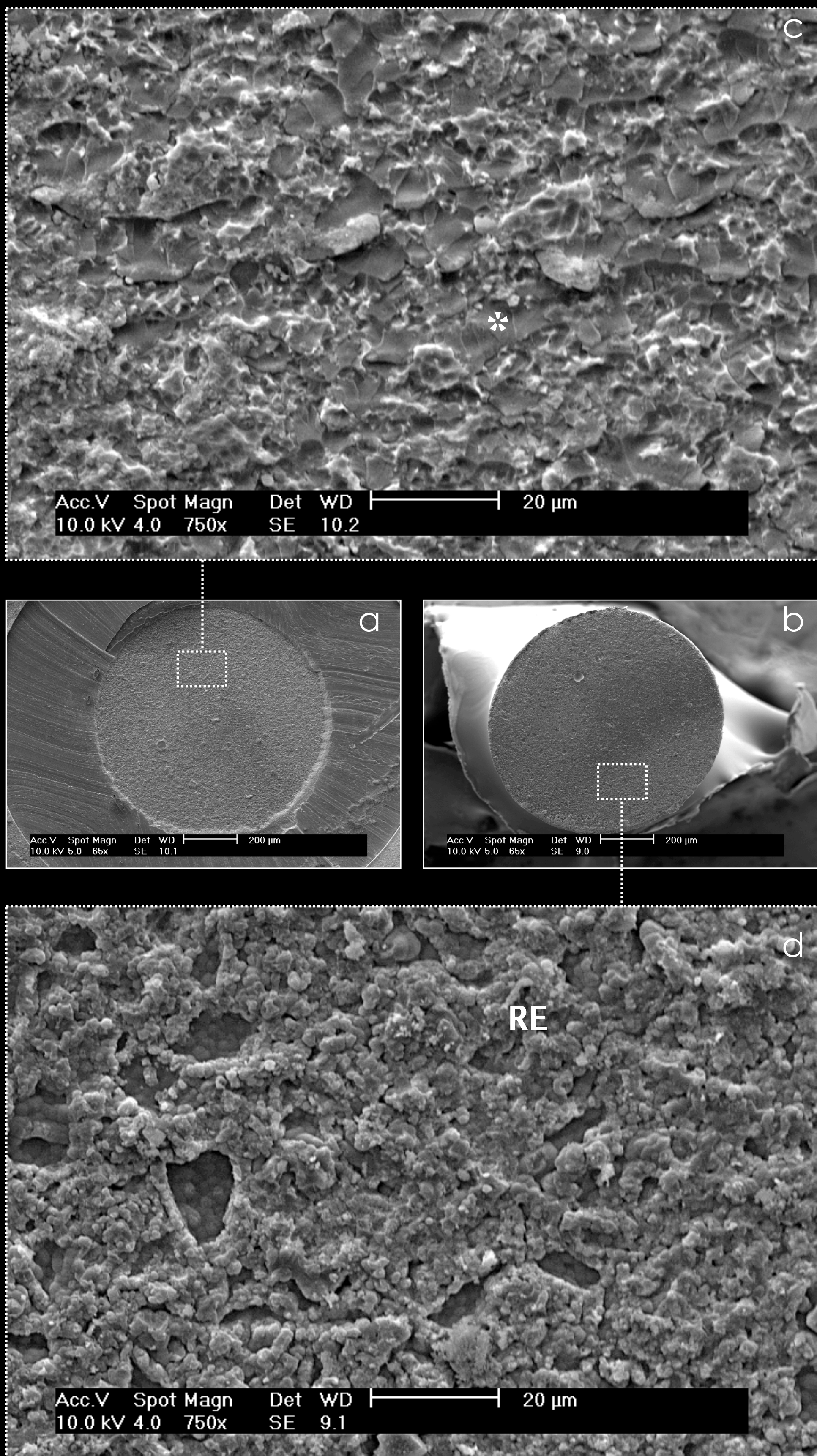


Figura 82. (a) Superfície cerâmica do espécime 21 do grupo EESL. Quadrado pontilhado: (c). (c). Pode-se observar a ausência dos espaços retentivos promovidos pelo condicionamento ácido, indicando que o sistema adesivo conseguiu infiltrar através da camada de resíduos e promover um embricamento micromecânico com a superfície cerâmica condicionada (asterisco). Poucos resíduos diminutos podem ser observados. (b). Superfície fraturada do espécime de resina composta. Quadrado pontilhado: (d). (d). Camada de resíduos aderida à superfície do espécime de resina através do sistema adesivo. RE: Resíduos.

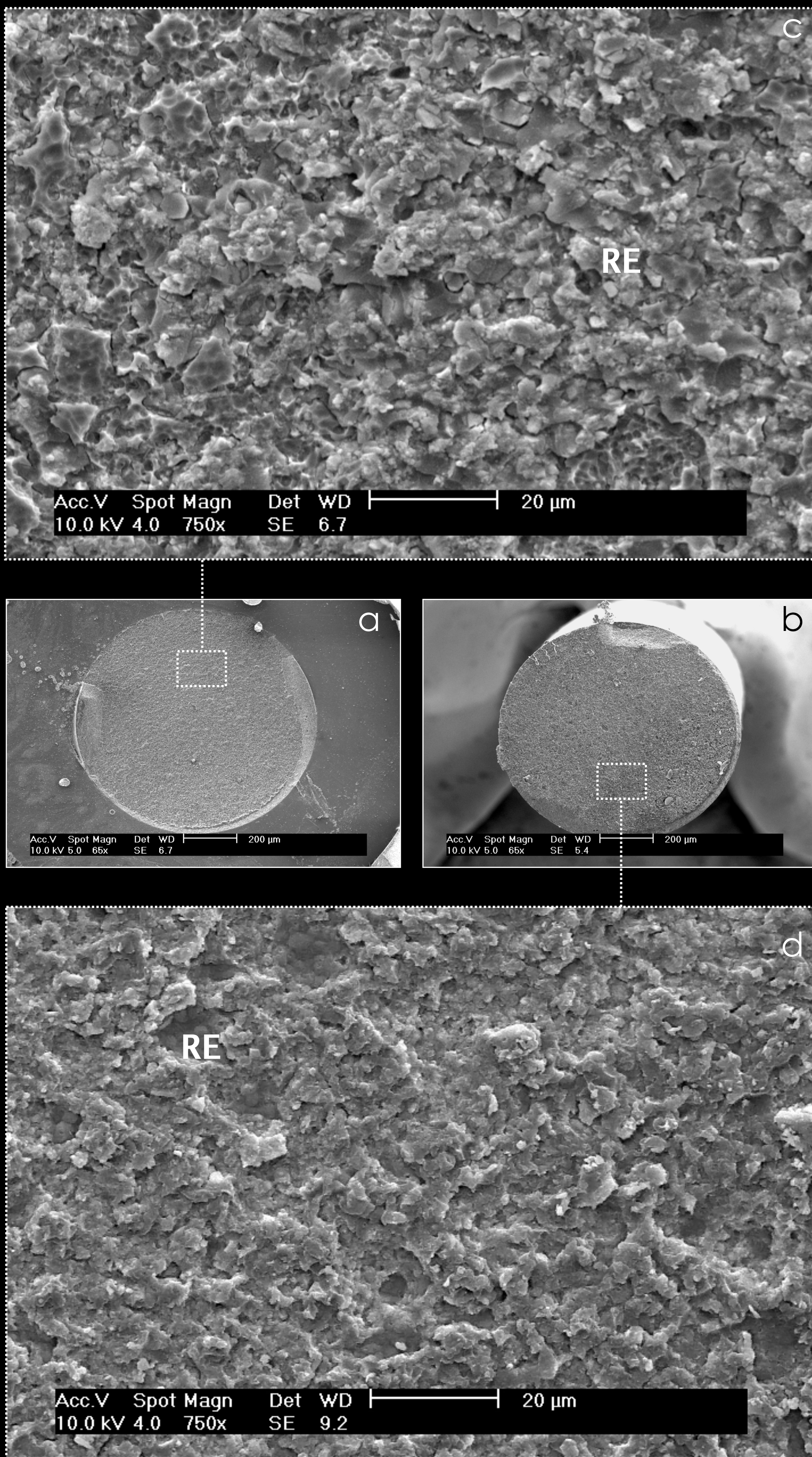
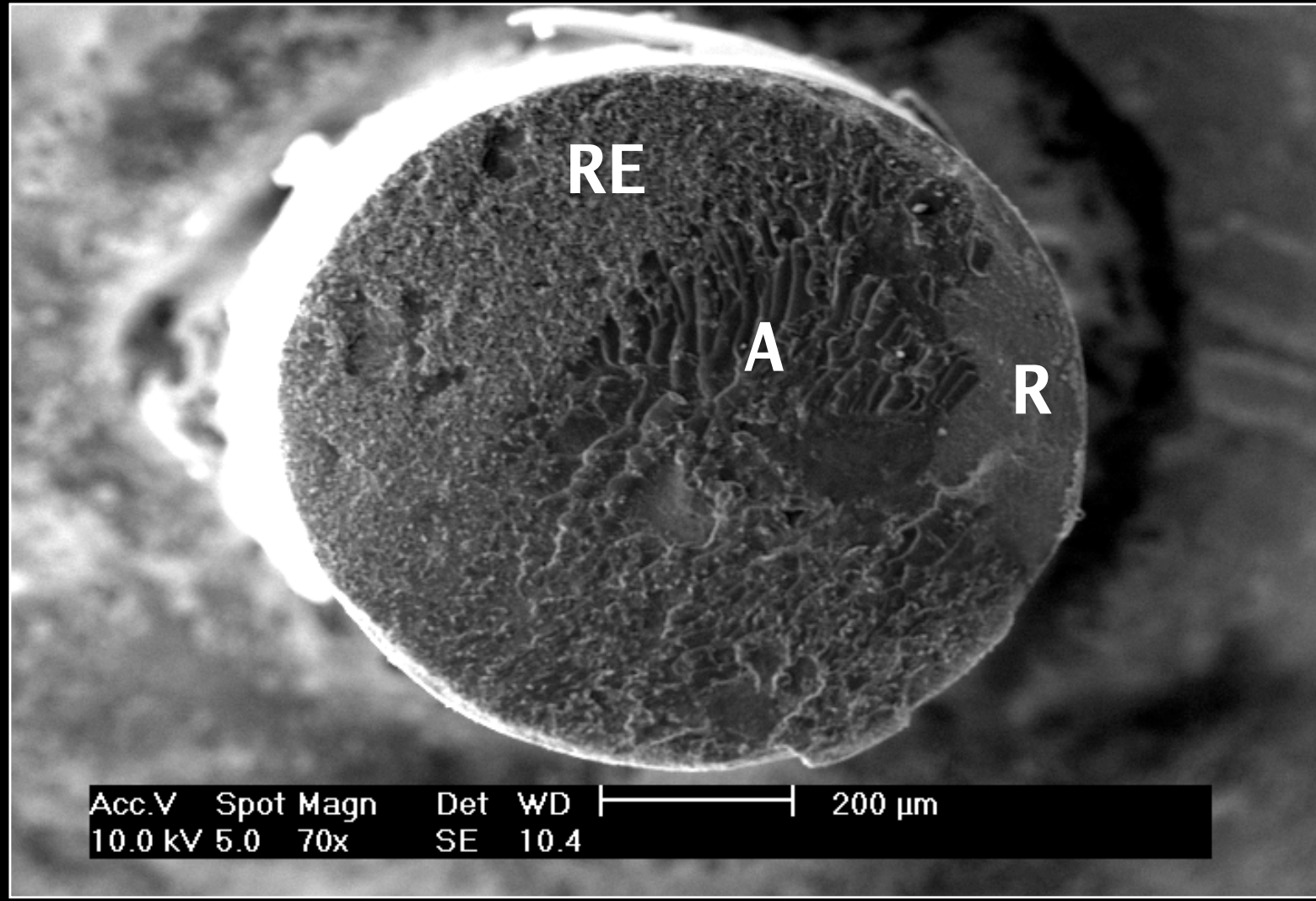
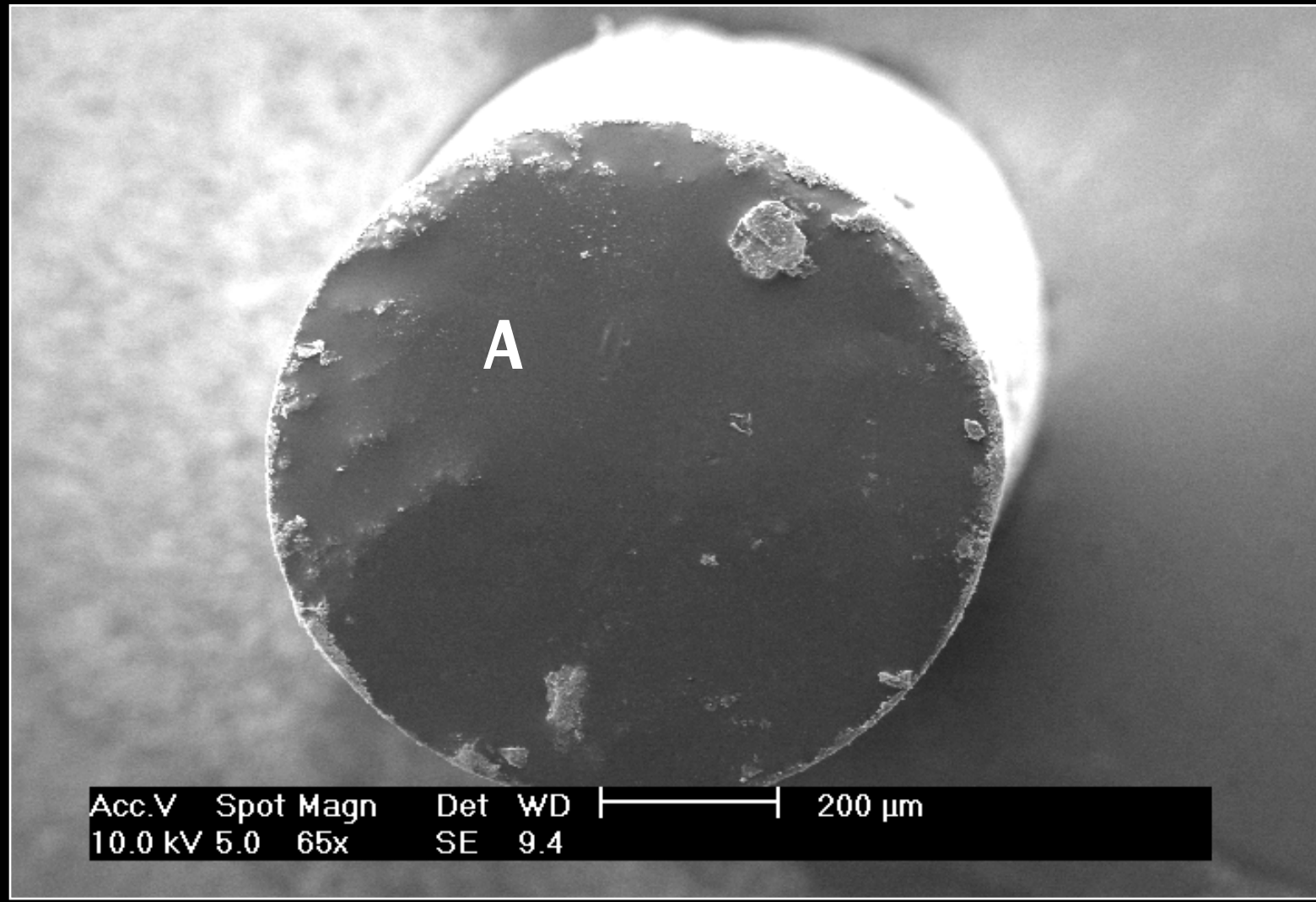


Figura 83. (a) Superfície cerâmica do espécime 5 do grupo EEC5K. Quadrado pontilhado: (c). (c) As microretenções estão preenchidas por adesivo polimerizado. Na superfície permaneceu uma mistura de adesivo e resíduos. (b). Superfície fraturada do espécime de resina composta. Quadrado pontilhado: (d). (d). Camada de resíduos aderida à superfície do espécime de resina através do sistema adesivo. Uma pequena porção da camada de resíduos fraturou e ficou aderida à superfície cerâmica. RE: Resíduos.

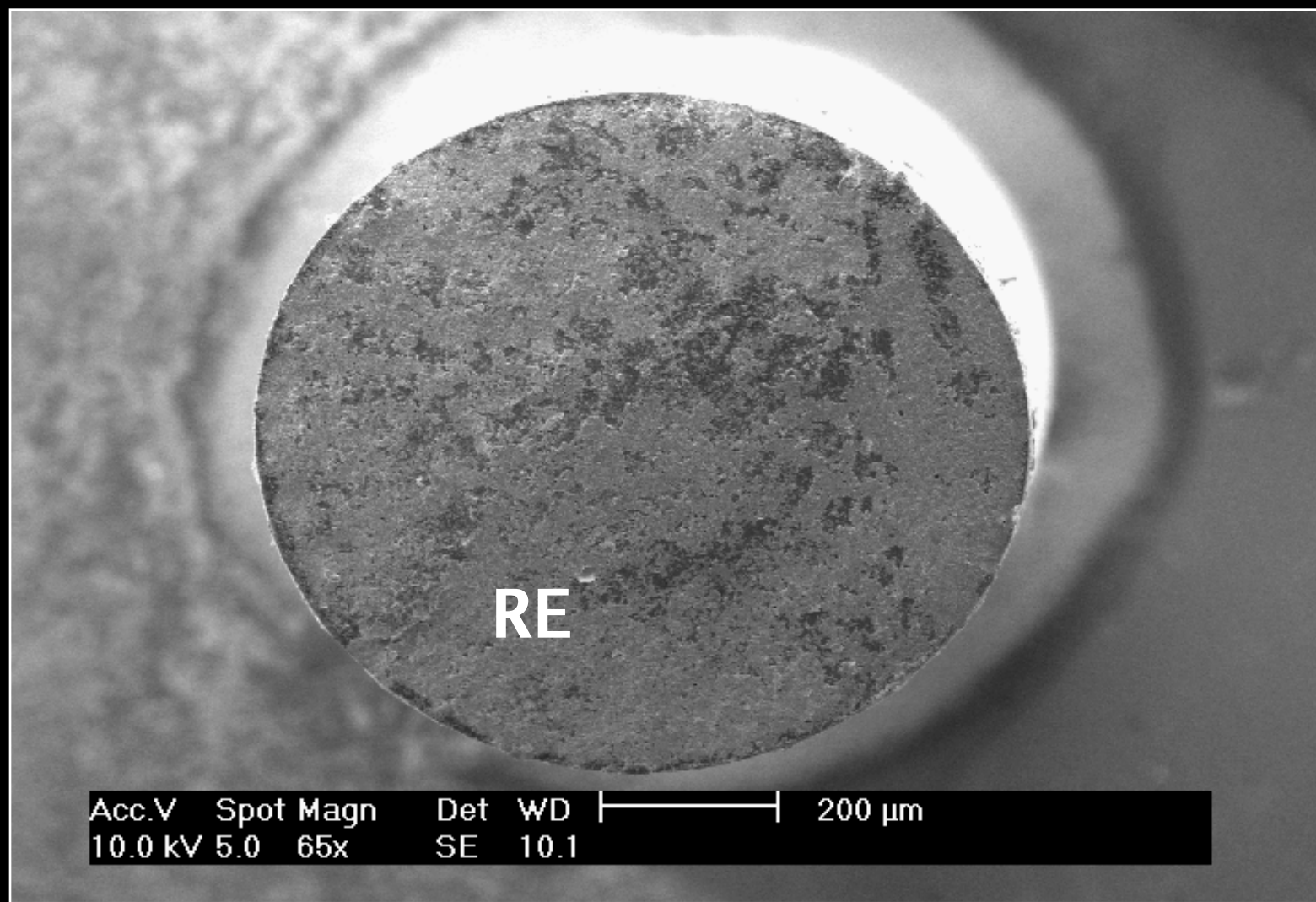
84



85



86



Figuras 84 a 86. Espécimes com modo de fratura Adesiva. RE: Resíduos. A: Adesivo. R: Resina Composta.

5.2 EXPERIMENTO 2

As fotomicrografias geradas pelo microscópio eletrônico de varredura são ilustradas nas Figuras 87 a 98.

GRUPO EESL

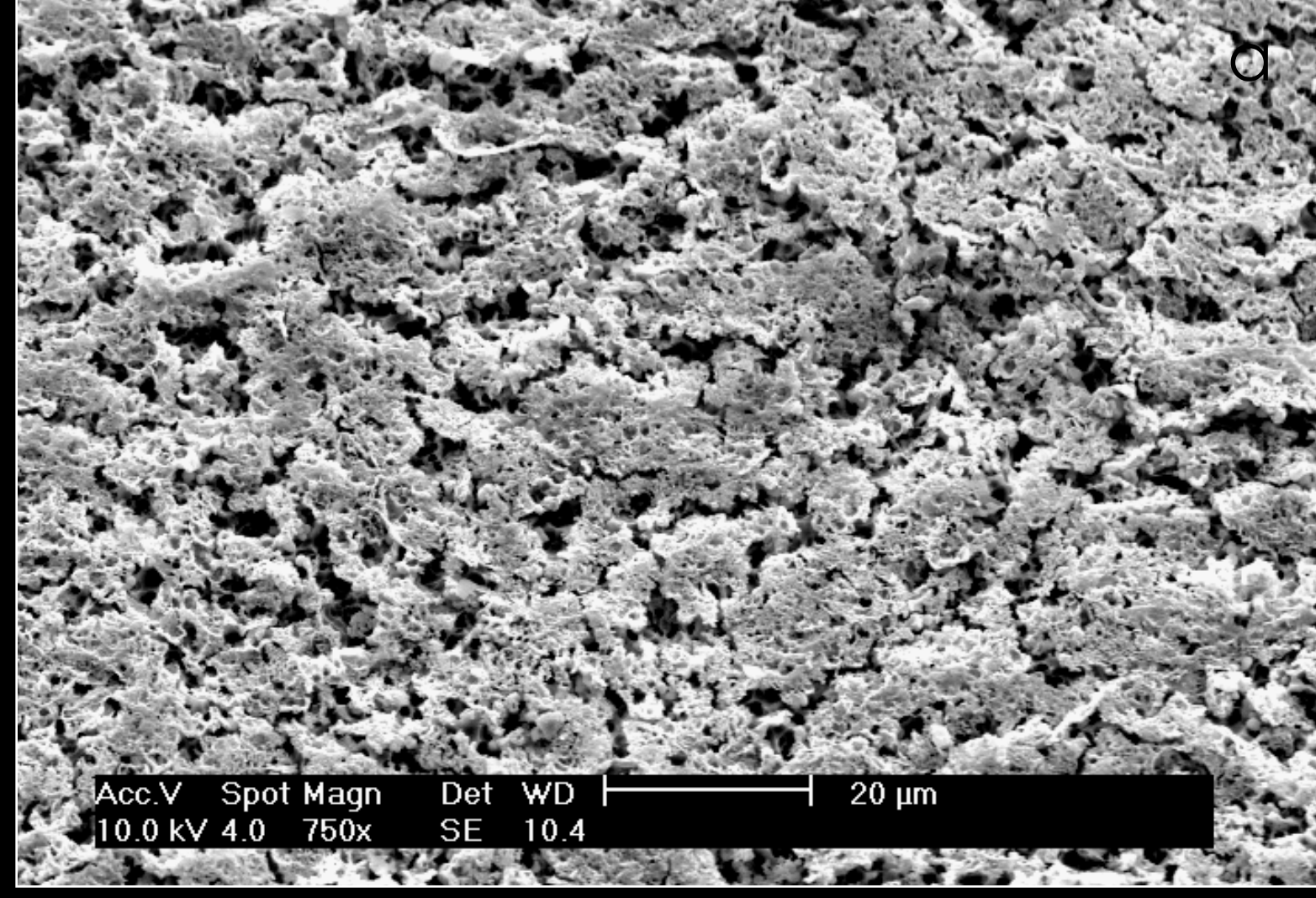


Figura 87a. Superfície da cerâmica EE após o condicionamento com ácido HF. Nenhuma técnica de limpeza foi empregada. Pode-se observar a deposição espessa de precipitados com aparência esponjosa distribuídos por toda a superfície.

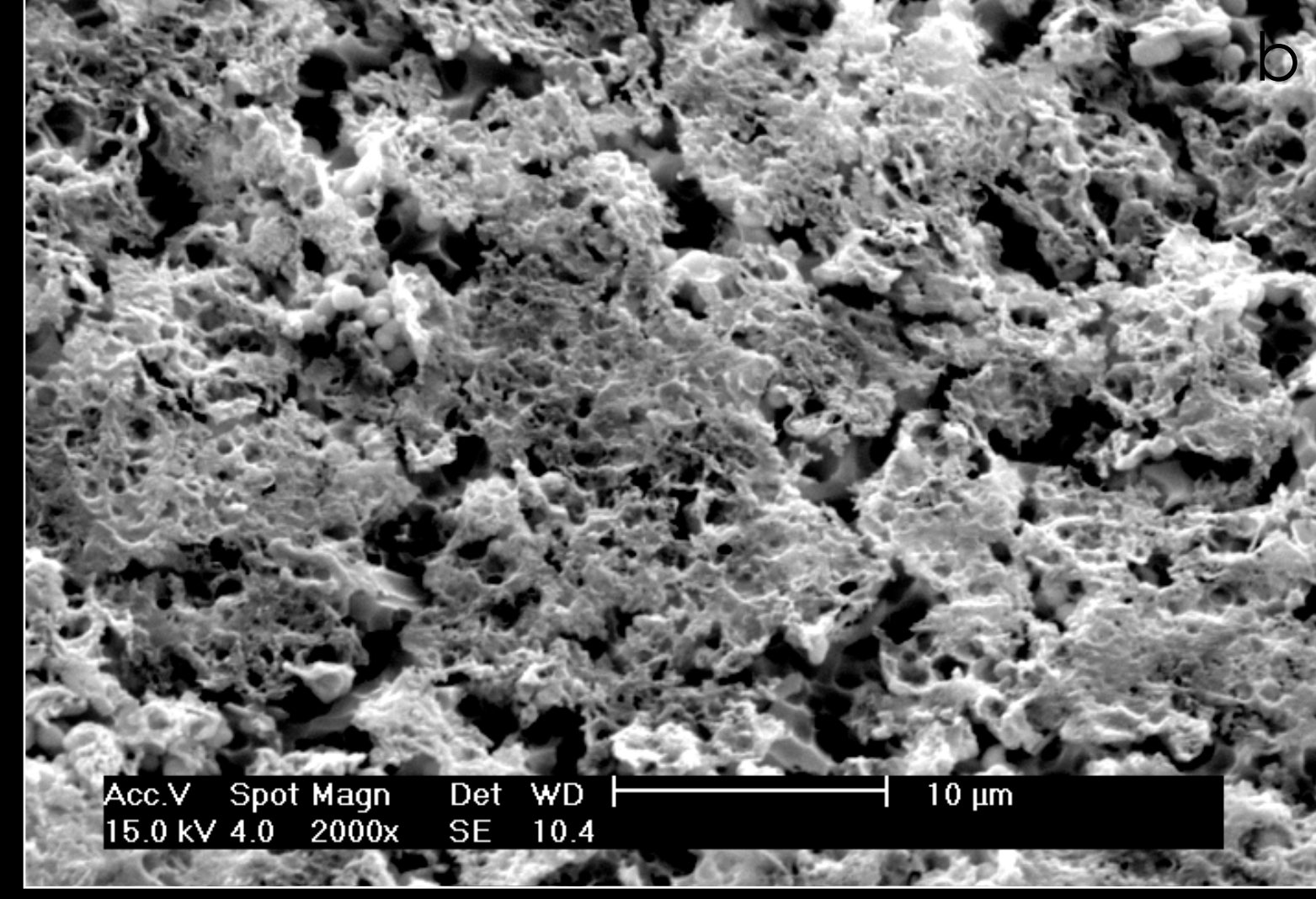


Figura 87b. Em maior aumento, a estrutura dos precipitados revela-se repleta de microporos que os tornam permeáveis à água, ao silano e ao agente adesivo.

GRUPO EEJAA

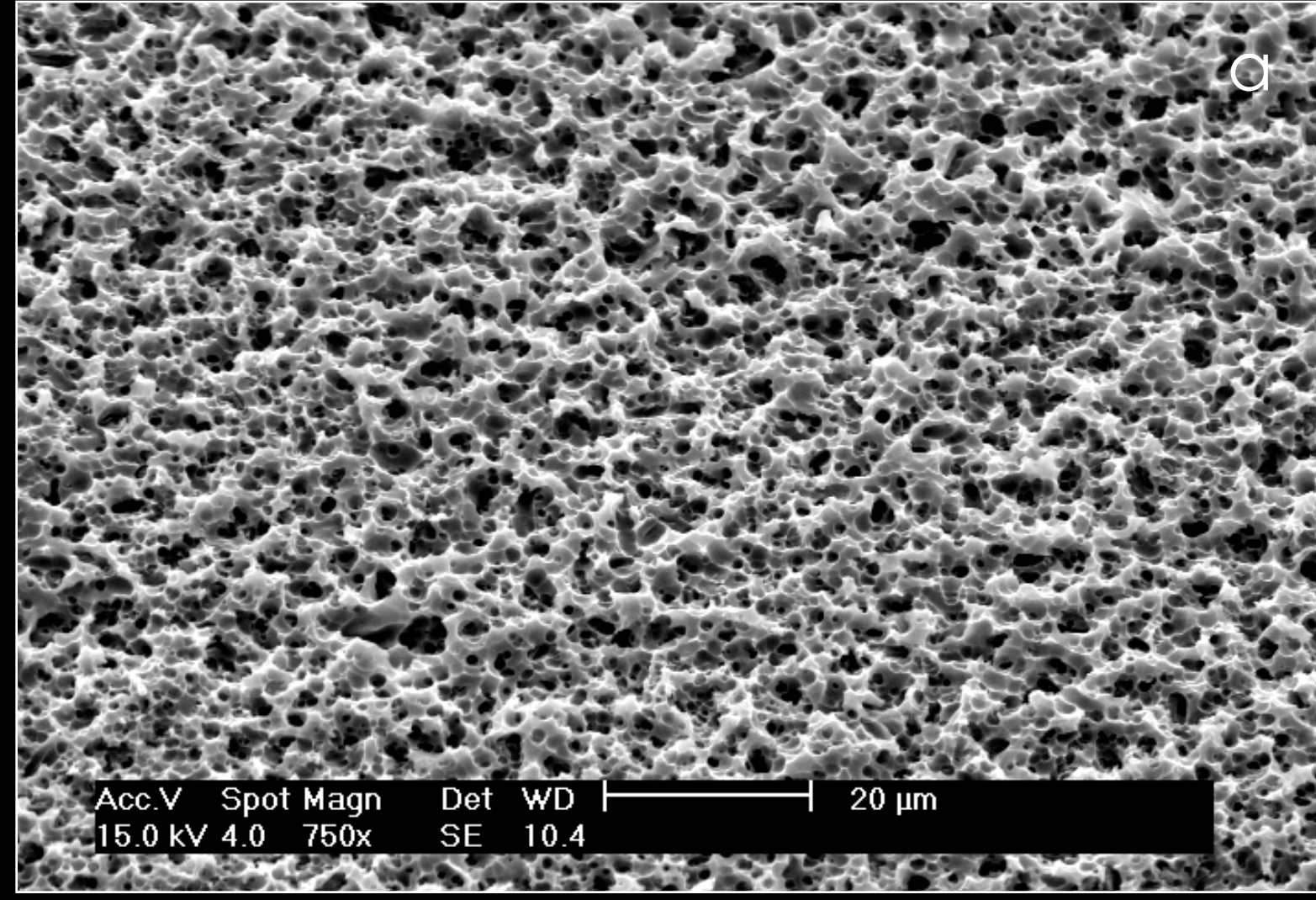


Figura 88a. Superfície da cerâmica EE após condicionamento com ácido HF e limpeza com jato de ar-água por 30 segundos. Nota-se a ausência total de resíduos sobre a superfície cerâmica, revelando as microretenções criadas pela dissolução dos cristais de leucita e da matriz vítreo.

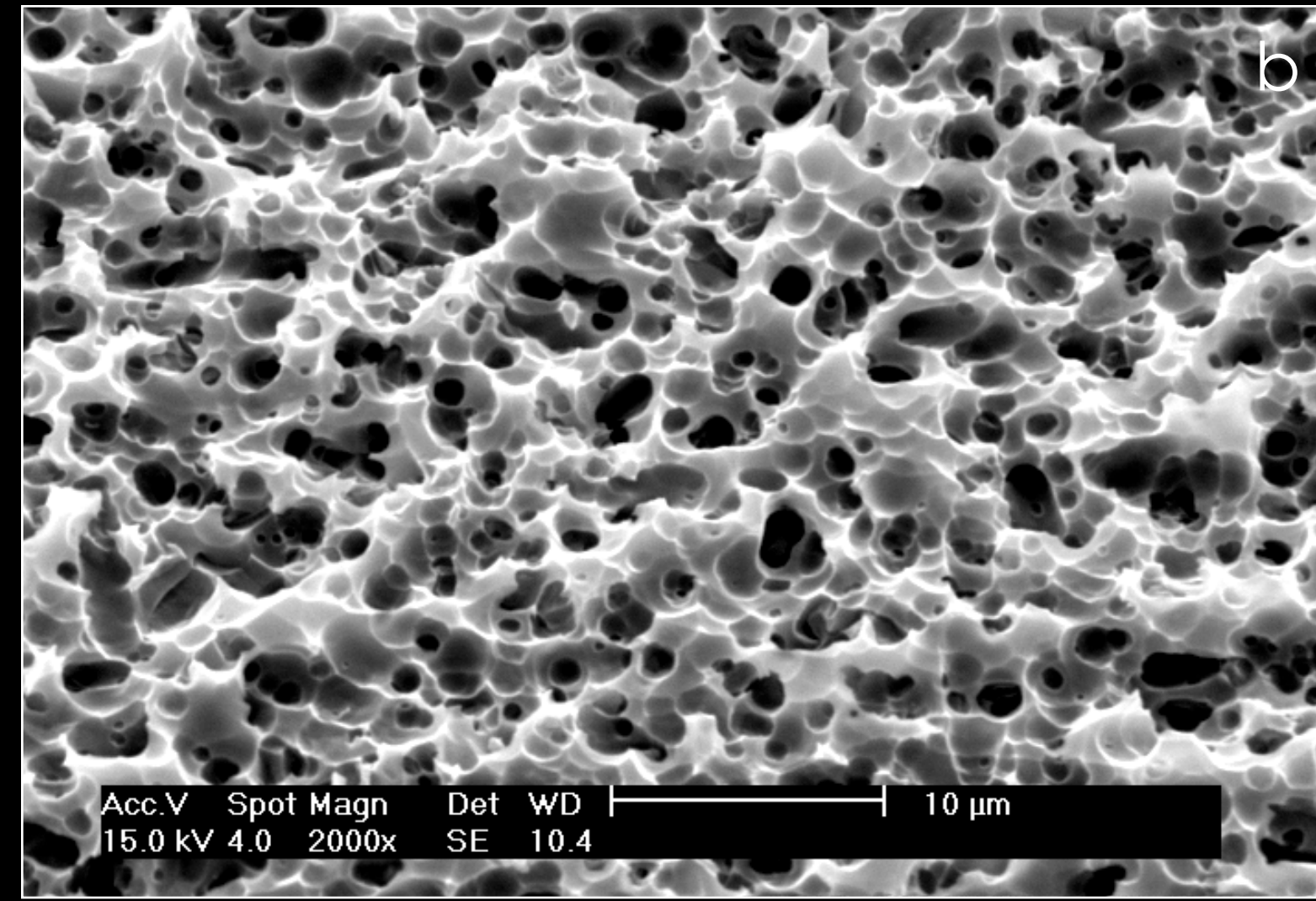


Figura 88b. Em maior aproximação, o padrão de condicionamento revela os buracos referentes à localização dos cristais de leucita que foram dissolvidos pelo condicionamento ácido.

GRUPO EEAF

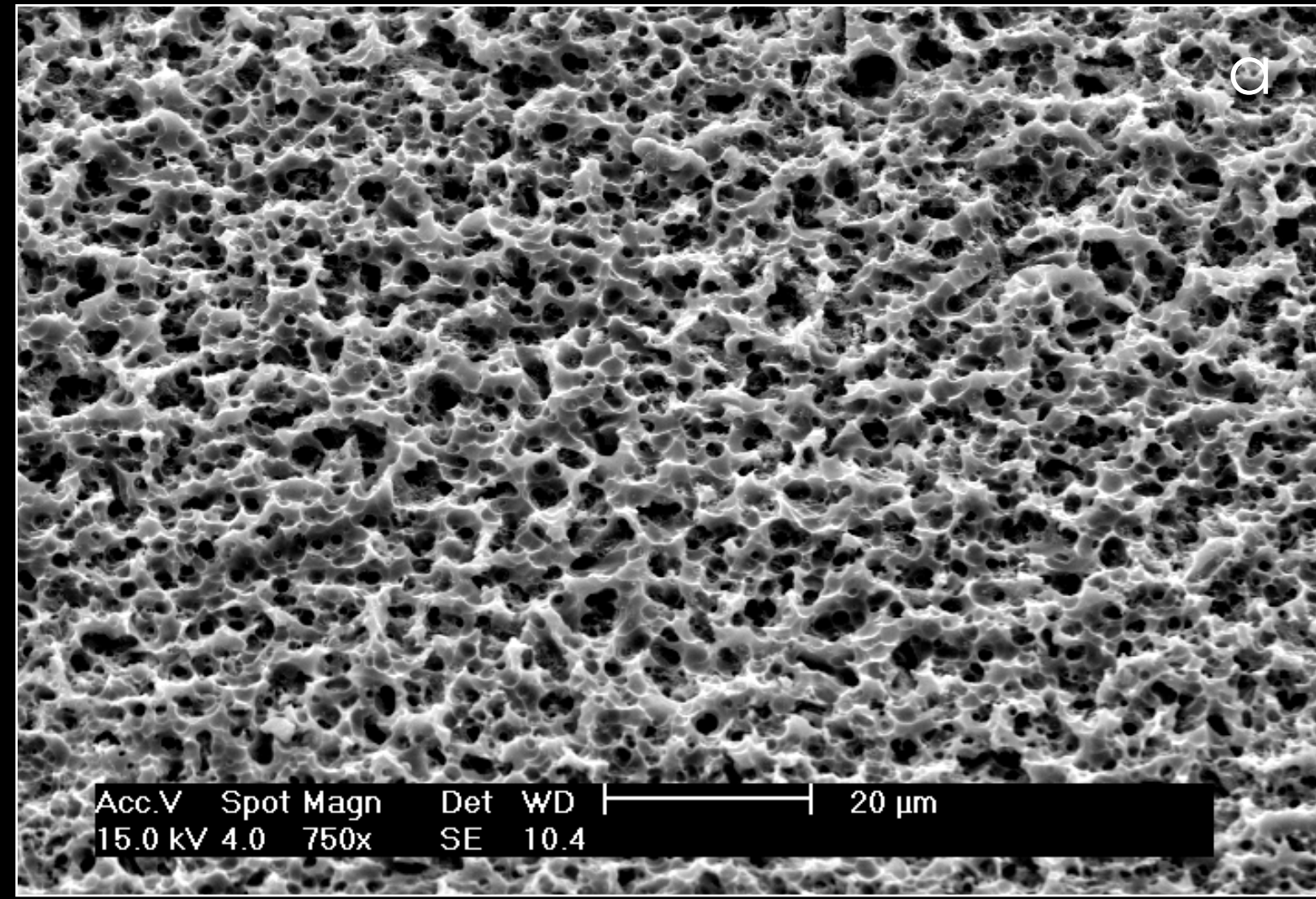


Figura 89a. Superfície da cerâmica EE após o condicionamento com ácido HF e limpeza por aplicação de ácido fosfórico por 30 segundos. Os resíduos foram completamente dissolvidos pelo condicionamento ácido adicional revelando a superfície cerâmica subjacente. A aplicação do ácido fosfórico não provocou mudanças topográficas na superfície previamente condicionada com HF.

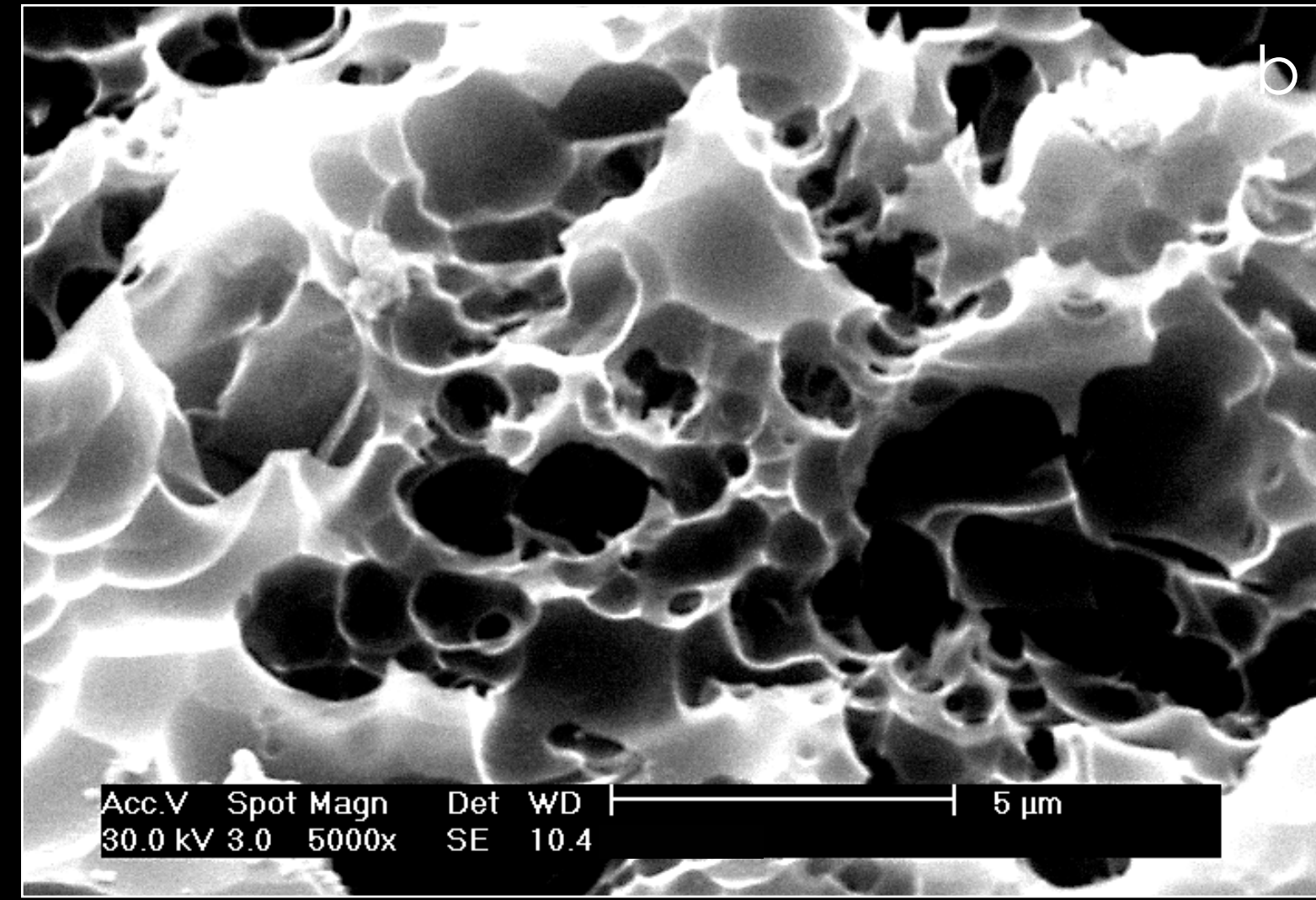


Figura 89b. Em maior aumento, restos de resíduos não podem ser detectados.

GRUPO EEBU

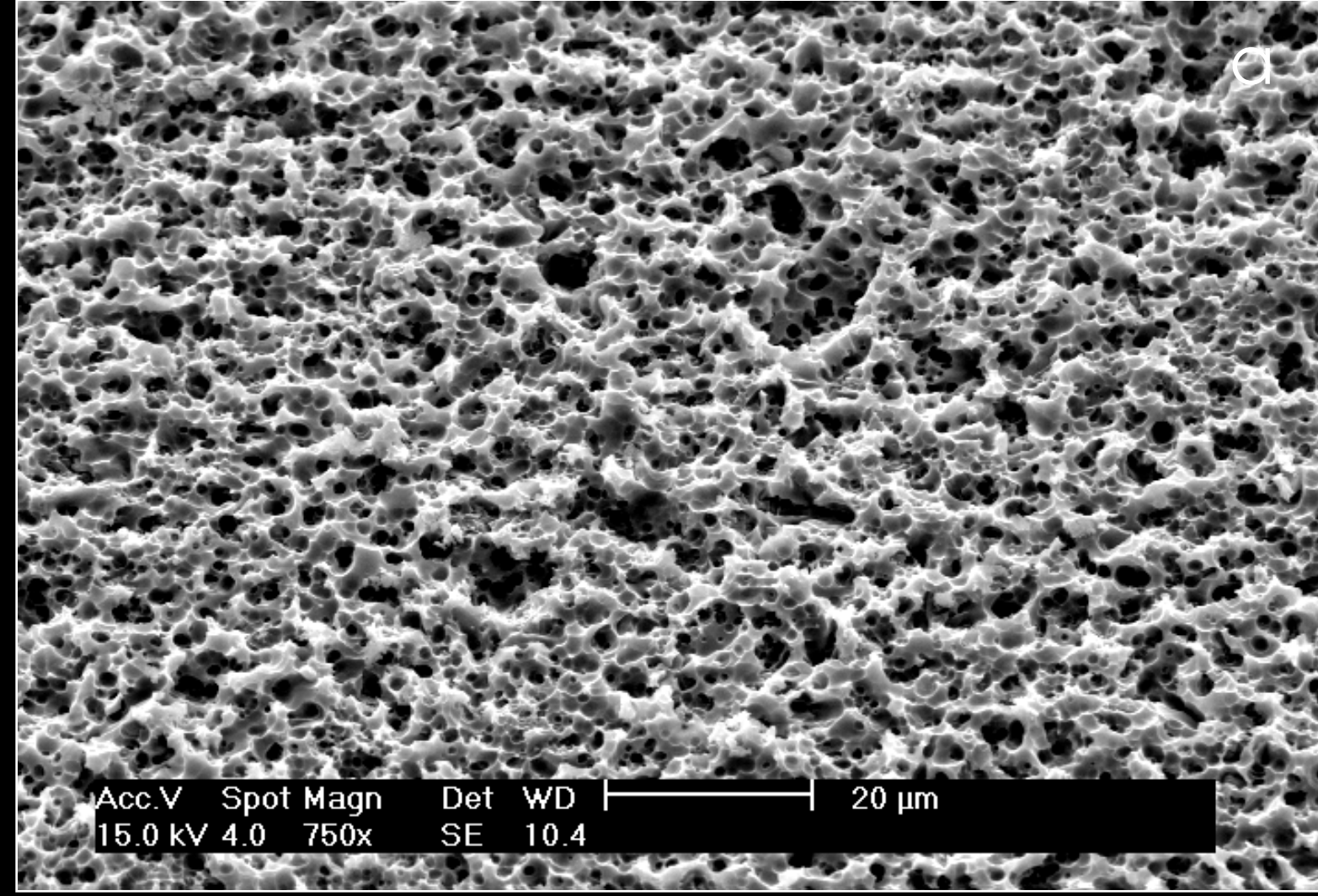


Figura 90a. Superfície da cerâmica EE após o condicionamento com ácido HF e imersão em banho ultrassônico em água destilada por 5 minutos. Neste aumento todos os resíduos parecem ter sido removidos.

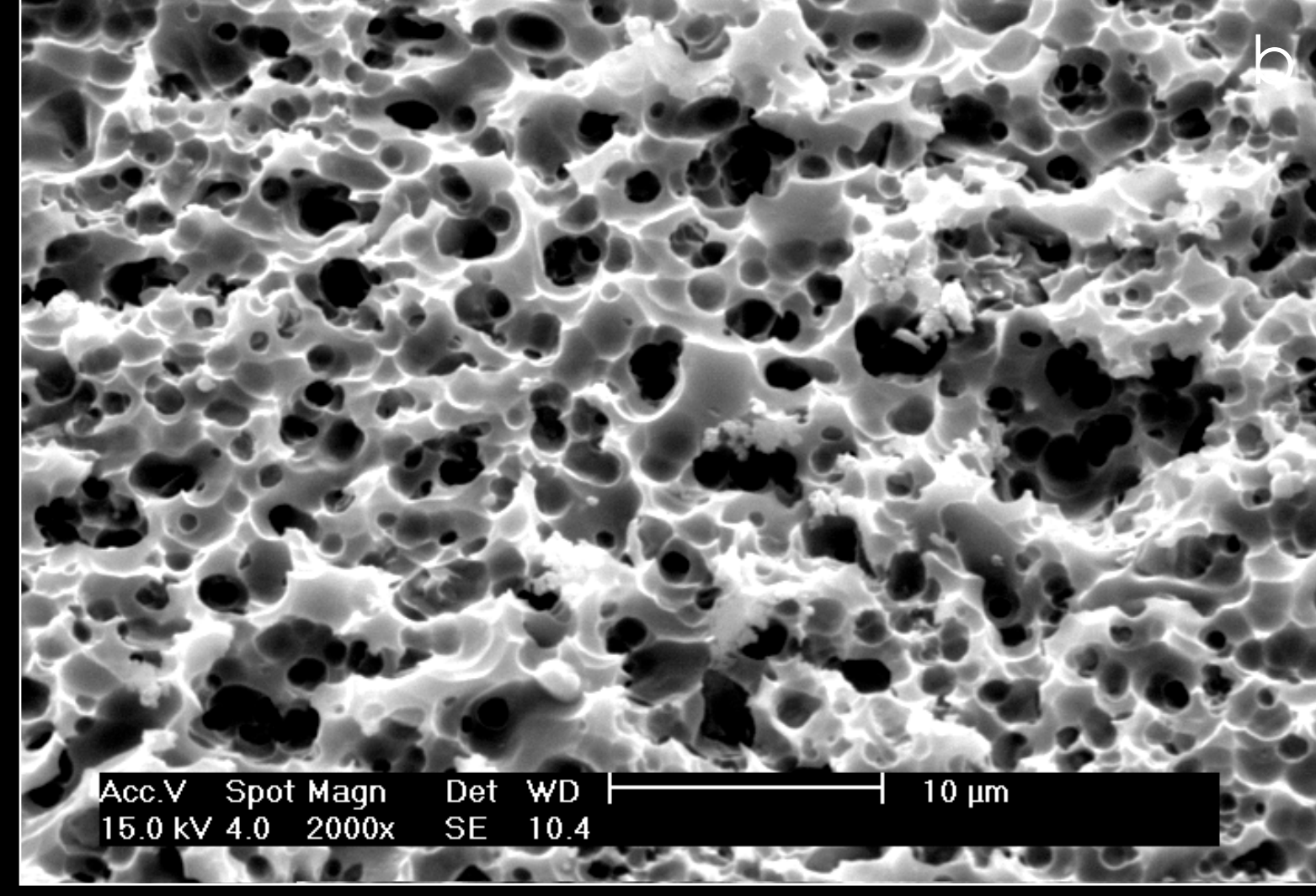


Figura 90b. Em maior aumento resíduos muito pequenos permaneceram, mas não a ponto de ocluir as microreferências.

GRUPO EEAFBU

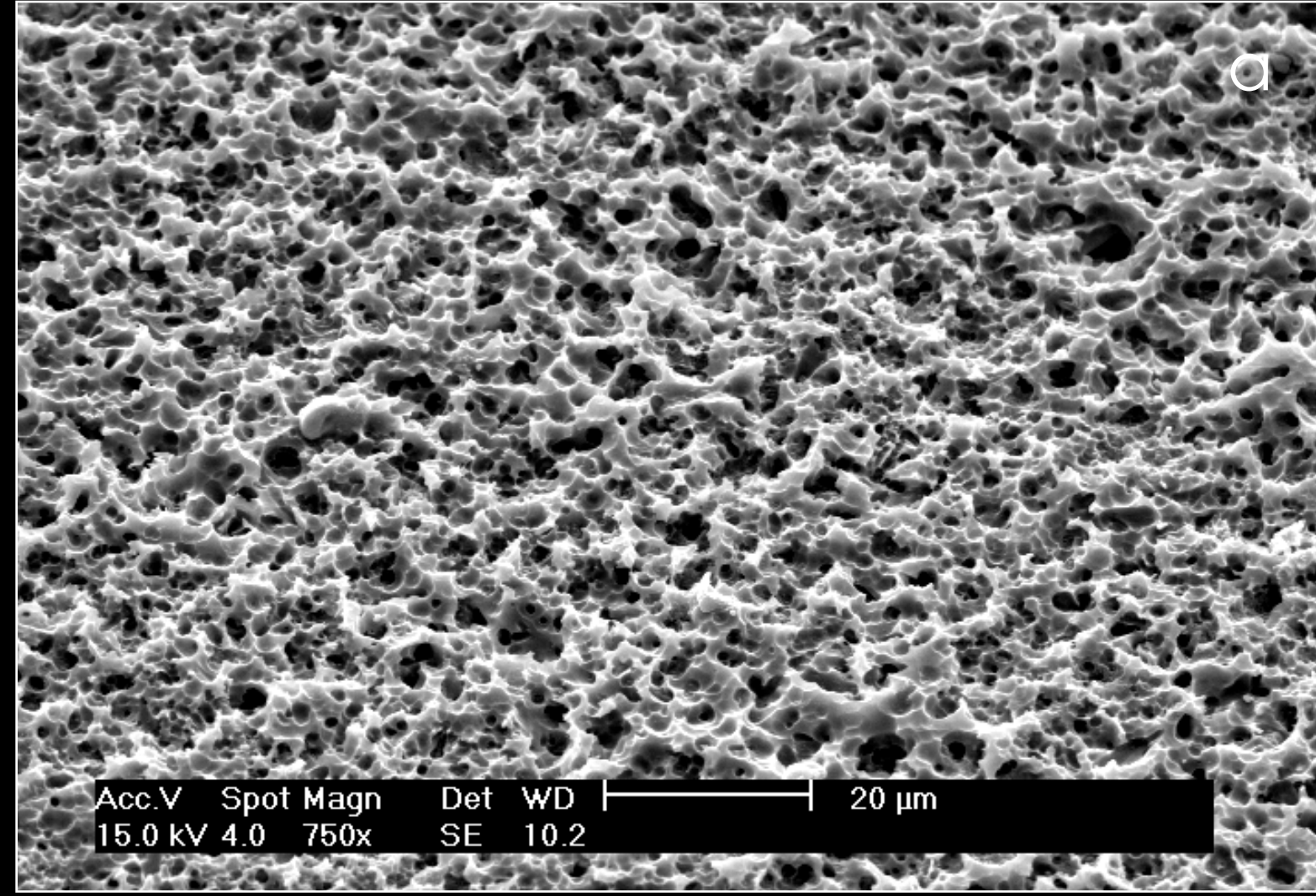


Figura 91a. Superfície da cerâmica EE após o condicionamento com ácido HF, pós-condicionamento com ácido fosfórico por 30 segundos e imersão em banho ultrassônico. Todos os resíduos foram completamente eliminados.

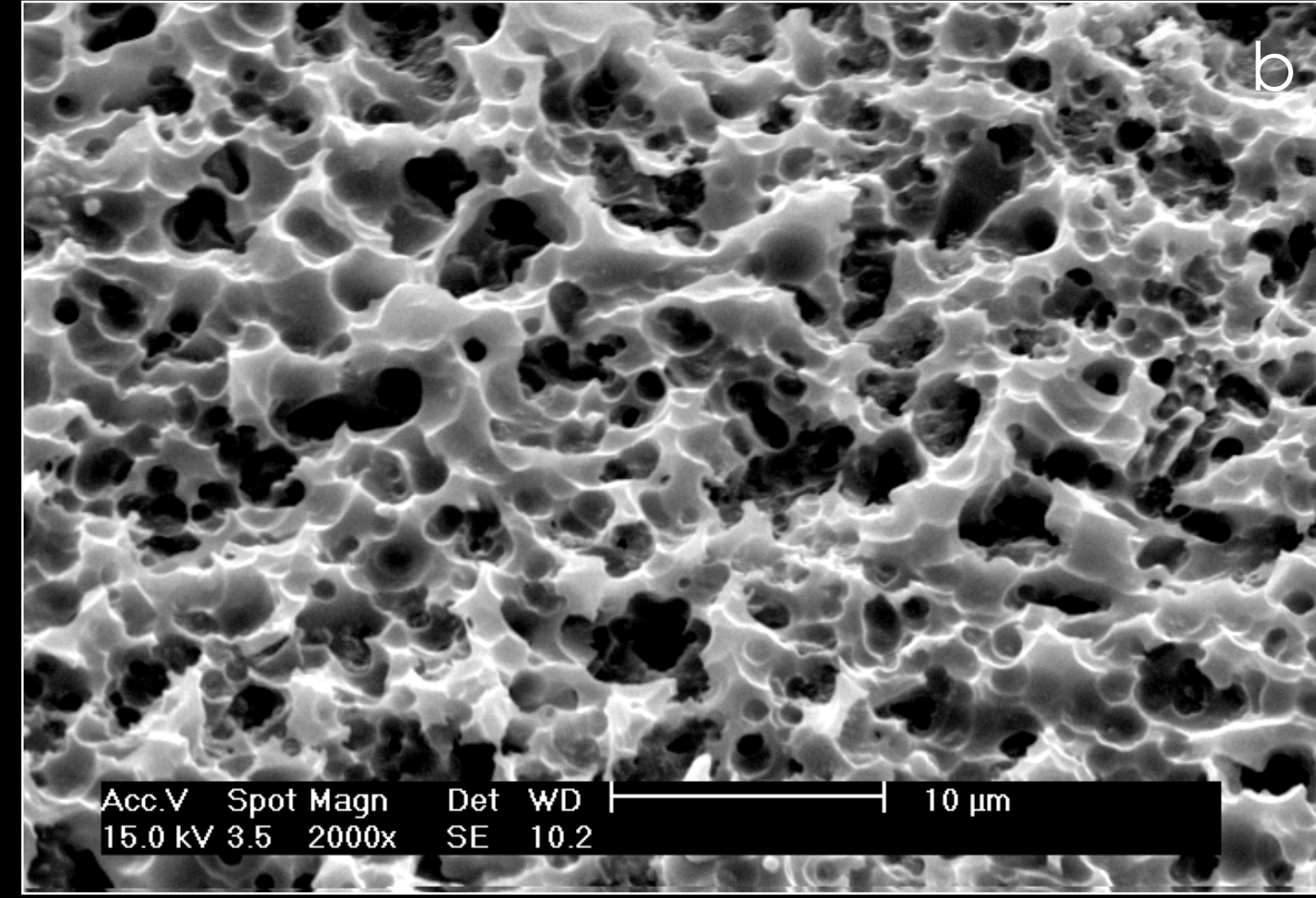


Figura 91b. Em maior aumento nota-se a remoção completa dos resíduos.

GRUPO EECSK

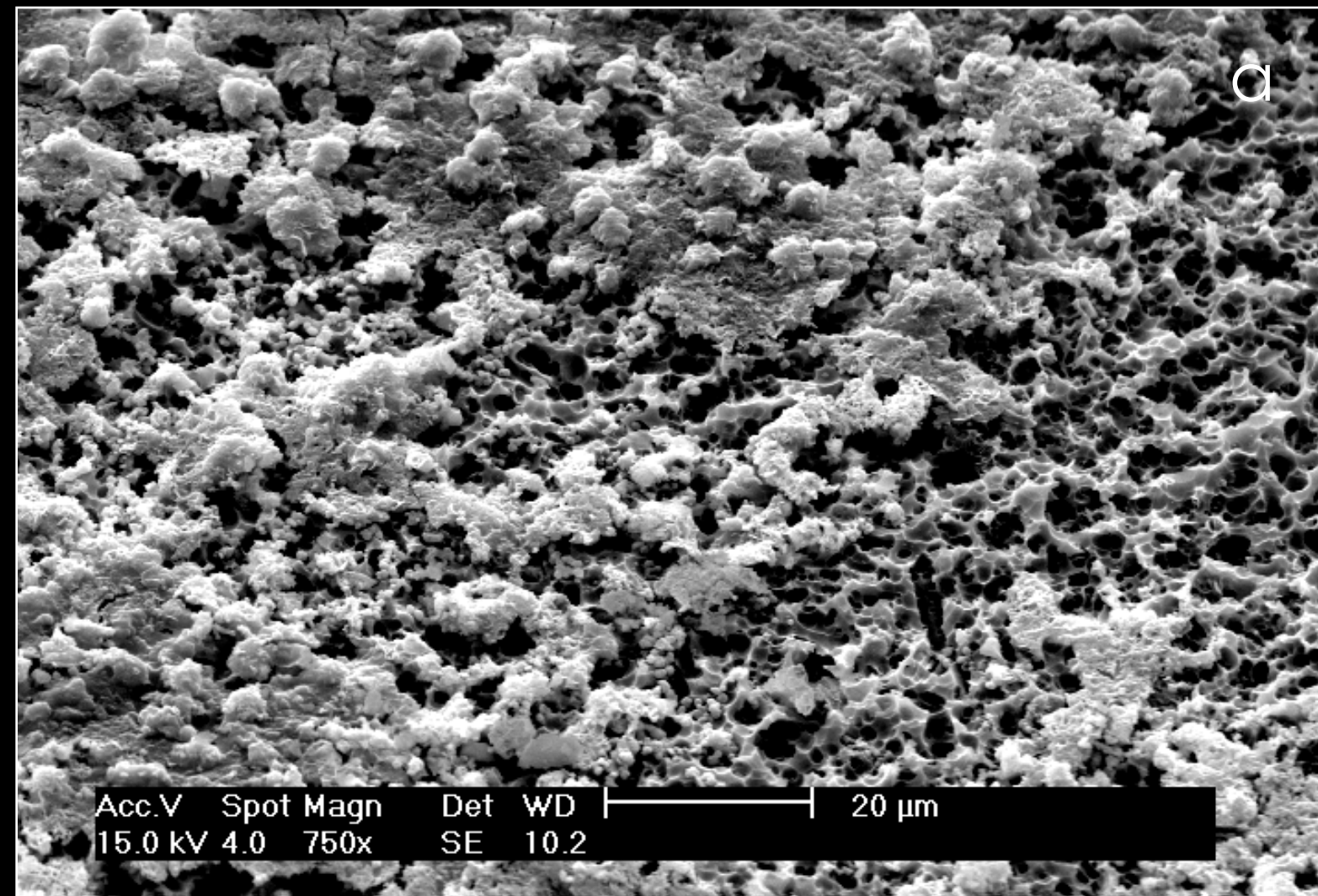


Figura 92a. Superfície da cerâmica EE após o condicionamento com ácido HF e aplicação da mistura de um silano com um primer autocondicionante por 15 segundos. A baixa agressividade do primer autocondicionante não foi capaz de dissolver a espessa camada de resíduos em sua totalidade, deixando muitas áreas ainda cobertas.

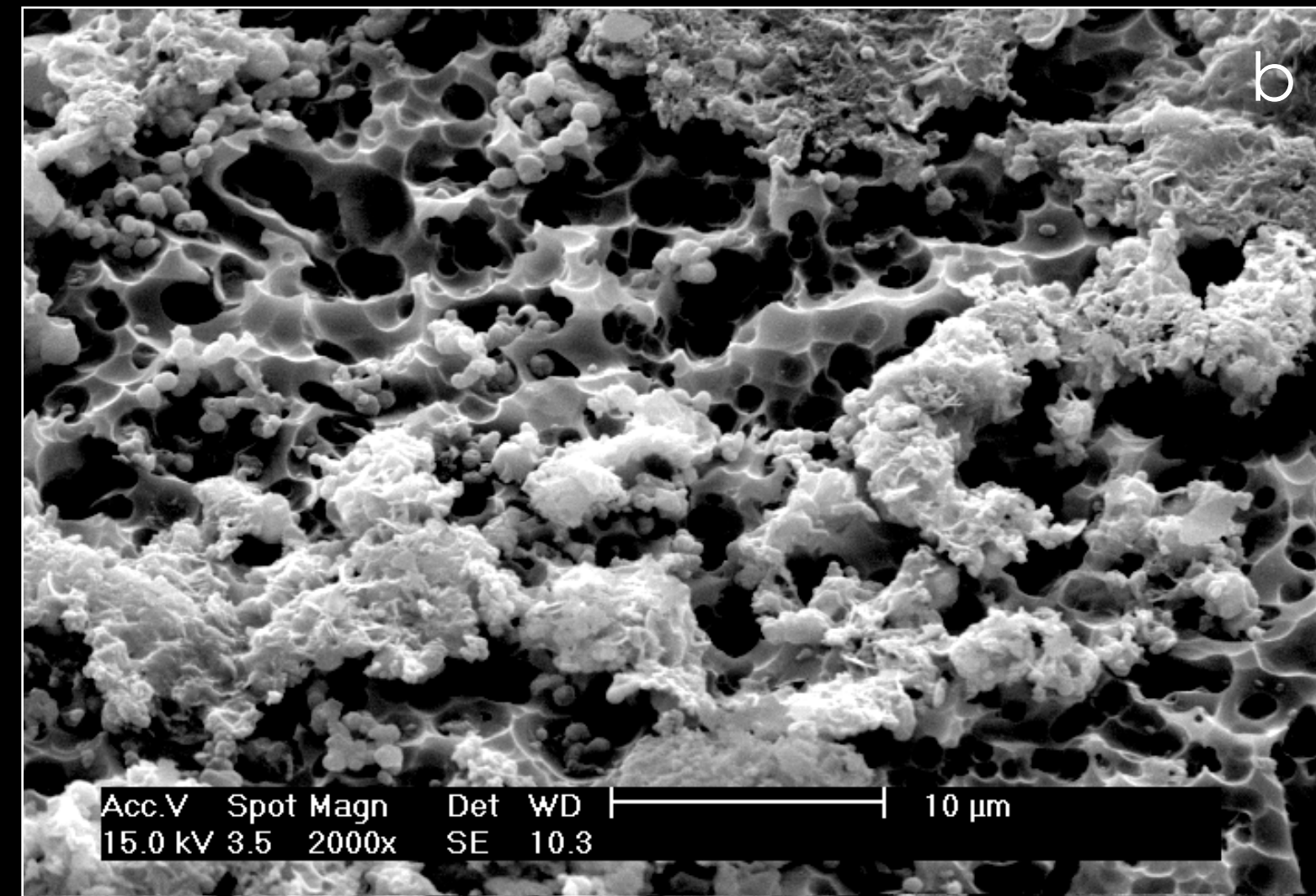


Figura 92b. Em maior aumento nota-se resíduos não dissolvidos ocluindo a maior parte das microreferências.

GRUPO E2SL

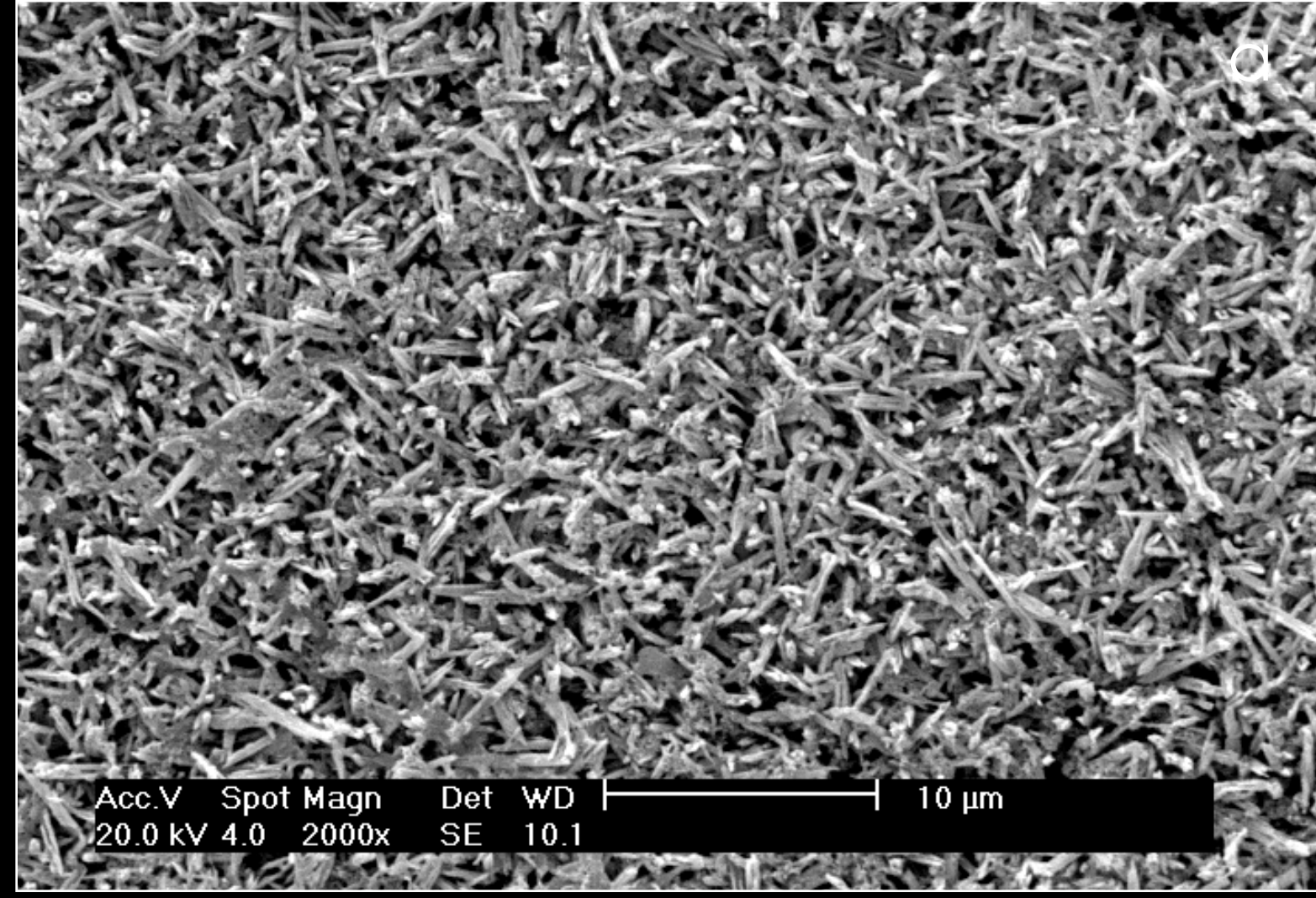


Figura 93a. Superfície da cerâmica E2 após o condicionamento com ácido HF. Nenhum tipo de limpeza foi realizada para este grupo. O ácido HF dissolveu a matriz vítrea superficial que envolvia os cristais de dissilicato de lítio resultando na formação de precipitados pouco espessos e de baixa densidade em comparação com os precipitados encontrados para o grupo EESL.

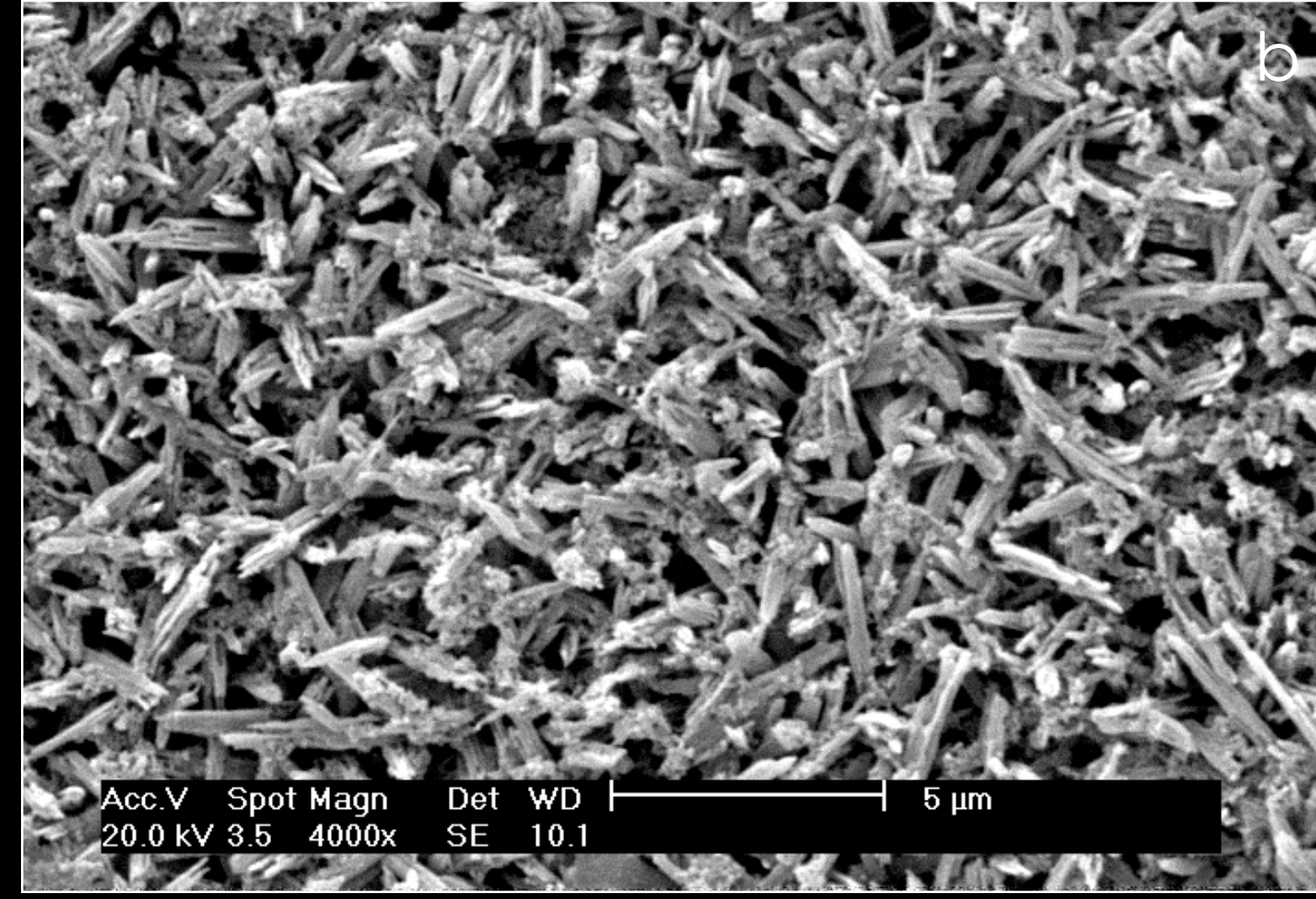


Figura 93b. Em maior aumento observa-se um padrão de precipitação diferente daquele observado para a cerâmica EE, revelando um depósito mais fino e menos uniforme.

GRUPO E2JAA

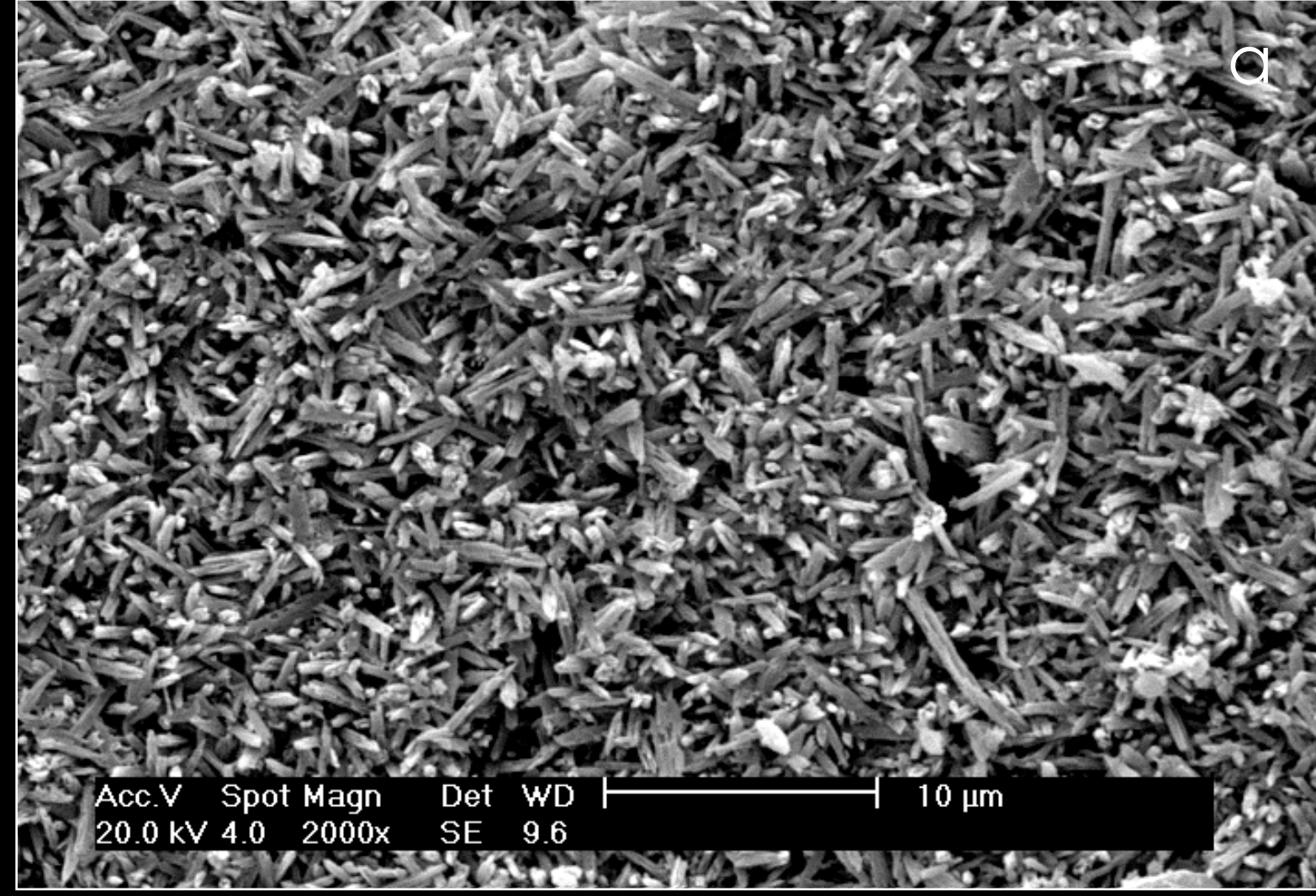


Figura 94a. Superfície da cerâmica E2 após o condicionamento com HF e limpeza com jato de água por 30 segundos. Observa-se a ausência de resíduos, indicando a eficácia desta técnica de limpeza.

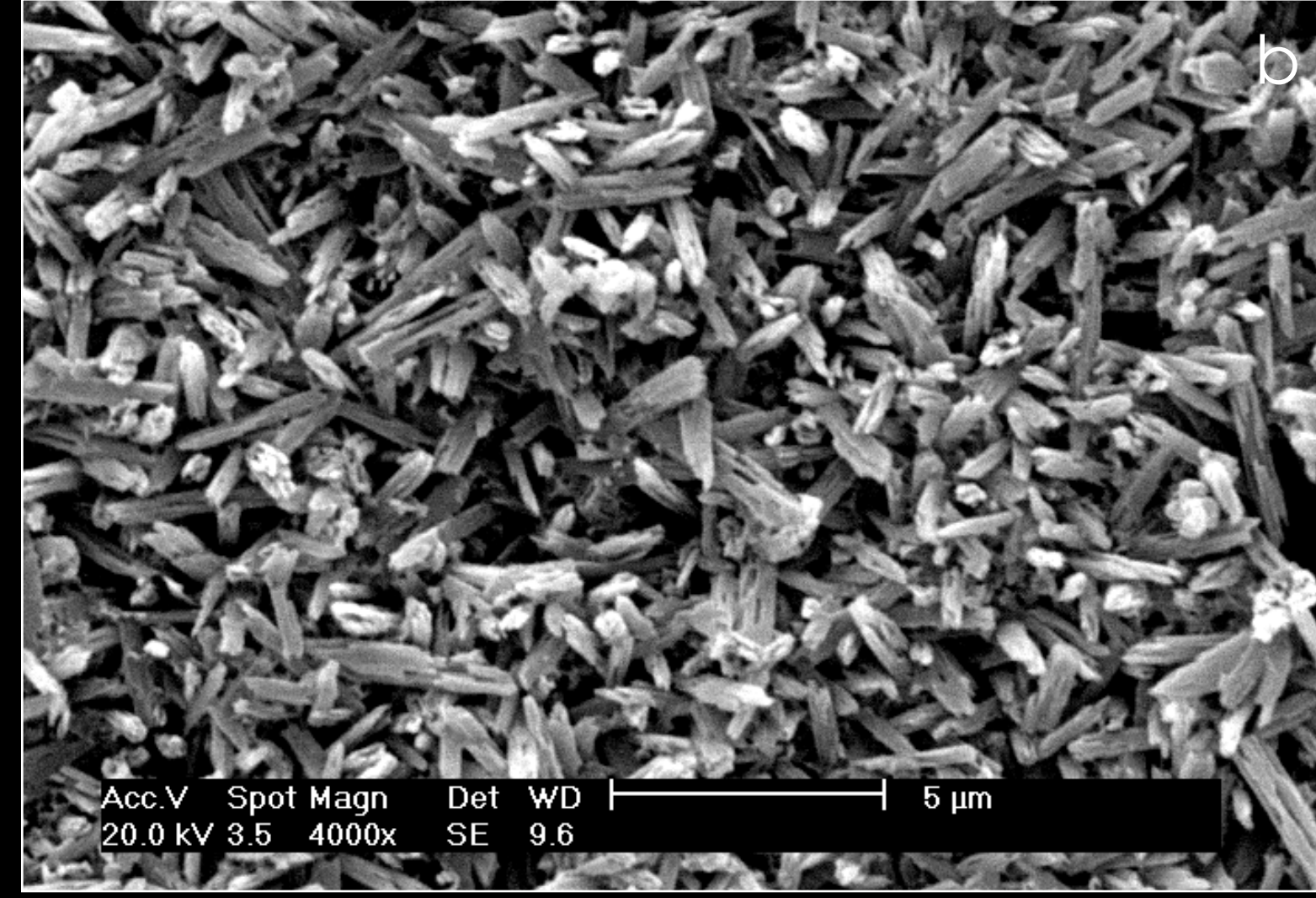


Figura 94b. Em maior aumento percebe-se a total ausência de resíduos entre os cristais.

GRUPO E2AF

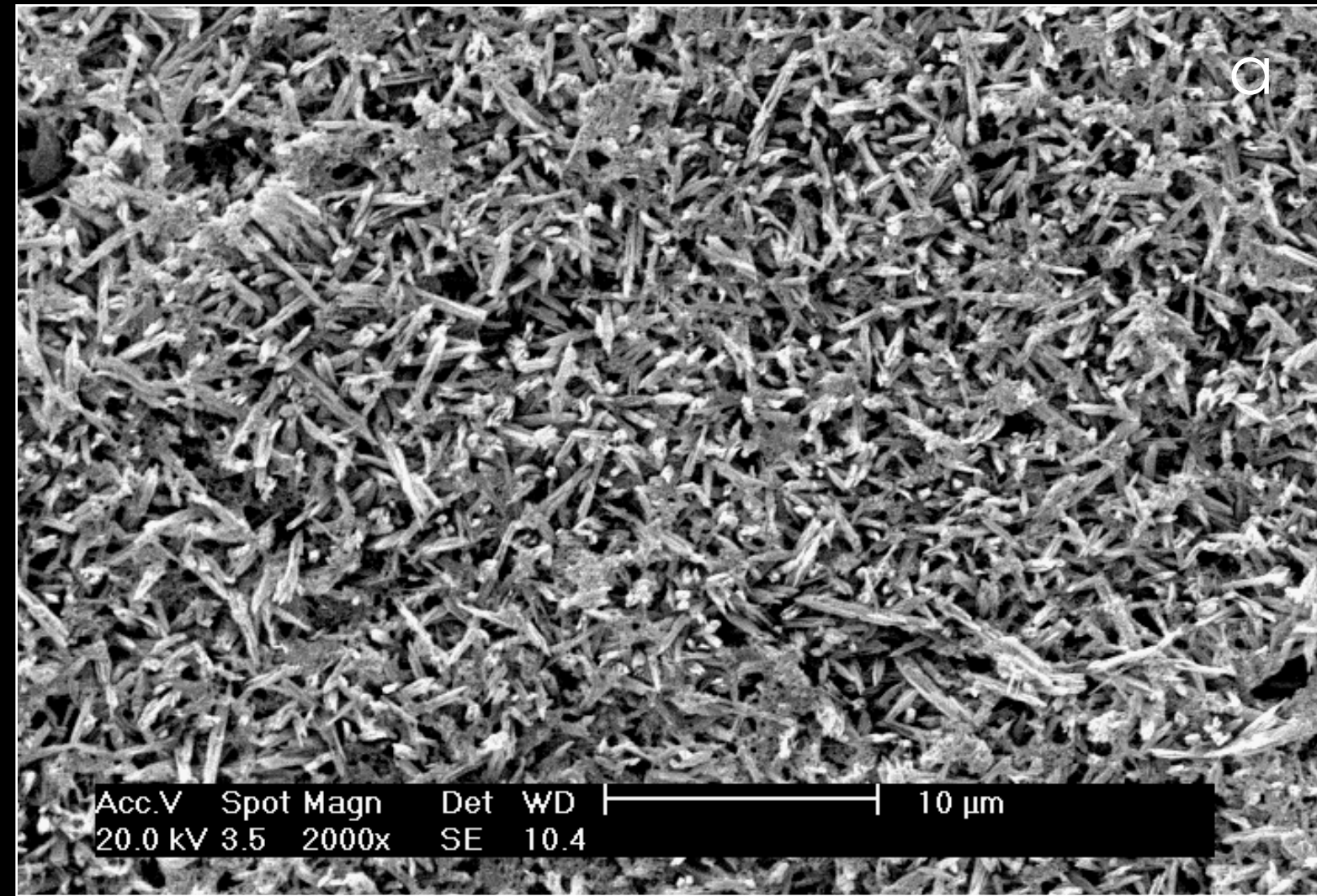


Figura 95a. Superfície da cerâmica E2 após o condicionamento com ácido HF e limpeza por aplicação de ácido fosfórico por 30 segundos. Esta técnica de limpeza pós-condicionamento não foi eficaz em remover os resíduos, que permaneceram depositados entre os cristais de dissilicato de lítio.

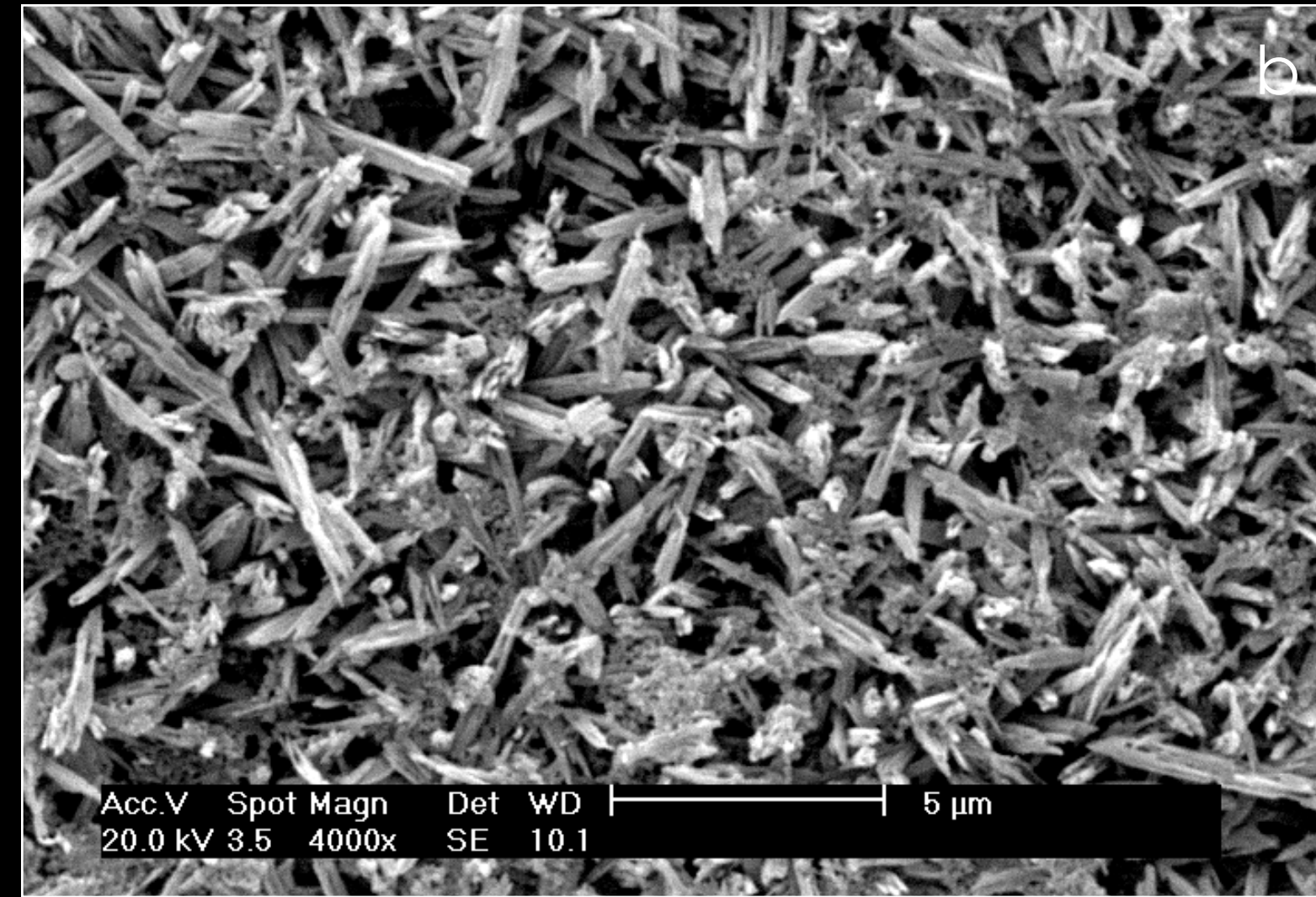


Figura 95b. Em maior aumento observa-se que o padrão de deposição não foi alterada pelo condicionamento com ácido fosfórico em comparação com o grupo E2SL.

GRUPO E2BU

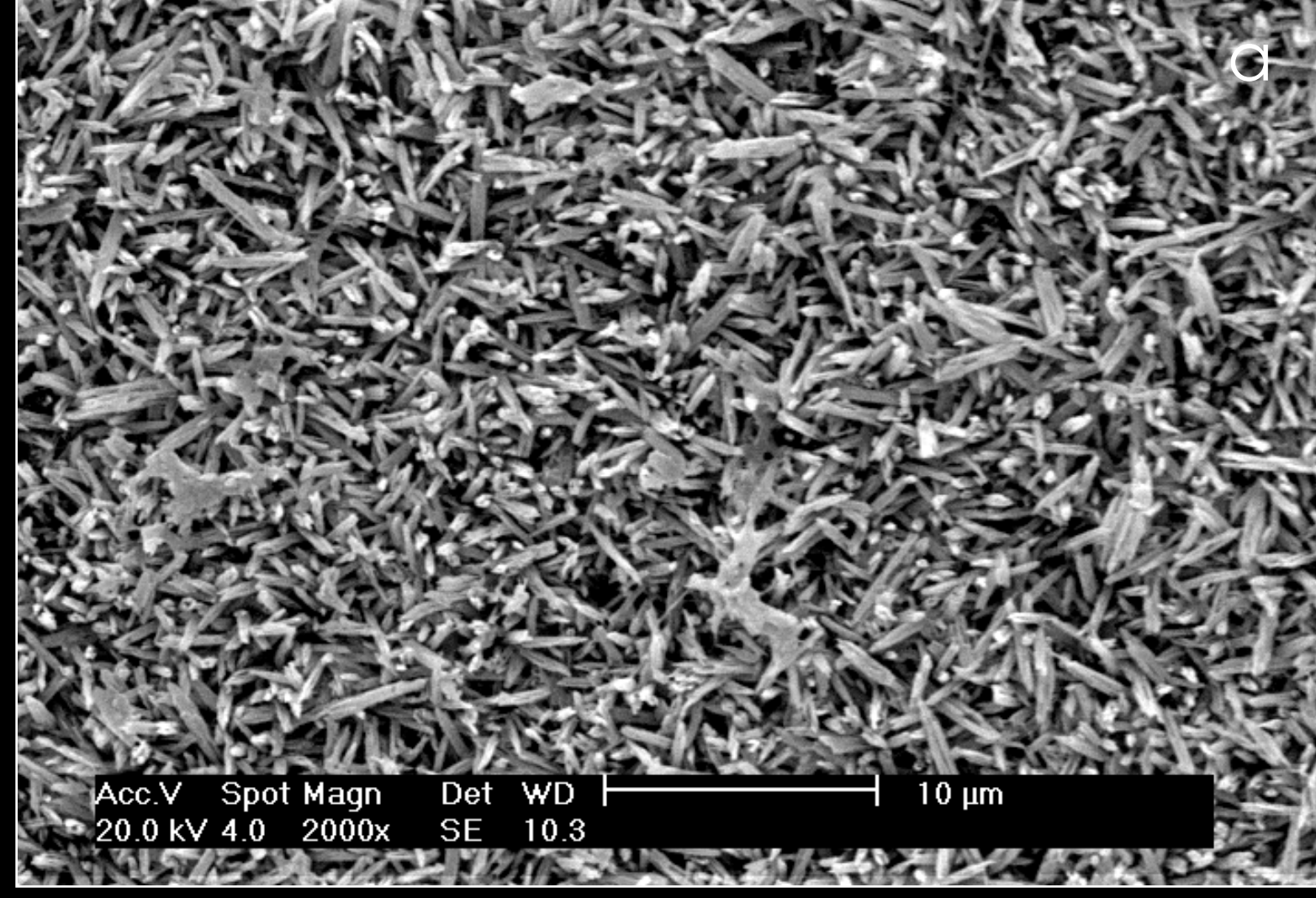


Figura 96a. Superfície da cerâmica E2 após a aplicação do ácido HF e posterior imersão em um banho ultra-sônico em água destilada por 5 minutos. As vibrações ultrasônicas mostraram-se capazes de promover o desprendimento dos resíduos sem que um condicionamento prévio com ácido fosfórico fosse necessário.

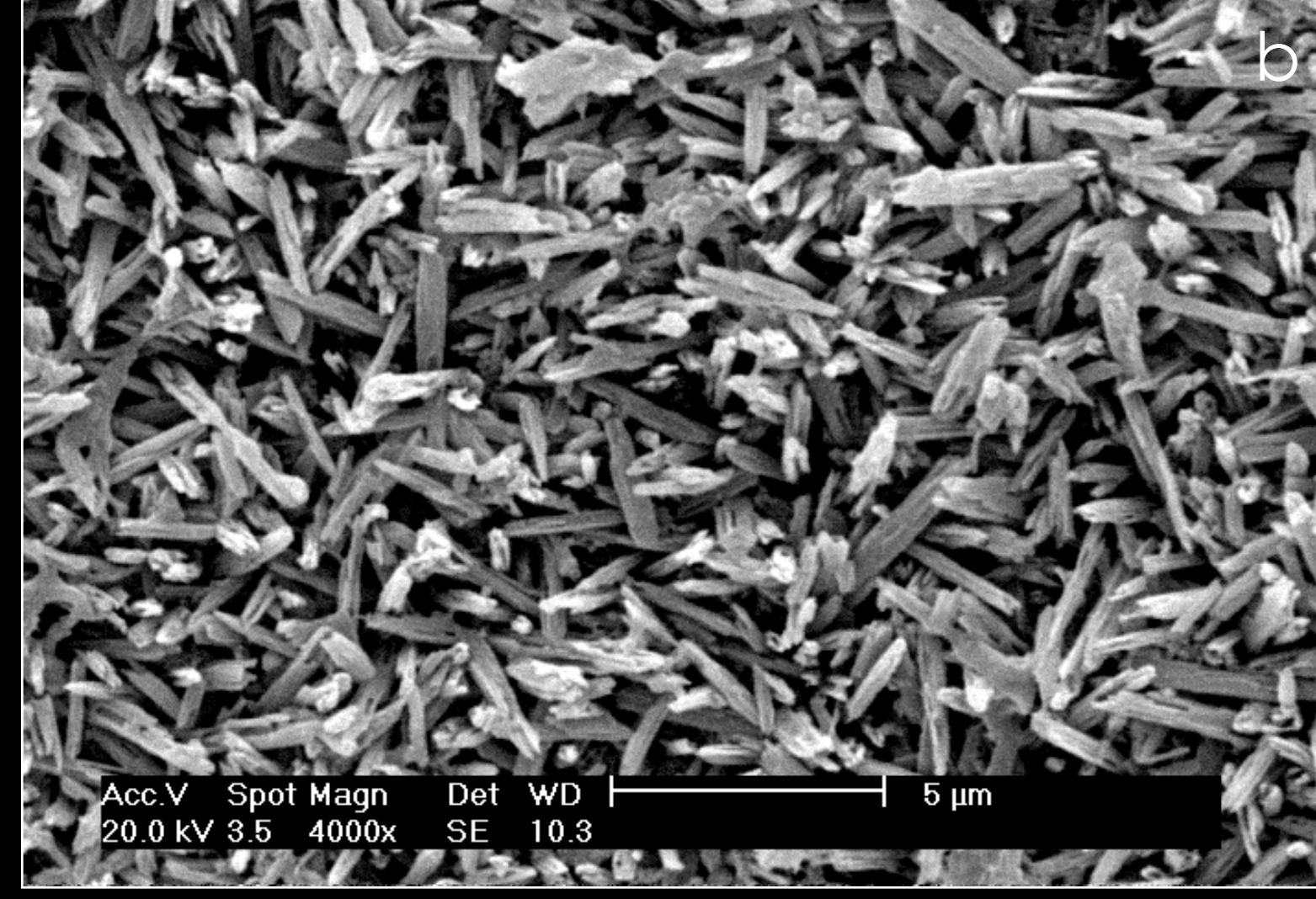


Figura 96b. Em maior aproximação, observa-se que os cristais e o espaço entre eles encontra-se completamente livre de depósitos.

96

GRUPO E2AFBU

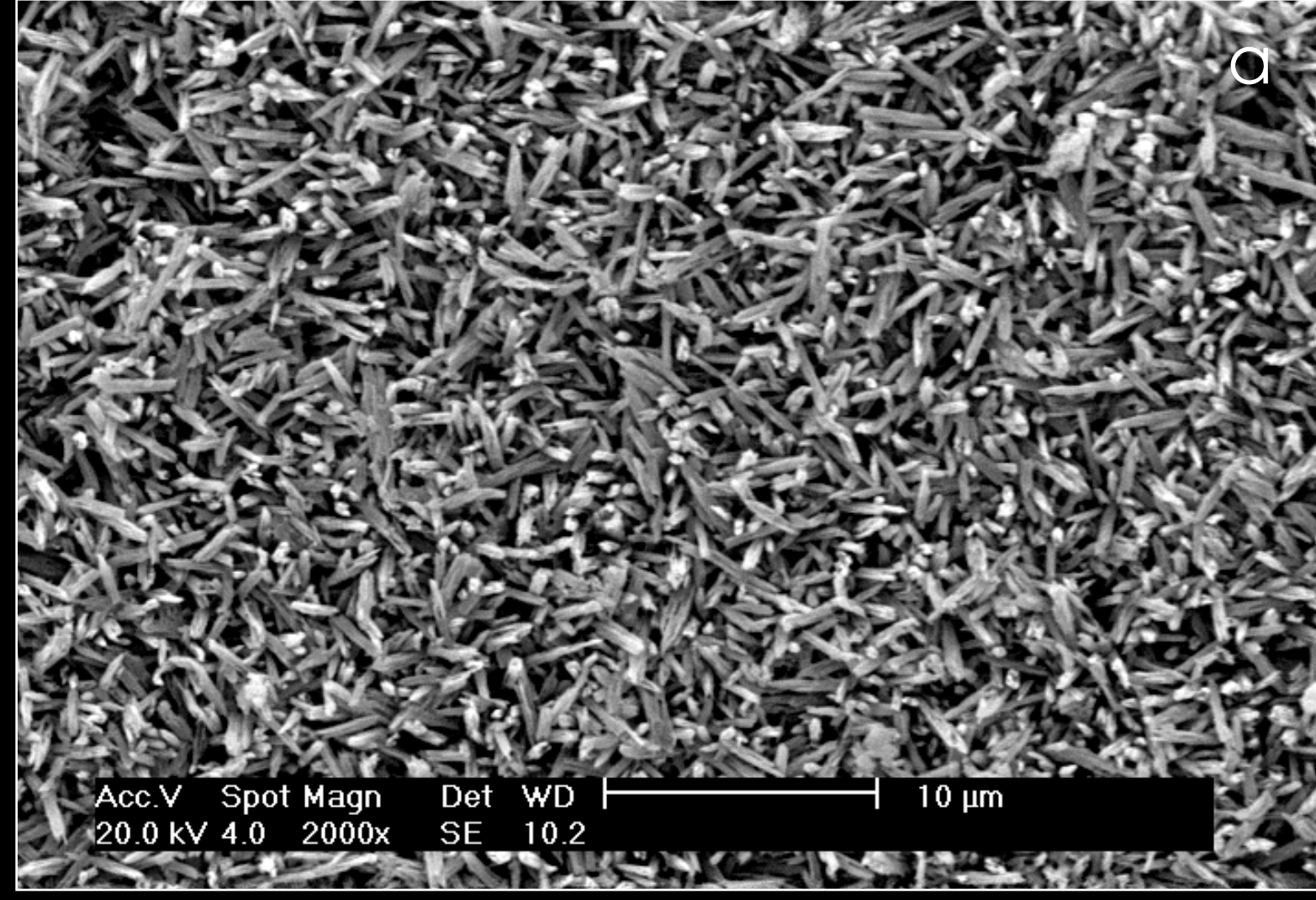


Figura 97a. Superfície da cerâmica E2 após a dissolução da matriz vítrea pelo ácido HF. A aplicação do ácido fosfórico por 30 segundos previamente ao banho ultrasônico mostrou-se eficaz na remoção da totalidade dos resíduos.

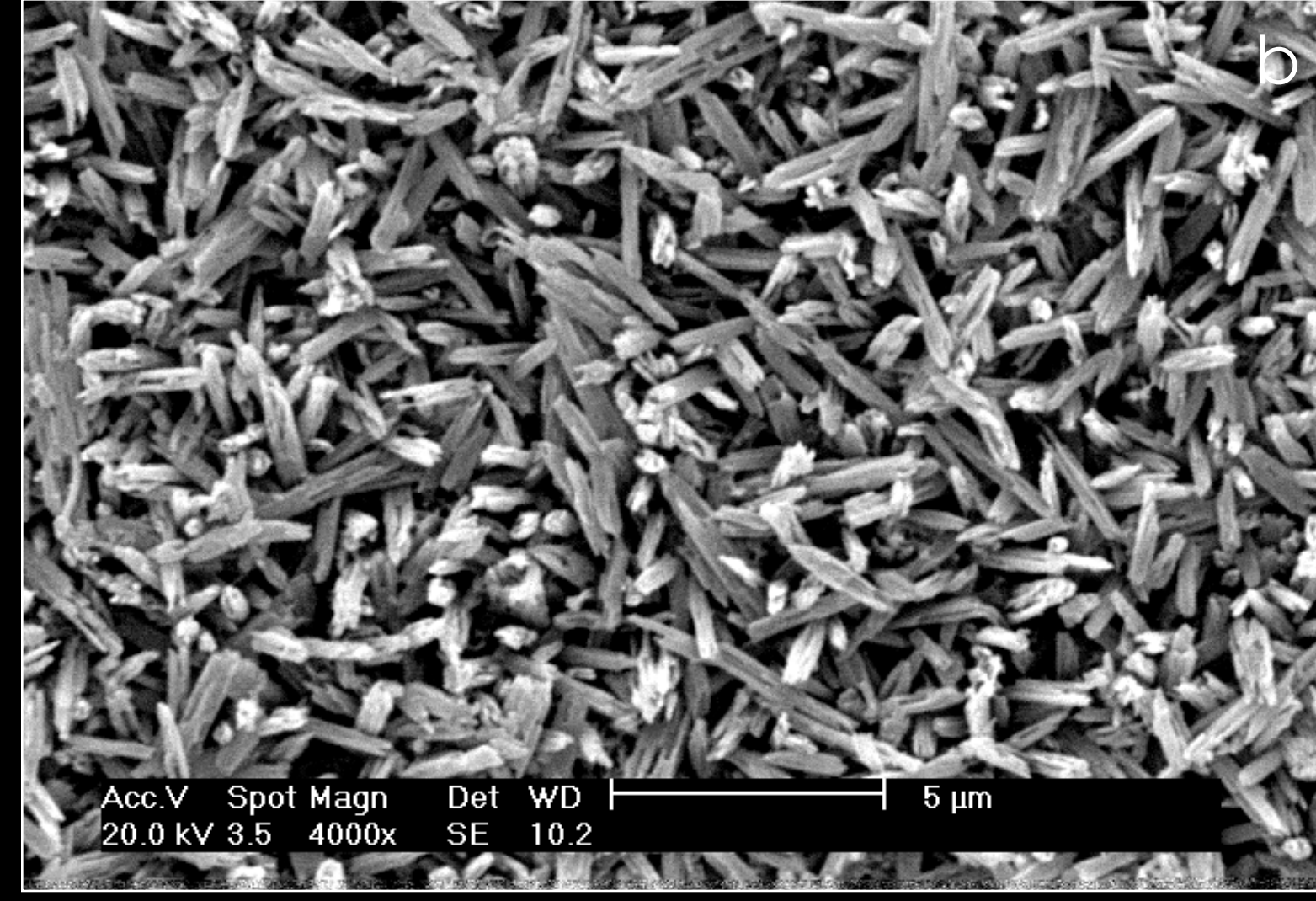


Figura 97b. Em um aumento de 4000x, constata-se a total eliminação dos resíduos que encontravam-se depositados entre os cristais.

97

GRUPO E2CSK

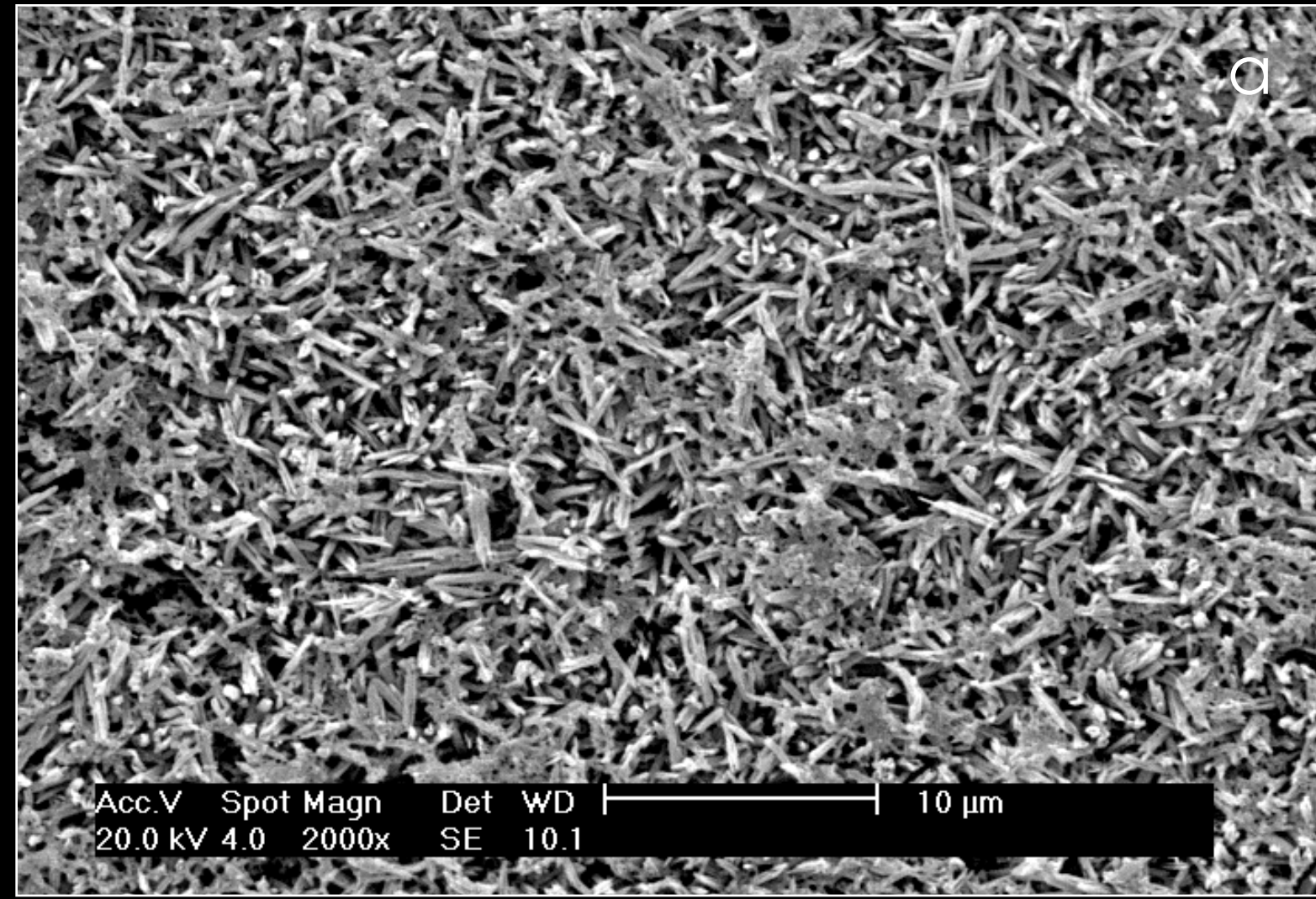


Figura 98a. Superfície da cerâmica E2 após o condicionamento com HF à 10% e aplicação do sistema de silanização Clearfil Silane Kit. Em menor aumento observa-se a permanência de resíduos entre os cristais de dissilicato de lítio, indicando a incapacidade do primer auto-condicionante em dissolver os silicatos precipitados.

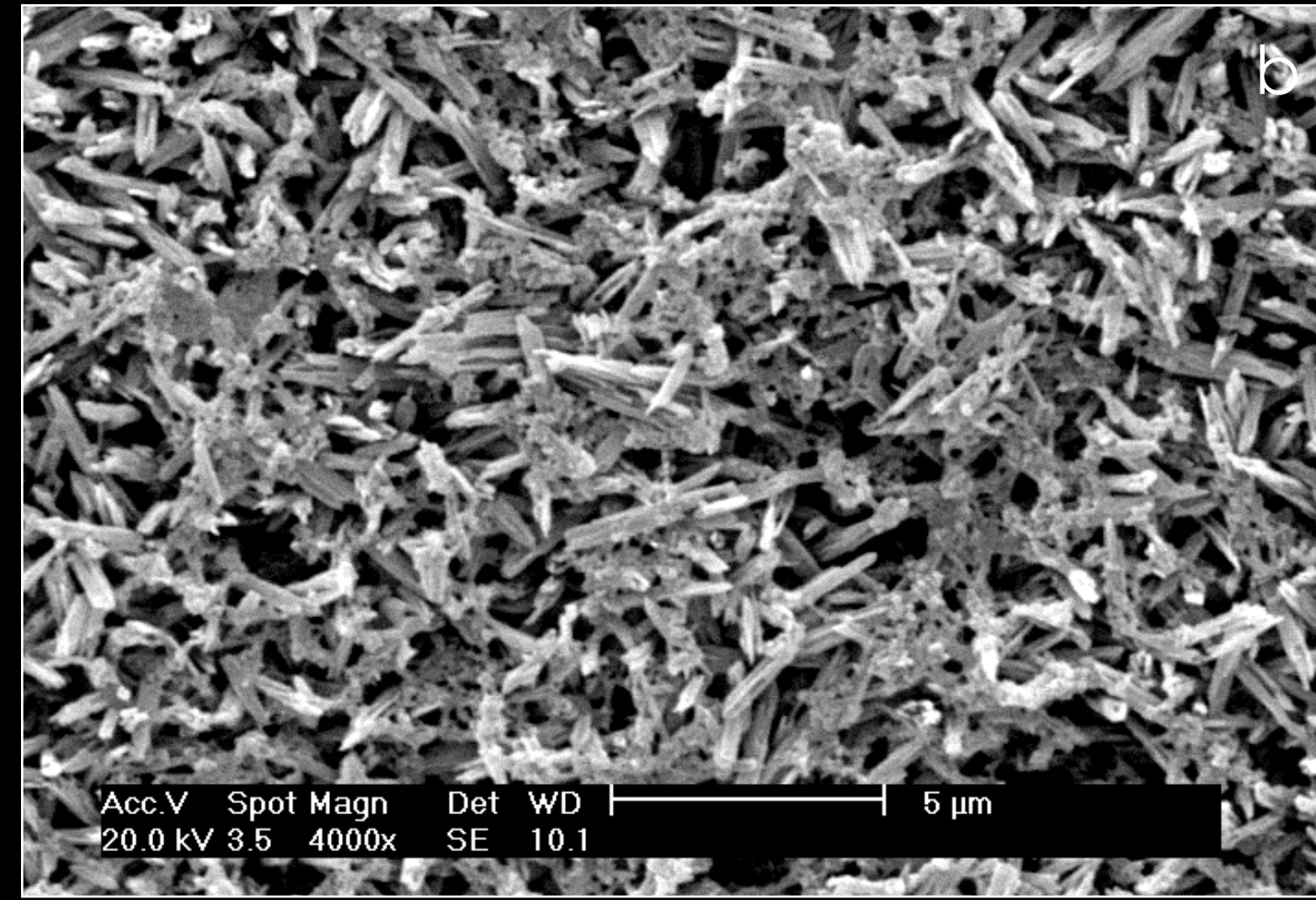


Figura 98b. Em maior aumento pode-se observar a baixa espessura e densidade dos resíduos depositados entre os cristais, no espaço previamente ocupado pela matriz vítrea.

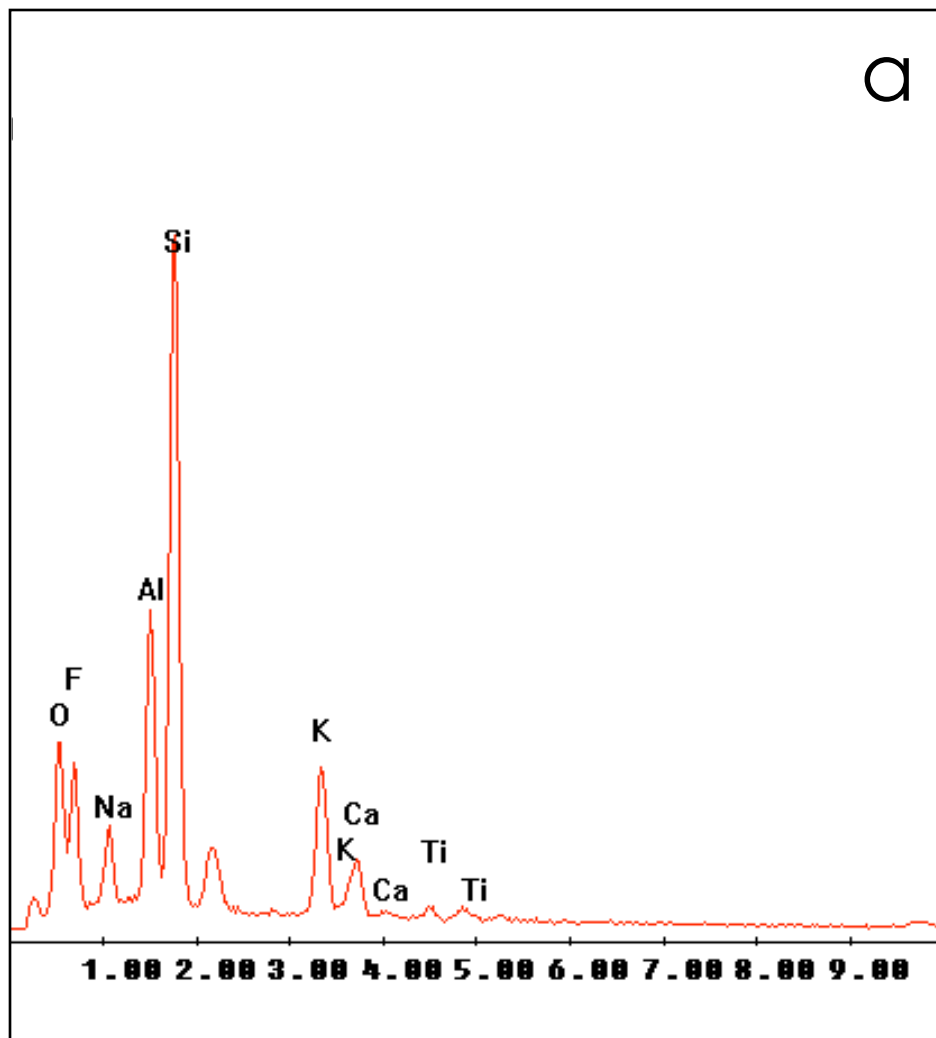
98

As fotomicrografias obtidas pelo MEV revelaram para o subgrupo EESL, a formação de uma camada espessa de depósitos com aparência esponjosa sobre toda a superfície cerâmica após o condicionamento com HF por 1 minuto e lavagem com água. Em maior aumento, a estrutura dos precipitados apresenta uma grande quantidade de poros, indicando provável permeabilidade. Quando a superfície foi lavada com um jato de ar-água, no subgrupo EEJAA, todos os depósitos foram completamente removidos, revelando a superfície condicionada subjacente. A superfície condicionada apresentou um padrão característico de cerâmicas ricas em leucita, onde a dissolução preferencial dos cristais é denunciada pelas cavidades criados no lugar dos cristais. Para os subgrupos EEJAA, EEAF e EEAFBU, a qualidade da remoção de resíduos mostrou-se equivalente. Para EEBU, a vibração ultrasônica não conseguiu remover os precipitados completamente, onde mínimos depósitos permaneceram sobre a superfície. A superfície tratada com o sistema auto-condicionante Clearfil SE Bond apresentou pouca eficácia na dissolução dos resíduos, onde a maioria das áreas apresentou-se completamente recoberta, e em cerca de 30% da área da amostra observada o padrão de limpeza caracterizou-se pela dissolução parcial dos precipitados, como mostrado na figura 92.

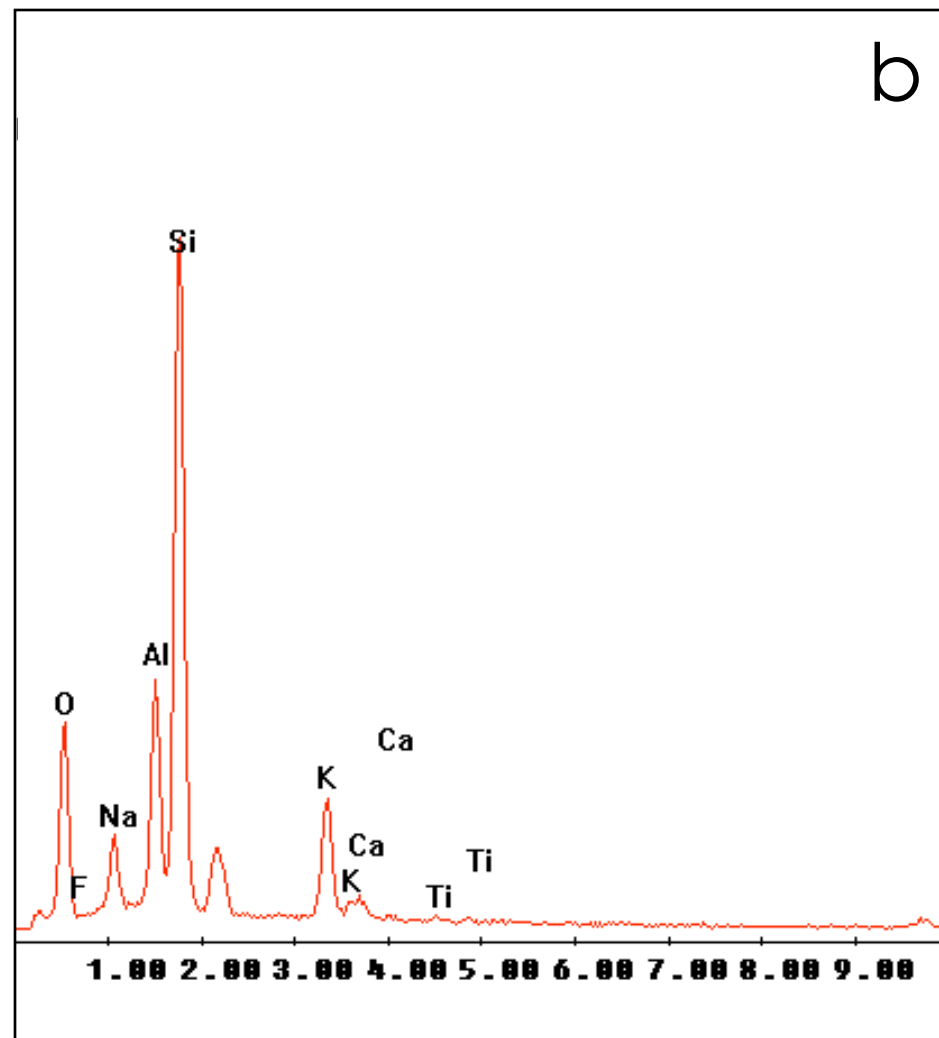
Para a cerâmica E2, as técnicas de limpeza JAA, BU e AFBU conseguiram produzir uma superfície completamente livre de detritos, expondo os espaços entre os cristais de dissilicato de lítio. Para os subgrupos SL, AF e CSK, depósitos finos de pouca densidade foram observados cobrindo parcialmente os espaços entre os cristais.

Os picos de distribuição dos elementos detectados para os grupos EE e E2 estão descritos nas Figuras 99 e 100. Os resultados quantitativos da distribuição química dos elementos detectados (O, F, Na, Al, Si, K, Ca e Ti) nas superfícies cerâmicas dos grupos de técnicas de limpeza para as cerâmicas EE e E2 estão descritos nos Quadros 1 a 12.

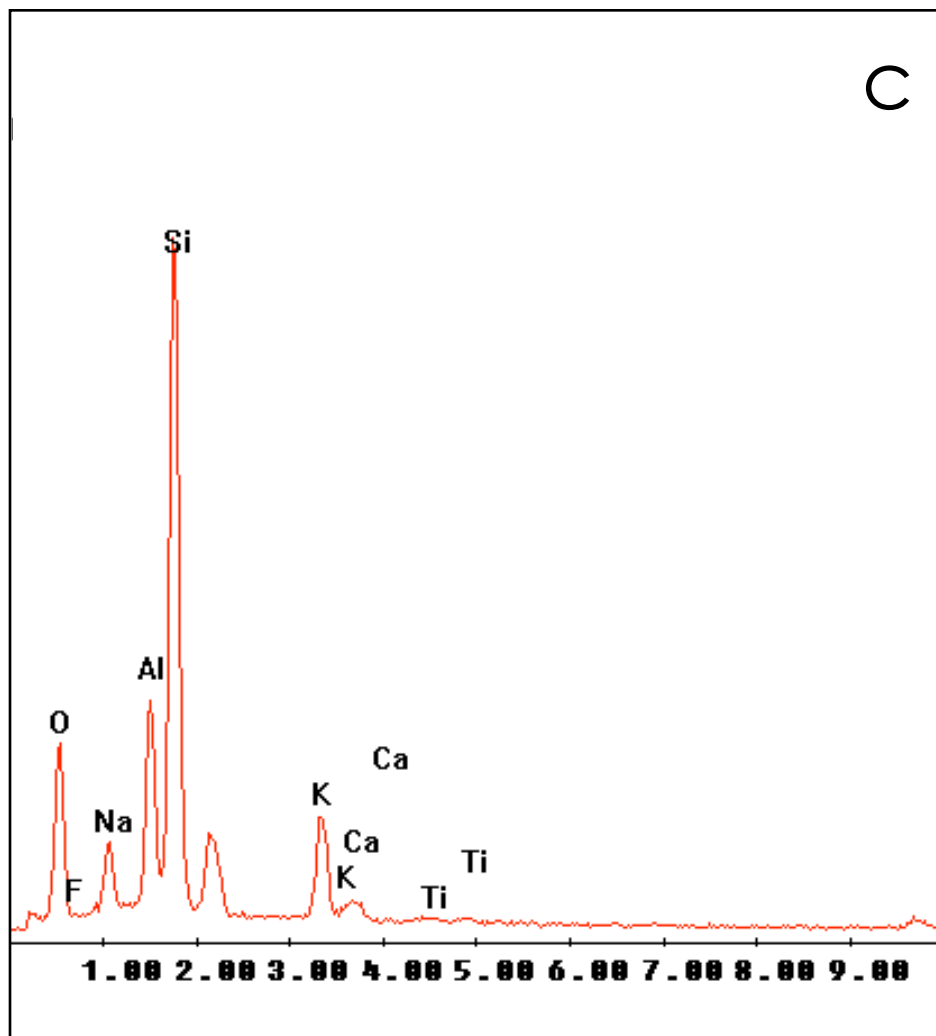
GRUPO EESL



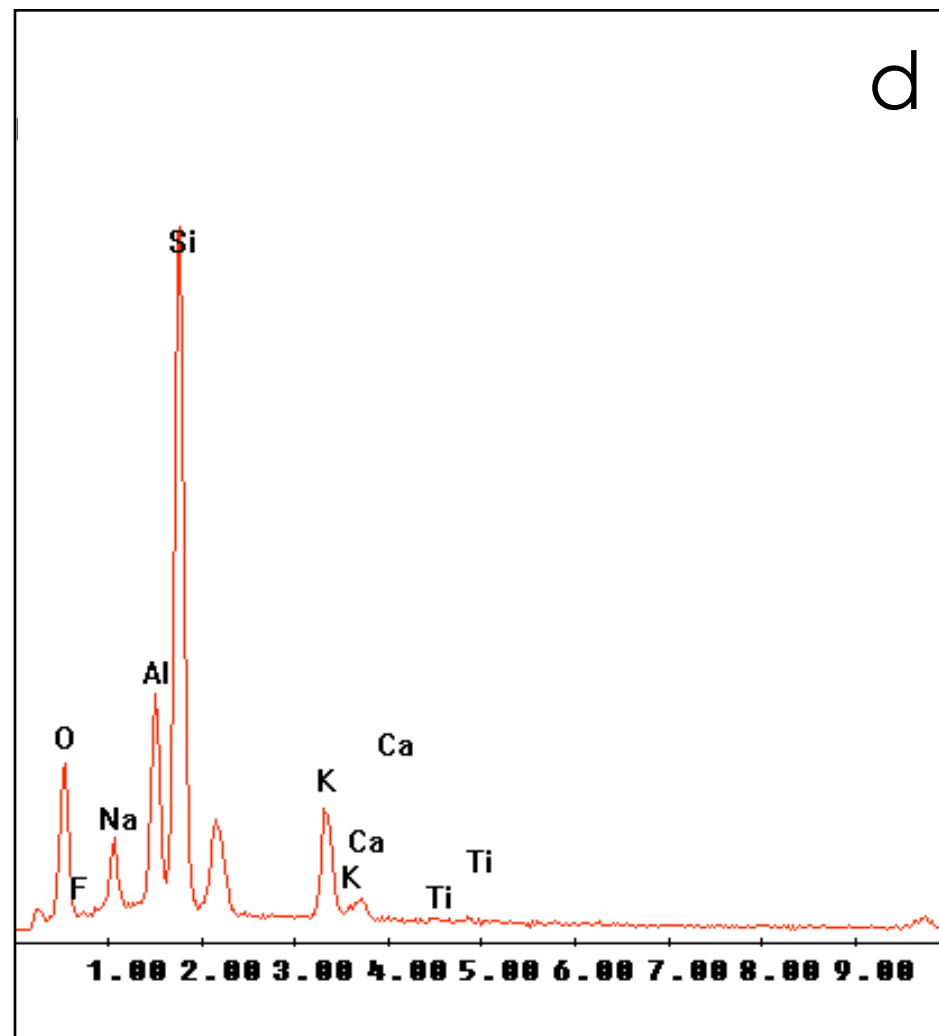
GRUPO EEJAA



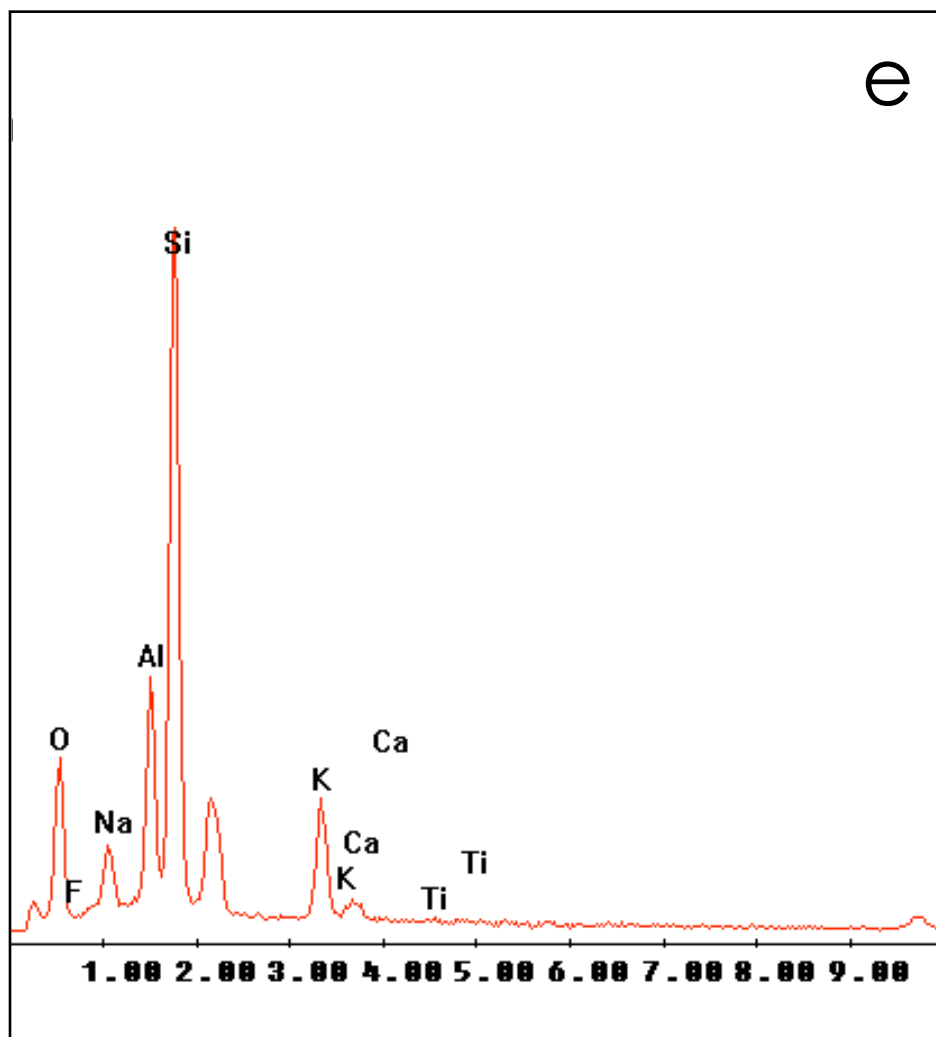
GRUPO EEAF



GRUPO EEBU



GRUPO EEAFBU



GRUPO EECCK

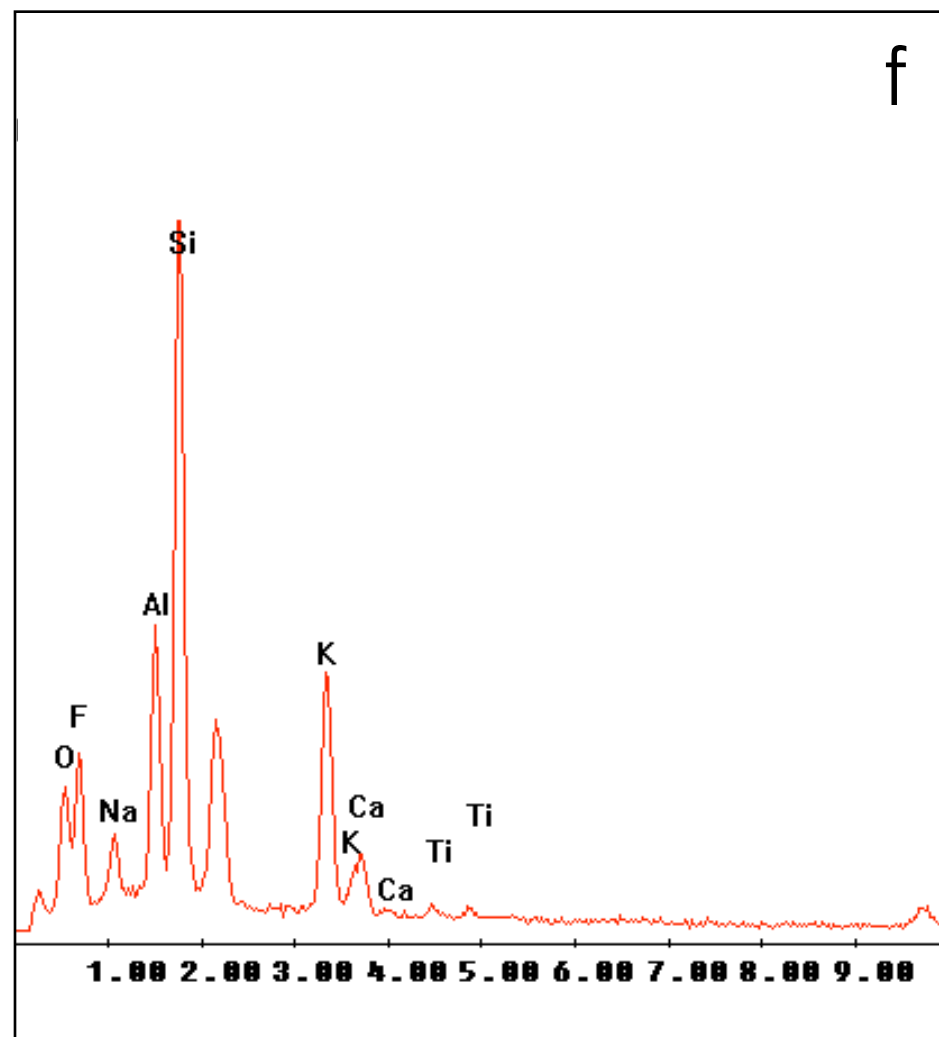
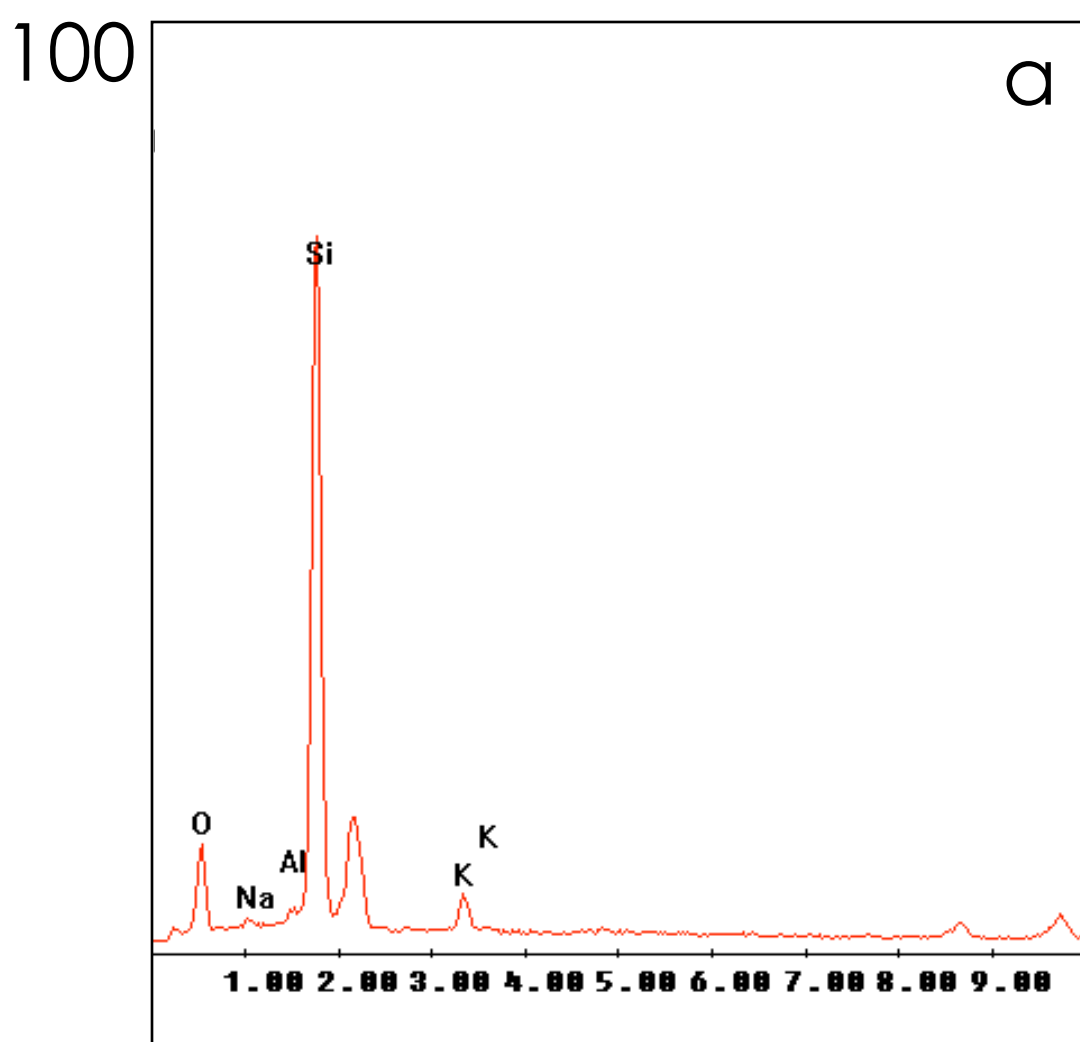
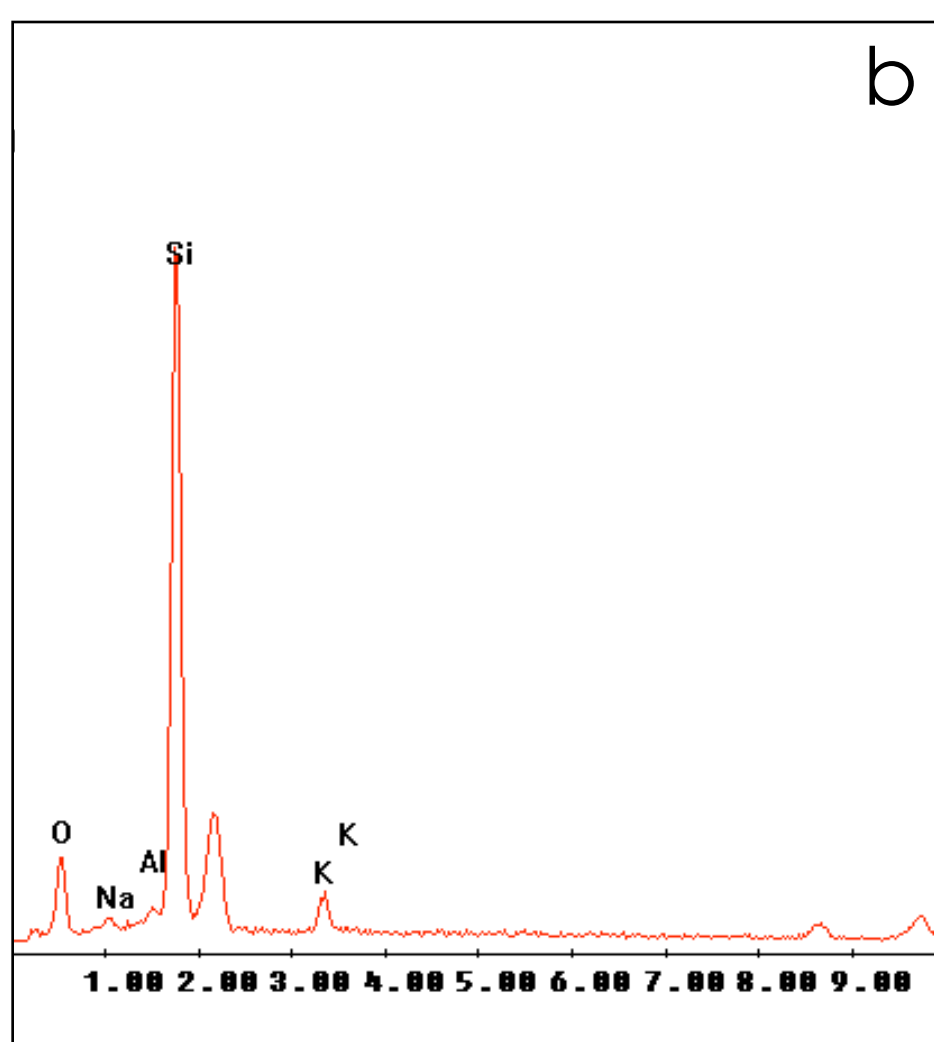


Figura 99a-f. Análise Química de Energia Dispersiva do grupo EE. Todos os subgrupos apresentaram picos associados aos elementos Si, Al, O, Na, K, Ca e Ti. Os subgrupos EESL e EECCK apresentaram picos referentes ao elemento químico Flúor (F), indicando sua presença na superfície escaneada. Associada à presença do Flúor, esses subgrupos apresentaram maior concentração de Cálcio (Ca) em comparação com os outros grupos, indicando fortemente a sua presença na composição dos resíduos. Para os demais subgrupos o elemento flúor não foi detectado. Os picos sem identificação referem-se ao elemento ouro (Au) utilizado para o recobrimento das amostras.

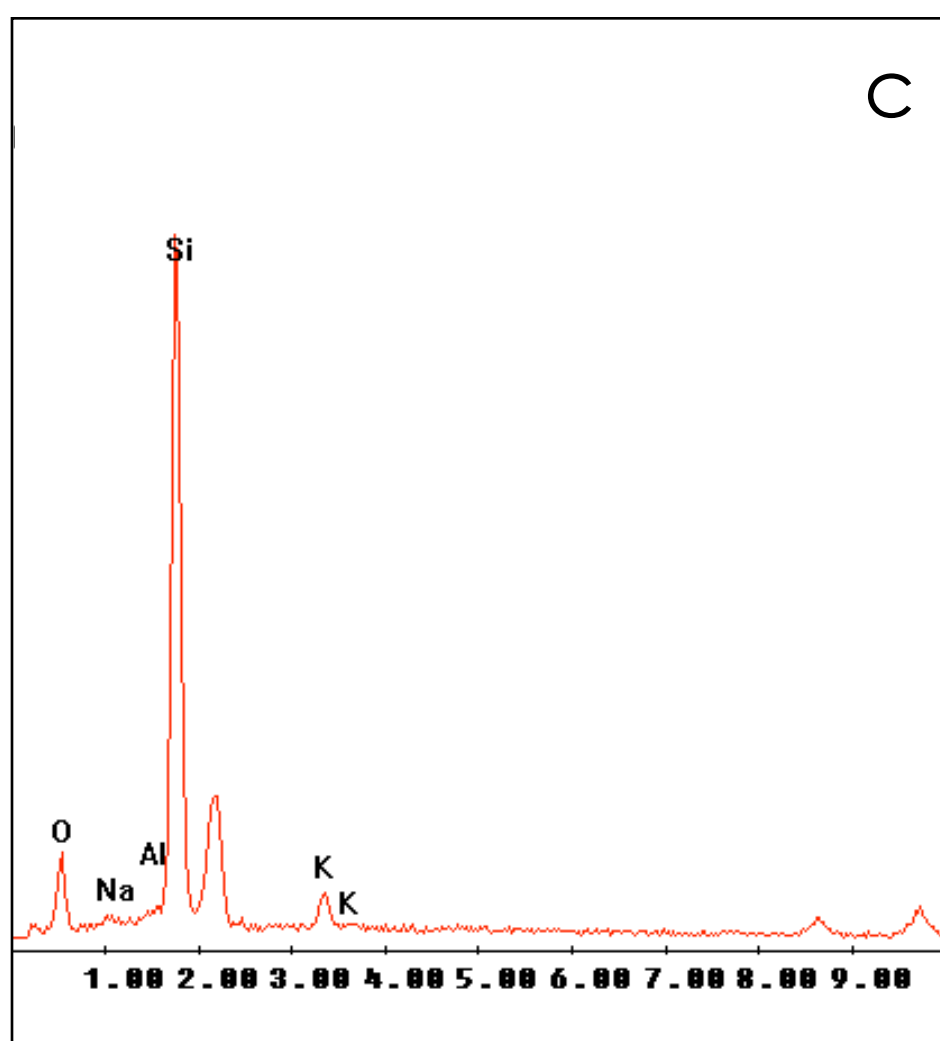
GRUPO E2SL



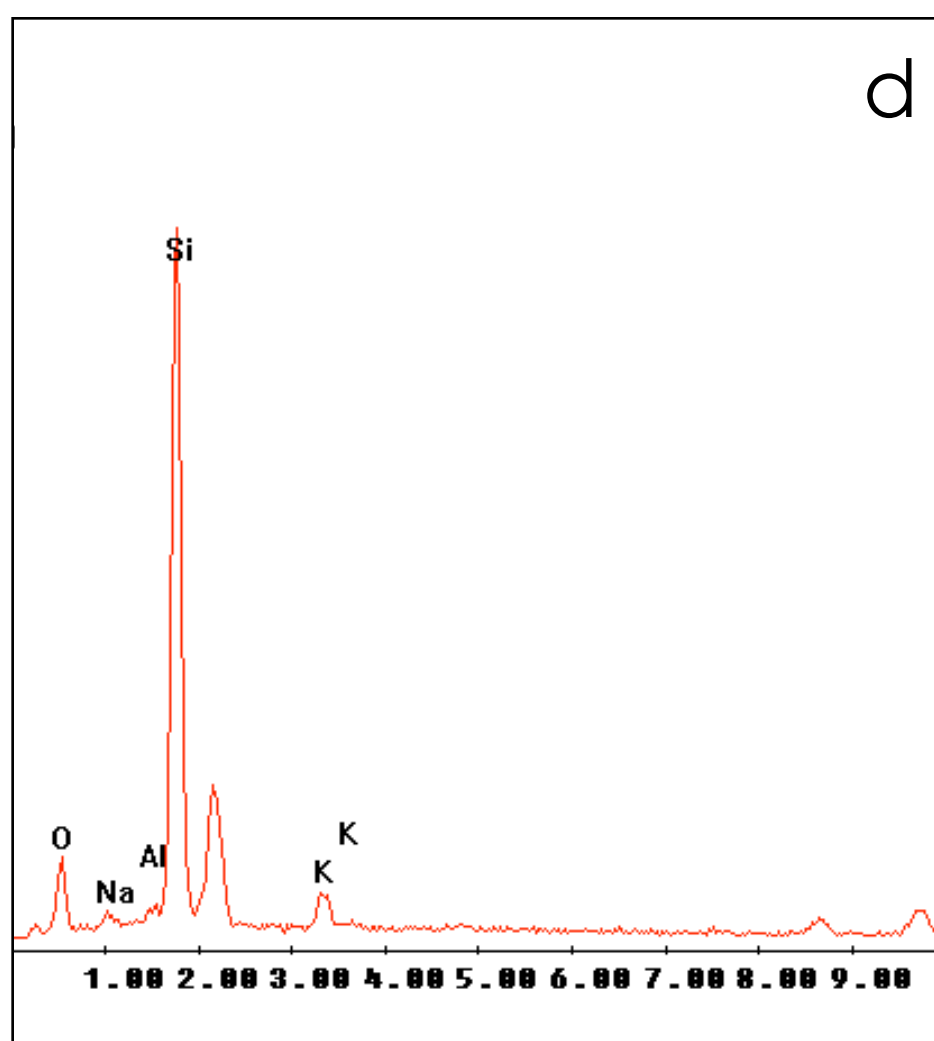
GRUPO E2JAA



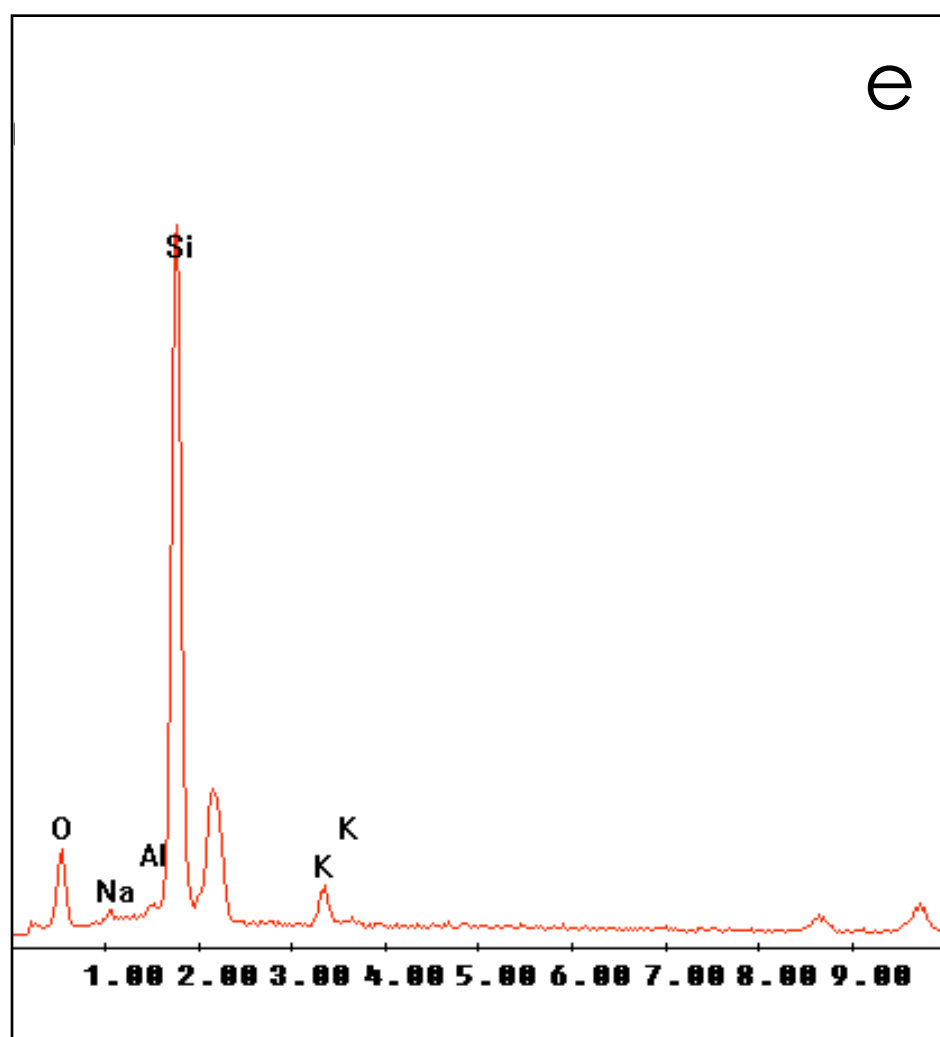
GRUPO E2AF



GRUPO E2BU



GRUPO E2AFBU



GRUPO E2CSK

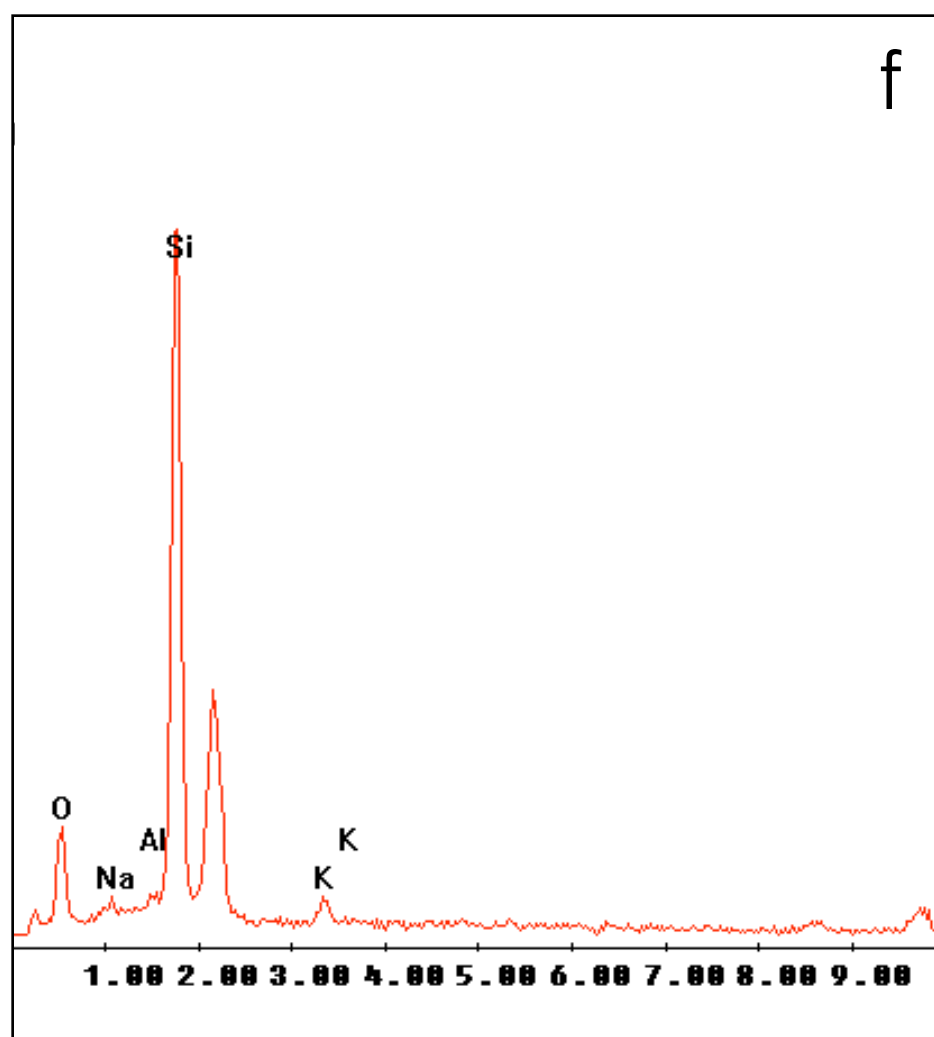


Figura 100a-f. Análise Química de Energia Dispersiva do grupo E2. Todos os subgrupos apresentam o mesmo perfil de composição e concentração química, onde picos são claramente associados aos elementos Si, Al, O, Na e K. Embora as microscopias tenham revelado presença de resíduos entre os cristais nos grupos E2SL, E2AF e E2CSK, o elemento químico Flúor (F) não foi detectado na superfície dessas amostras, indicando concentrações muito baixas ou que a composição dos resíduos não contém Flúor nessa cerâmica em particular. Os picos sem identificação referem-se ao elemento ouro (Au) utilizado para o recobrimento das amostras.

Elemento	Wt%	At%	K-Ratio
Oxigênio (O)	19,89	29,58	0,057
Flúor (F)	14,34	17,96	0,042
Sódio (Na)	4,13	4,27	0,021
Alumínio (Al)	12,11	10,68	0,092
Silício (Si)	31,81	26,95	0,247
Potássio (K)	11,8	7,18	0,104
Cálcio (Ca)	4,62	2,74	0,041
Titânio (Ti)	1,31	0,65	0,011

Quadro 1. Distribuição química do grupo EESL. Wt=peso.

Elemento	Wt%	At%	K-Ratio
Oxigênio (O)	27,62	41,04	0,08
Flúor (F)	0	0	0
Sódio (Na)	4,77	4,93	0,027
Alumínio (Al)	11,78	10,38	0,094
Silício (Si)	41,18	34,86	0,329
Potássio (K)	12,06	7,33	0,104
Cálcio (Ca)	1,9	1,13	0,016
Titânio (Ti)	0,69	0,34	0,005

Quadro 2. Distribuição química do grupo EEJAA. Wt=peso.

Elemento	Wt%	At%	K-Ratio
Oxigênio (O)	26,63	39,83	0,076
Flúor (F)	0	0	0
Sódio (Na)	4,74	4,93	0,027
Alumínio (Al)	11,62	10,31	0,093
Silício (Si)	42,31	36,05	0,339
Potássio (K)	11,77	7,2	0,101
Cálcio (Ca)	2,23	1,33	0,019
Titânio (Ti)	0,7	0,35	0,005

Quadro 3. Distribuição química do grupo EEAF. Wt=peso.

Elemento	Wt%	At%	K-Ratio
Oxigênio (O)	25,24	38,13	0,071
Flúor (F)	0,26	0,33	0
Sódio (Na)	4,55	4,78	0,026
Alumínio (Al)	11,69	10,47	0,0941
Silício (Si)	42,85	36,88	0,345
Potássio (K)	12,51	7,73	0,107
Cálcio (Ca)	2,15	1,3	0,018
Titânio (Ti)	0,75	0,38	0,006

Quadro 4. Distribuição química do grupo EEBU. Wt=peso.

Elemento	Wt%	At%	K-Ratio
Oxigênio (O)	24,98	37,79	0,07
Flúor (F)	0	0	0
Sódio (Na)	4,64	4,88	0,027
Alumínio (Al)	11,9	10,68	0,096
Silício (Si)	43,44	37,44	0,349
Potássio (K)	12,48	7,73	0,107
Cálcio (Ca)	1,99	1,2	0,017
Titânio (Ti)	0,56	0,29	0,004

Quadro 5. Distribuição química do grupo EAFBU. Wt= Wt=peso.

Elemento	Wt%	At%	K-Ratio
Oxigênio (O)	16,2	24,8	0,042
Flúor (F)	15,85	20,43	0,047
Sódio (Na)	4,3	4,58	0,022
Alumínio (Al)	10,81	9,81	0,082
Silício (Si)	30,51	26,6	0,239
Potássio (K)	16,81	10,53	0,149
Cálcio (Ca)	4,32	2,64	0,038
Titânio (Ti)	1,22	0,62	0,01

Quadro 6. Distribuição química do grupo EECSK. Wt=peso.

Elemento	Wt%	At%	K-Ratio
Oxigênio (O)	30,56	44,07	0,075
Flúor (F)	0	0	0
Sódio (Na)	1,17	1,17	0,005
Alumínio (Al)	1,15	0,98	0,008
Silício (Si)	61,19	50,27	0,519
Potássio (K)	5,94	3,51	0,046
Cálcio (Ca)	0	0	0
Titânio (Ti)	0	0	0

Quadro 7. Distribuição química do grupo E2SL. Wt=peso.

Elemento	Wt%	At%	K-Ratio
Oxigênio (O)	28,8	41,96	0,07
Flúor (F)	0	0	0
Sódio (Na)	1,4	1,42	0,006
Alumínio (Al)	1,56	1,35	0,012
Silício (Si)	62,35	51,75	0,528
Potássio (K)	5,89	3,51	0,045
Cálcio (Ca)	0	0	0
Titânio (Ti)	0	0	0

Quadro 8. Distribuição química do grupo E2JAA. Wt=peso.

Elemento	Wt%	At%	K-Ratio
Oxigênio (O)	26,47	39,18	0,063
Flúor (F)	0	0	0
Sódio (Na)	1,05	1,08	0,005
Alumínio (Al)	1,59	1,4	0,012
Silício (Si)	64,83	54,67	0,0556
Potássio (K)	6,06	3,67	0,046
Cálcio (Ca)	0	0	0
Titânio (Ti)	0	0	0

Quadro 9. Distribuição química do grupo E2AF. Wt=peso.

Elemento	Wt%	At%	K-Ratio
Oxigênio (O)	26,12	38,72	0,062
Flúor (F)	0	0	0
Sódio (Na)	1,54	1,58	0,007
Alumínio (Al)	1,65	1,45	0,012
Silício (Si)	64,63	54,57	0,552
Potássio (K)	6,07	3,68	0,046
Cálcio (Ca)	0	0	0
Titânio (Ti)	0	0	0

Quadro 10. Distribuição química do grupo E2BU. Wt=peso.

Elemento	Wt%	At%	K-Ratio
Oxigênio (O)	27,12	39,95	0,065
Flúor (F)	0	0	0
Sódio (Na)	1,22	1,26	0,005
Alumínio (Al)	1,67	1,46	0,013
Silício (Si)	64,08	53,77	0,547
Potássio (K)	5,9	3,56	0,045
Cálcio (Ca)	0	0	0
Titânio (Ti)	0	0	0

Quadro 11. Distribuição química do grupo E2AFBU. Wt=peso.

Elemento	Wt%	At%	K-Ratio
Oxigênio (O)	25,19	37,44	0,08
Flúor (F)	0	0	0
Sódio (Na)	1,05	1,08	0,006
Alumínio (Al)	1,77	1,56	0,015
Silício (Si)	67,64	57,27	0,614
Potássio (K)	4,35	2,65	0,0361
Cálcio (Ca)	0	0	0
Titânio (Ti)	0	0	0

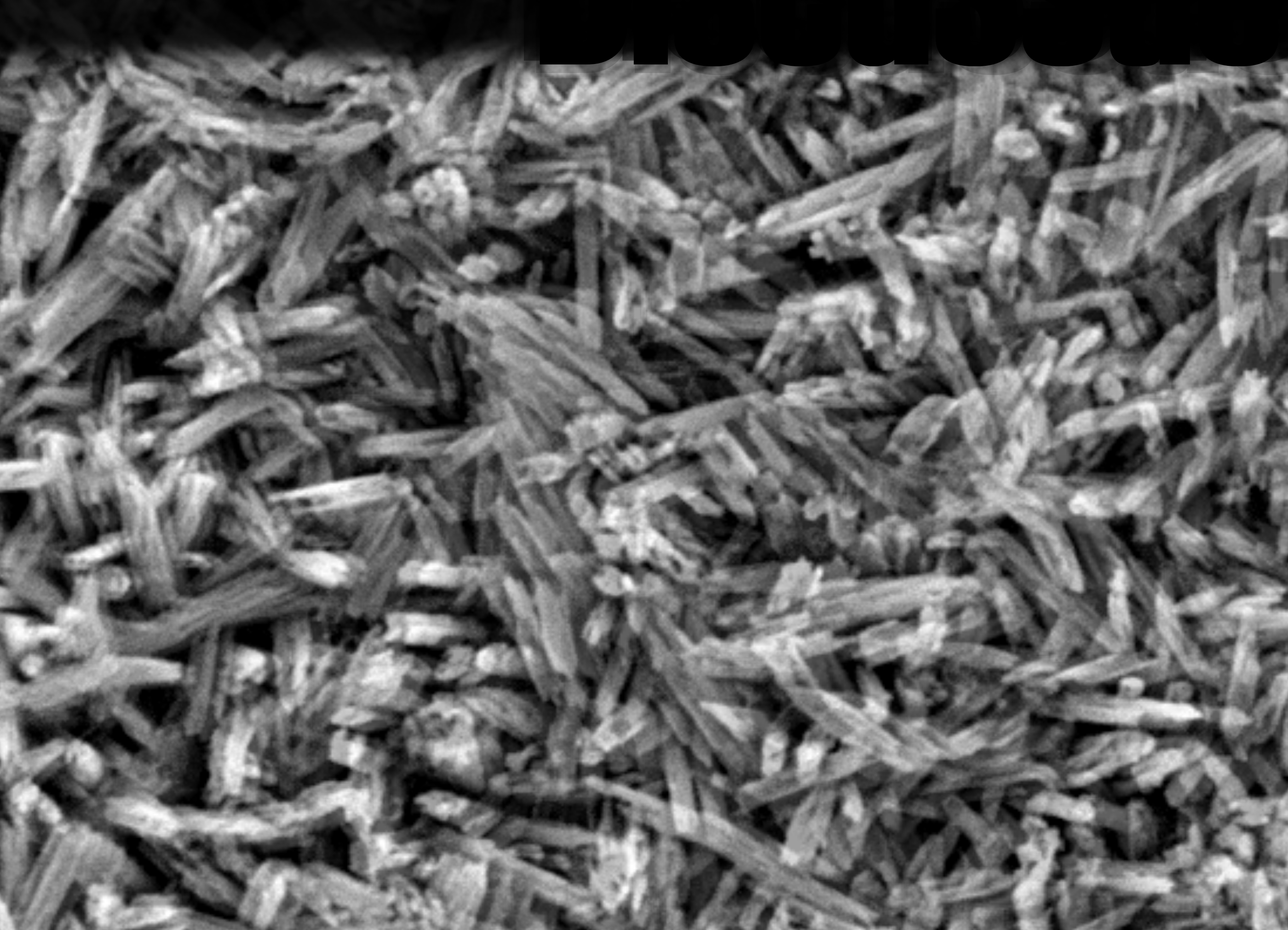
Quadro 12. Distribuição química do grupo E2CSK. Wt=peso.

A análise química por energia dispersiva de raios-x detectou, na superfície da cerâmica IPS Empress Esthetic, os elementos O, Si, Na, Al, K, Ca, Ti e F. O elemento Flúor foi apenas detectado para os subgrupos que apresentaram resíduos na superfície, como o subgrupo EESL e o EECSK. Os gráficos de distribuição química mostram a presença de picos de Flúor para os subgrupos EESL e EECSK, enquanto para os demais grupos este elemento não é detectado. Com a remoção dos resíduos não apenas o pico do elemento Flúor diminuiu, mas a concentração do elemento Cálcio também mostrou significativa regressão, como observado nos quadros das concentrações detectadas para cada elemento. Tanto para o subgrupo EESL como para o subgrupo EECSK, a detecção do elemento Oxigênio presente na superfície cerâmica pareceu ser obstruída pela presença da camada espessa de resíduos. Um achado interessante foi o aumento da concentração do elemento Potássio na superfície tratada com o sistema auto-condicionante, no subgrupo EECSK, em comparação com os outros grupos.

Na superfície da cerâmica IPS Empress 2 os elementos O, Si, Na, Al e K foram detectados. Sódio, Alumínio e Potássio foram detectados em menor concentração da que a que foi encontrada na cerâmica rica em leucita. Os elementos F, Ca e Ti não foram detectados, como na cerâmica IPS Empress Esthetic. Flúor não foi detectado em nenhum grupo, mesmo naqueles que apresentaram deposição de resíduos.



Discussion



6 DISCUSSÃO

O teste de microtração gera resultados mais representativos da resistência de união entre dois substratos por permitir o desenvolvimento de tensões mais homogêneas e a maior incidência de falhas adesivas (PASHLEY et al., 1999; PASHLEY et al., 1995). O presente estudo utilizou um processo diferente dos tradicionais para a produção dos espécimes de microtração, onde cilindros de resina composta foram aderidos diretamente à superfície cerâmica sem que procedimentos de corte ou desgaste fossem necessários. Essa técnica possibilitou a produção de espécimes orientados perpendicularmente à superfície do substrato, o que, teoricamente, favoreceria a distribuição homogênea através da interface adesiva, pela transmissão de tensões puras de tração.

A grande vantagem relacionada à maneira como os espécimes deste estudo foram produzidos refere-se à ausência da necessidade de procedimentos de corte ou desgaste como utilizado em outras técnicas. Os processos de preparo de espécimes para microtração freqüentemente geram a produção de trincas e defeitos na interface e nos substratos capazes de iniciar falhas catastróficas antes que o teste possa registrar os seus valores máximos de resistência de união, resultando em médias mais baixas que os seus valores reais (FERRARI et al., 2002; GORACCI et al., 2004; SADEK et al., 2005).

A ocorrência de falhas prematuras durante a fabricação dos espécimes põe em evidência essa limitação do método tradicional. Embora o uso de pontas diamantadas gere mais estresse sobre a interface do que processos que requerem o uso de discos diamantados para a produção de cortes sucessivos, levando a um maior número de falhas prematuras durante a produção de espécimes do tipo ampulheta (BETAMAR; CARDEW; VAN NOORT, 2007a; GORACCI et al., 2004; PHRUKKANON; BURROW; TYAS, 1998b), a fabricação de espécimes em forma de palito também apresenta consequências danosas à interface (BOUILLAGUET et al., 2001; DELLA BONA; ANUSAVICE; SHEN, 2000; PASHLEY et al., 1999). Reis et al. (2005) encontraram diferenças significativas entre grupos de espécimes do tipo palito que sofreram cortes em velocidades distintas. Se a mera variação da velocidade de corte é capaz de produzir espécimes com interfaces sujeitas a falhas sob forças significativamente menores, a evidência de que o processo de corte constitui uma variável capaz de comprometer a real mensuração dos valores de resistência de união dos espécimes parece inegável. O estresse gerado pelos cortes pode provocar falhas ou aumentar as já existentes, de modo que uma menor força seria necessária para provocar a sua propagação. Ao contrário dos defeitos estruturais e perdas de estrutura freqüentemente apresentadas na região dos cantos de espécimes do tipo palito (SADEK et al., 2005), nenhum tipo de defeito foi observado nos espécimes utilizados neste estudo (Figs. 101 e 102).

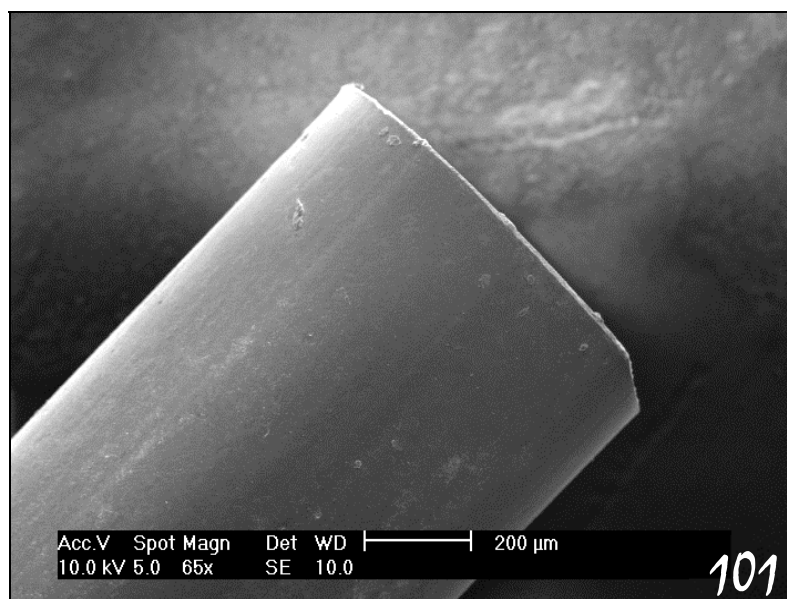


Figura 101. Micrografia de um espécimes deste estudo.

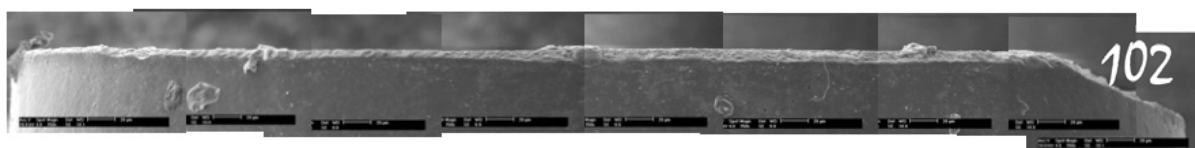


Figura 102. Vista aproximada do borda do espécime da figura 104. Nota-se a ausência de defeitos na superfície.

Essa parece ser uma explicação plausível para os elevados valores de resistência adesiva encontrados no presente estudo. Assim, na ausência de qualquer tipo de variável relacionada ao preparo, os autores acreditam que as falhas tenham sido decorrentes de falhas intrínsecas às interfaces, falhas intrínsecas aos materiais ou até mesmo que tenham sido atingidos os seus valores máximos de resistência coesiva.

No entanto, a maneira como os espécimes desse estudo foram fabricados resultou na formação de uma película de resina composta ao redor de toda a sua base. Durante o assentamento sobre o substrato cerâmico, uma pequena quantidade de material ficou aprisionada entre a superfície cerâmica e o cilindro de silicone, formando uma pequena

espessura de resina composta polimerizada sobre o agente adesivo. Embora Van Noort et al. (1991) tenha atribuído a elevação da resistência adesiva à presença de uma película de adesivo de 50 μ m em um teste de tração, no presente estudo a película formada pela camada adesiva e a resina composta não chegou a apresentar tais dimensões (Fig. 81b). A fina espessura da película de resina composta pode ser observada em um local onde ocorreu ruptura (Figs. 103 e 104). A possibilidade da presença da película de adesivo e de resina composta ter influenciado os valores de resistência de união dos espécimes deve ser considerada, e estudos adicionais são necessários para elucidar esta questão.

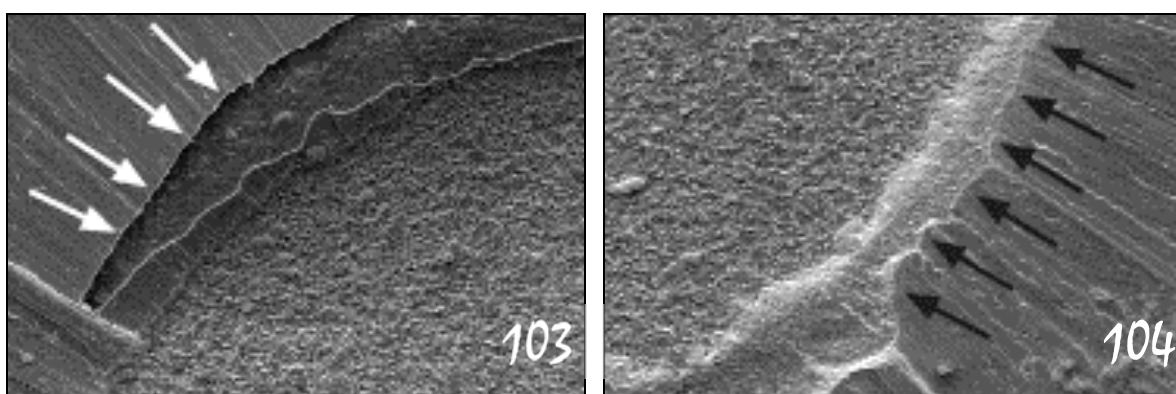


Figura 103 e 104. Aumentos da Figura 83a, mostrando a espessura da película de resina sobre o película de adesivo.

As superfícies de todos os grupos foram condicionadas com ácido hidrófluorídrico e lavadas em água corrente. Para a cerâmica IPS Empress Esthetic, tanto a dissolução da matriz vítrea como dos cristais de leucita foi observada, embora a corrosão preferencial tenha ocorrido na fase cristalina. A formação de cavidades resultantes da dissolução dos cristais de leucita tornou a superfície altamente retentiva e receptiva ao agente silano

e ao agente adesivo. Para a cerâmica IPS Empress 2, um tempo de condicionamento de 20 segundos foi suficiente para expor os cristais e modificar a topografia da superfície. Para essa cerâmica a retenção deu-se pela infiltração do agente adesivo nos espaços referentes à matriz dissolvida, ao contrário do que ocorreu na cerâmica IPS Empress Esthetic, em que as áreas retentivas resultaram da dissolução dos cristais. A manutenção dos resíduos resultantes do condicionamento ácido, no entanto, alterou essa dinâmica para alguns grupos.

Os resultados do teste de resistência de união à microtração onde diferentes técnicas de limpeza pós-condicionamento foram conduzidas demonstrou que a presença de resíduos pode influenciar significativamente os valores de resistência de união, confirmando a necessidade de estabelecimento de protocolos clínicos para a limpeza pós-condicionamento de diferentes cerâmicas.

Para a cerâmica IPS Empress 2 as técnicas de limpeza apresentaram pouca influência nos resultados de resistência adesiva. Isso ocorreu devido à pequena quantidade de resíduos formados na superfície dessa cerâmica, possivelmente em decorrência da pequena quantidade de matriz vítrea e do tempo reduzido de condicionamento. Embora o subgrupo E2JAA tenha apresentado valores ligeiramente mais elevados ocasionando a detecção de diferença estatística em relação ao subgrupo E2SL, diferenças significativas não foram encontradas entre o subgrupo E2JAA e os outros grupos de limpeza. Nos grupos onde a remoção completa dos resíduos não foi alcançada, como para os subgrupos E2AF e E2CSK, a resistência de

união à microtração mostrou-se comparável aos grupos em que a remoção foi completa. A presença dos finos resíduos, portanto, mostrou não impedir a infiltração do agente adesivo e a obtenção de embricamento micromecânico. Todavia, ao contrário do que se observa para as cerâmicas ricas em leucita, não foram encontrados relatos acerca dos padrões de formação de resíduos na cerâmica IPS Empress 2, tampouco sua influência sobre a resistência de união aos compósitos.

Na superfície da cerâmica IPS Empress Esthetic uma espessa camada de depósitos formou-se após 1 minuto de condicionamento com ácido HF (Fig. 87a). À primeira impressão, a obliteração completa da superfície microretentiva subjacente poderia ser esperada, mas, em maior aumento, uma estrutura fenestrada e porosa foi revelada (Fig. 87b). Os valores de resistência de união encontrados para o subgrupo EESL demonstram, por si só, o efeito da presença de resíduos minerais entre a superfície cerâmica e a resina composta. De todo modo, os resultados observados para o subgrupo EESL foram recebidos com surpresa. Valores relativamente altos resultaram dos espécimes aderidos sobre a camada de resíduos, enquanto o contrário fazia-se provável. Quando os espécimes foram observados sob grande aumento, adesivo polimerizado pôde ser observado preenchendo as microretenções da superfície cerâmica (Fig. 82c), enquanto sobre a superfície fraturada dos espécimes de resina composta uma mistura amorfa de resíduos e agente adesivo ficou evidente. A camada de resíduos ao invés de barrar a penetração do agente adesivo, agiu como uma estrutura permeável, permitindo o molhamento da cerâmica pelo agente silano e

pelo agente adesivo. Os resíduos foram incorporados à camada adesiva enfraquecendo-a e precipitando a ocorrência de falhas na interface cerâmica/resíduos ou dentro da própria camada de resíduos (Fig. 83). Quando removida, a elevação da resistência de união foi significativa. Os resultados sugerem, portanto, uma maior sensibilidade da cerâmica E1 aos procedimentos de limpeza pós-condicionamento sobre a resistência de união à resina composta em comparação com a cerâmica E2.

Diferenças significativas entre os subgrupos EEJAA, EEBU, EEAF e EEAFBU não foram detectadas. De fato, pelas imagens obtidas no MEV, essas quatro técnicas de limpeza demonstraram ser equivalentemente eficazes na remoção da espessa camada de resíduos. O condicionamento com ácido fósfórico à 37% por 30 segundos, sem a associação com vibrações ultra-sônicas, foi capaz de promover a completa dissolução dos resíduos. Resultados divergentes foram obtidos por Magne et al. (2006), onde todos os resíduos só foram removidos após a imersão das amostras em banho ultra-sônico.

No subgrupo CSK, para ambas as cerâmicas, os resíduos não foram completamente removidos pois a utilização do sistema Clearfil Silane Kit não constitui, isoladamente, uma técnica de limpeza pós-condicionamento. Esperava-se, teoricamente, que o caráter ácido dos monômeros resultasse, em alguma proporção, na dissolução dos resíduos formados em ambas as cerâmicas. Sobre a cerâmica E2 a ação do primer não foi detectada, enquanto para a cerâmica EE, a média significativamente maior do subgrupo CSK em comparação com o subgrupo SL sugere algum

grau de dissolução promovida pela ação do primer ácido. Os valores de resistência de união para o subgrupo EECSK, no entanto, não alcançaram os valores obtidos pelos outros grupos de técnicas de limpeza. Quando observada sob microscopia eletrônica de varredura, a superfície tratada com o silano e o primer do kit Clearfil mostrou a dissolução parcial da camada de resíduos em cerca de 30% da superfície (Fig. 92). Essa ação viabilizou o aumento da resistência adesiva, mas não foi capaz de dissolver a camada de resíduos completamente. Isso pode ser explicado pela baixa agressividade do primer desse sistema, como previamente observado em substratos dentários não sujeitos ao ataque ácido (DIAS; PEREIRA; SWIFT, 2004; GREGOIRE; AHMED, 2007; PANGSRISOMBOON et al., 2007).

A composição desses resíduos está diretamente associada à composição do ácido e da cerâmica condicionada (DELLA BONA; VAN NOORT, 1998; SPOSETTI; SHEN; LEVIN, 1986). Para confirmar achados de outros estudos (CANAY; HERSEK; ERTAN, 2001; SPOSETTI; SHEN; LEVIN, 1986), uma análise química por energia dispersiva foi conduzida nas superfícies das amostras de cada grupo de limpeza pós-condicionamento, registrando seus picos de concentração e porcentagem atômica. A presença de resíduos nas amostras EESL e EECSK provocou o aparecimento de picos de flúor e concentrações em torno de 15%, enquanto em amostras limpas sequer traços de flúor foram detectados. Canay et al. (2001) após observar a mesma tendência, concluiu que os resíduos constituem fluorsilicatos de Al, K, Na e Ca. Pelos achados do presente estudo, tudo indica que os resíduos são formados pela reação do flúor do ácido HF com os elementos Si, Ca, K e Ti

da superfície cerâmica, mais precisamente com a sílica e o cálcio. A análise por mapeamento de cor realizado em uma área com dissolução parcial dos resíduos relacionou a presença de flúor à localização dos resíduos (Fig. 106).

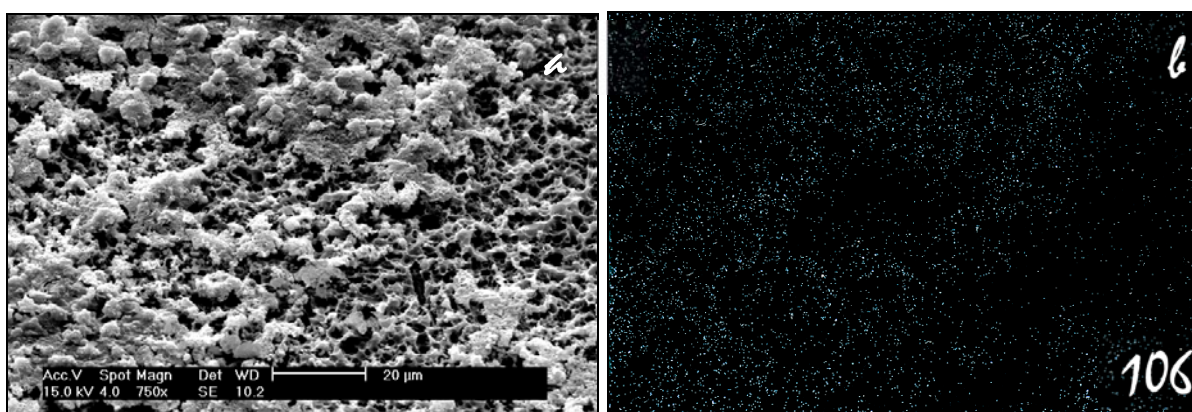


Figura 106. Área com dissolução parcial dos resíduos (a). Os pontos azuis em b correspondem ao elemento flúor em a. O mapeamento em b relaciona o flúor à localização exata dos resíduos em a.

Para a cerâmica E2, flúor não foi detectado em nenhuma amostra, nem mesmo nas amostras contendo resíduos (Fig. 100 e Quadros 9 a 14). Como o método de análise química de energia dispersiva apresenta dificuldades em detectar elementos em concentrações mais baixas que 2% (DELLA BONA; VAN NOORT, 1998), muito provavelmente a pouca quantidade de resíduos foi responsável por esses resultados.

Para os grupos em que as médias de resistência de união foram menores, o tipo de fratura predominante foi adesiva, em sua grande maioria ocorrendo na interface cerâmica/adesivo e/ou dentro da camada adesiva. Nos espécimes em que a falha ocorreu entre a cerâmica e o adesivo, uma espessa camada de resíduos aderida ao adesivo pôde ser observada (Figs. 82d e 83d). Esse padrão foi mais freqüente nos subgrupos EESL e EECSK, onde

uma significativa camada de resíduos permaneceu interposta entre a superfície cerâmica e a resina composta. Essa camada configurou, provavelmente, uma área de alta concentração de estresses onde as fraturas tenderam a iniciar, reduzindo a força de união, o que confirma os achados de Magne (2006) e Bailey; Bennet (1988).

Para os grupos da cerâmica IPS Empress Esthetic em que a limpeza pós-condicionamento mostrou-se eficaz, assim como para a maioria dos grupos da cerâmica IPS Empress 2, mais de 50% das fraturas foram do tipo mista. Nesses espécimes as falhas iniciaram na interface adesiva e propagaram para dentro do corpo da resina composta. Nas fotomicrografias de alguns espécimes que apresentaram esse padrão de fratura, os caminhos da propagação das falhas são bastante evidentes (Figs. 108a-c). Isso leva a crer que mesmo dentro de uma área de adesão de $0,5\text{mm}^2$, diferentes graus de qualidade de união podem desenvolver-se. Quando a qualidade da adesão atinge níveis de resistência similares aos da resina composta, a tendência dos estresses é de concentrar-se não somente na interface, mas também no corpo da resina composta muito próximo a ela. Isso é mais provável de ocorrer quando as curvas de resistência da interface e da resina composta se interpõem como resultado da elevação dos níveis de estresse necessários para provocar falhas adesivas (HOOSHMAND; VAN NOORT; KESHVAD, 2002) (Fig. 107). Ou seja, no momento em que a força necessária para provocar uma falha adesiva alcança os níveis de resistência coesiva da resina composta, as fraturas podem ocorrer abrangendo ambas as regiões.

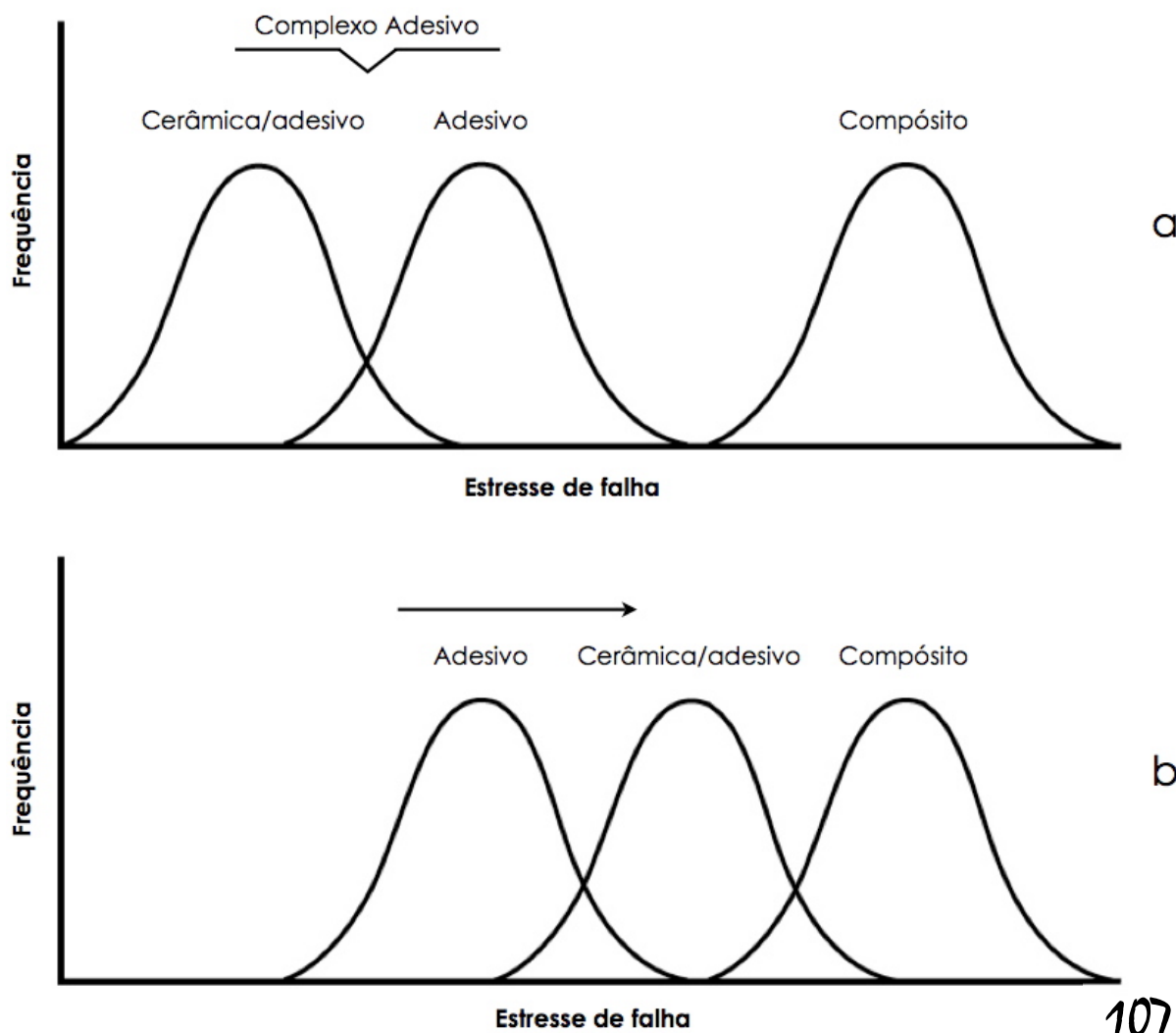
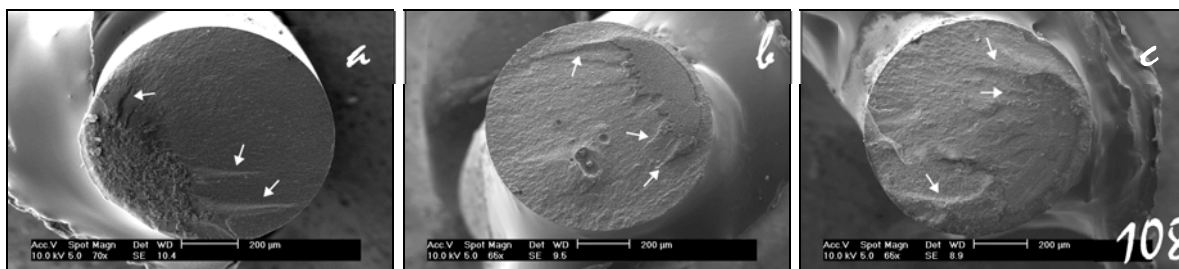


Figura 107. Esquema ilustrativo da probabilidade de falha das curvas de resistência, em que a curva de resistência da interface adesiva em (a) foi deslocada para uma região de maior estresse de falha em (b), o que pode explicar a ocorrência de fraturas mistas na interface e na resina composta pela interposição das curvas. Adaptado de Hooshmand et al. (2002).

Há de se considerar, entretanto, outra hipótese para a elevada ocorrência de fraturas mistas. Mecholsky Jr. (1995) em um estudo sobre os princípios da iniciação e propagação de falhas afirmou que a inclusão de tensões de compressão em um teste pode afetar a direção da propagação das falhas dentro de um corpo. Ao encontrar uma região sob tensões de

compressão, a falha tende a propagar-se em sua direção, deixando marcas nas superfícies fraturadas. Essas marcas são freqüentemente vistas em espécimes que sofreram flexão ou tensões mistas. Em alguns espécimes deste estudo, marcas de orientação de propagação invadindo os espécimes de resina composta que sofreram fraturas mistas podem ser facilmente reconhecidas (Fig. 108).

É possível que tensões de compressão tenham sido criadas durante a aplicação da força em alguns espécimes devido ao deslocamento do dispositivo móvel durante o início dos testes. Como o dispositivo não ficou fixo ao eixo superior da máquina de testes, o deslocamento vertical do eixo pode ter provocado um pequeno ajuste no seu encaixe. Sem uma orientação completamente perpendicular à superfície cerâmica, a flexão dos espécimes seria provável. A utilização de um dispositivo fixo preveniria, muito provavelmente, a possibilidade de deslocamentos dessa natureza. Além disso, apesar de muito cuidado ter sido tomado para produzir espécimes orientados perpendicularmente à superfície cerâmica, leves inclinações que poderiam ter passado despercebidas aos olhos do operador também poderiam refletir em estresses de compressão em regiões localizadas dos espécimes. Evidentemente, essas são conjecturas geradas a partir da observação de marcas de propagação presentes em alguns espécimes, e pouca certeza temos sobre a sua causa ou se foram realmente originadas devido a alguma falha do método.

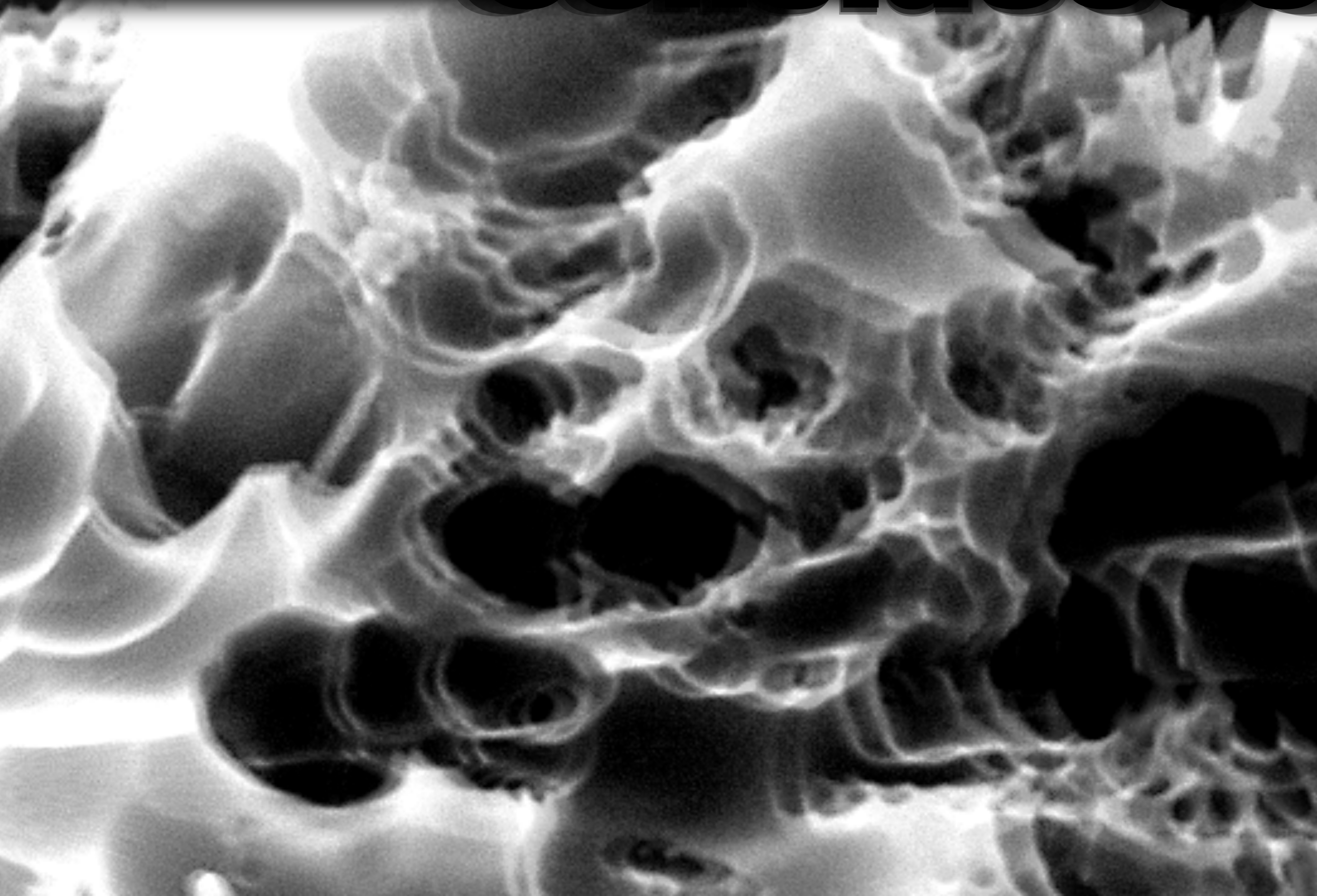


Figuras 108 a-c. Espécimes que sofreram fratura mista. As setas mostram as marcas de orientação da propagação das falhas.

É interessante notar que embora a média de falhas mistas tenha sido de 73 MPa, algumas falhas totalmente adesivas apresentaram valores mais elevados. Isso indica que os valores dos espécimes que sofreram fraturas mistas não podem ser acusados de elevar a média dos grupos.

As poucas falhas totalmente coesivas apresentaram valores condizentes aos valores de resistência coesiva da resina composta. Tudo indica que a qualidade da adesão desses espécimes superou os valores de resistência da resina composta e, embora seus valores reais de resistência de união não possam ser precisados, os valores de resistência nominal foram incluídos no cálculo das médias, pois, muito provavelmente, renderiam valores ainda mais elevados se não tivessem fraturado na resina composta.

Conclusión



7 CONCLUSÕES

Dentro dos limites deste estudo é possível concluir:

1. A presença de resíduos diminui significativamente a resistência de união entre resina composta e a cerâmica IPS Empress Esthetic, mas não para a cerâmica IPS Empress 2.

2. A limpeza por aplicação de jato de ar-água por 30 segundos substitui a utilização de outras técnicas de limpeza pós-condicionamento para ambas as cerâmicas.

3. Os resíduos são formados pela reação do elemento Flúor contido no ácido HF com os componentes da superfície da cerâmica IPS Empress Esthetic.

REFERÊNCIAS

AIDA, M.; HAYAKAWA, T.; MIZUKAWA, K. Adhesion of composite to porcelain with various surface conditions. J Prosthet Dent, St. Louis, v. 73, n. 5, p. 464-470, May. 1995.

AL EDRIS, A. et al. SEM evaluation of etch patterns by three etchants on three porcelains. J Prosthet Dent, St. Louis, v. 64, n. 6, p. 734-739, Dec. 1990.

ANDREASEN, F. M.; DAUGAARD-JENSEN, J.; MUNKSGAARD, E. C. Reinforcement of bonded crown fractured incisors with porcelain veneers. Endod Dent Traumatol, v. 7, n. 2, p. 78-83, Apr. 1991.

ANDREASEN, F. M. et al. Treatment of crown fractured incisors with laminate veneer restorations. An experimental study. Endod Dent Traumatol, v. 8, n. 1, p. 30-35, Feb. 1992.

ARMSTRONG, S. R.; BOYER, D. B.; KELLER, J. C. Microtensile bond strength testing and failure analysis of two dentin adhesives. Dent Mater, Copenhagen, v. 14, n. 1, p. 44-50, Jan. 1998.

BAILEY, L. F.; BENNETT, R. J. DICOR surface treatments for enhanced bonding. J Dent Res, Chicago, v. 67, n. 6, p. 925-931, Jun. 1988.

BARGHI, N.; BERRY, T.; CHUNG, K. Effects of timing and heat treatment of silanated porcelain on the bond strength. J Oral Rehabil, Oxford, v. 27, n. 5, p. 407-412, May. 2000.

BASCOM, W. D. Structure of silane adhesion promoter films on glass and metal surfaces. Macromol, v. 5, n., p. 792-798. 1972.

BEIRAN, I.; MILLER, B.; BENTUR, Y. The efficacy of calcium gluconate in ocular hydrofluoric acid burns. Hum Exp Toxicol, v. 16, n. 4, p. 223-228, Apr. 1997.

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. 459-463, Jun. 1999.

BETAMAR, N.; CARDEW, G.; VAN NOORT, R. Influence of specimen designs on the microtensile bond strength to dentin. J Adhes Dent, New Maden, v. 9, n. 2, p. 159-168, Apr. 2007a.

BETAMAR, N.; CARDEW, G.; VAN NOORT, R. The effect of variations in hourglass specimen design on microtensile bond strength to dentin. J Adhes Dent, New Maden, v. 9, n. 5, p. 427-436. 2007b.

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. 268-274, Mar. 2003.

BOLANOS-CARMONA, V. et al. Effects of etching time of primary dentin on interface morphology and microtensile bond strength. Dent Mater, Copenhagen, v. 22, n. 12, p. 1121-1129, Dec. 2006.

BOUILLAGUET, S. et al. Bonding characteristics to dentin walls of class II cavities, in vitro. Dent Mater, Copenhagen, v. 17, n. 4, p. 316-321, Jul. 2001.

BOWEN, R. L.; RODRIGUEZ, M. S. Tensile strength and modulus of elasticity of tooth structure and several restorative materials. J Am Dent Assoc, Chicago, v. 64, n., p. 378-387, Mar. 1962.

CALAMIA, J. R. Etched porcelain facial veneers: a new treatment modality based on scientific and clinical evidence. N Y J Dent, v. 53, n. 6, p. 255-259, Sep-Oct. 1983.

CANAY, S.; HERSEK, N.; ERTAN, A. Effect of different acid treatments on a porcelain surface. J Oral Rehabil, Oxford, v. 28, n. 1, p. 95-101, Jan. 2001.

CARDOSO, P. E. et al. Adhesion testing with the microtensile method: effects of dental substrate and adhesive system on bond strength measurements. J Adhes Dent, New Maden, v. 4, n. 4, p. 291-297, Winter. 2002.

CHADWICK, R. G.; MASON, A. G.; SHARP, W. Attempted evaluation of three porcelain repair systems--what are we really testing? J Oral Rehabil, Oxford, v. 25, n. 8, p. 610-615, Aug. 1998.

CHEN, T. M.; BRAUER, G. M. Solvent effects on bonding organo-silane to silica surfaces. J Dent Res, Chicago, v. 61, n. 12, p. 1439-1443, Dec. 1982.

DE SILVA, A. L. et al. Influence of additional adhesive application on the microtensile bond strength of adhesive systems. Oper Dent, Seattle, v. 31, n. 5, p. 562-568, Sep-Oct. 2006.

DEHOFF, P. H.; ANUSAVICE, K. J.; WANG, Z. Three-dimensional finite element analysis of the shear bond test. Dent Mater, Copenhagen, v. 11, n. 2, p. 126-131, Mar. 1995.

DELLA BONA, A.; ANUSAVICE, K. J.; MECHOLSKY, J. J., JR. Apparent interfacial fracture toughness of resin/ceramic systems. J Dent Res, Chicago, v. 85, n. 11, p. 1037-1041, Nov. 2006.

DELLA BONA, A.; ANUSAVICE, K. J.; MECHOLSKY, J. J., JR. Failure analysis of resin composite bonded to ceramic. Dent Mater, Copenhagen, v. 19, n. 8, p. 693-699, Dec. 2003.

DELLA BONA, A.; ANUSAVICE, K. J.; SHEN, C. Microtensile strength of composite bonded to hot-pressed ceramics. J Adhes Dent, New Maden, v. 2, n. 4, p. 305-313, Winter. 2000.

DELLA BONA, A.; MECHOLSKY, J. J., JR.; ANUSAVICE, K. J. Fracture behavior of lithia disilicate- and leucite-based ceramics. Dent Mater, Copenhagen, v. 20, n. 10, p. 956-962, Dec. 2004.

DELLA BONA, A.; SHEN, C.; ANUSAVICE, K. J. Work of adhesion of resin on treated lithia disilicate-based ceramic. Dent Mater, Copenhagen, v. 20, n. 4, p. 338-344, May. 2004.

DELLA BONA, A.; VAN NOORT, R. Ceramic surface preparations for resin bonding. Am J Dent, San Antonio, v. 11, n. 6, p. 276-280, Dec. 1998.

DELLA BONA, A.; VAN NOORT, R. Shear vs. tensile bond strength of resin composite bonded to ceramic. J Dent Res, Chicago, v. 74, n. 9, p. 1591-1596, Sep. 1995.

DIAS, W. R.; PEREIRA, P. N.; SWIFT, E. J., JR. Effect of surface preparation on microtensile bond strength of three adhesive systems to bovine enamel. J Adhes Dent, New Maden, v. 6, n. 4, p. 279-285, Winter. 2004.

EL ZOHAIRY, A. A. et al. The influence of specimen attachment and dimension on microtensile strength. J Dent Res, Chicago, v. 83, n. 5, p. 420-424, May. 2004.

FERRARI, M. et al. Microtensile bond strength tests: scanning electron microscopy evaluation of sample integrity before testing. Eur J Oral Sci, v. 110, n. 5, p. 385-391, Oct. 2002.

FILHO, A. M. Adesão de resina composta à cerâmica: Avaliação do efeito do armazenamento e termociclagem na resistência de união. 2005. 141 p. (Doutorado). Faculdade de Odontologia, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis.

FILHO, A. M. et al. Effect of different ceramic surface treatments on resin microtensile bond strength. J Prosthodont, v. 13, n. 1, p. 28-35, Mar. 2004.

FINGER, W. J.; FRITZ, U. Laboratory evaluation of one-component enamel/dentin bonding agents. Am J Dent, San Antonio, v. 9, n. 5, p. 206-210, Oct. 1996.

FRITZ, U. B.; FINGER, W. J. Bonding efficiency of single-bottle enamel/dentin adhesives. Am J Dent, San Antonio, v. 12, n. 6, p. 277-282, Dec. 1999.

GORACCI, C. et al. Influence of substrate, shape, and thickness on microtensile specimens' structural integrity and their measured bond strengths. Dent Mater, Copenhagen, v. 20, n. 7, p. 643-654, Sep. 2004.

GORDAN, V. V. et al. Evaluation of adhesive systems using acidic primers. Am J Dent, San Antonio, v. 10, n. 5, p. 219-223, Oct. 1997.

GREGOIRE, G.; AHMED, Y. Evaluation of the enamel etching capacity of six contemporary self-etching adhesives. J Dent, Kidlington, v. 35, n. 5, p. 388-397, May. 2007.

HASHIMOTO, M. et al. In vitro degradation of resin-dentin bonds analyzed by microtensile bond test, scanning and transmission electron microscopy. Biomaterials, Oxford, v. 24, n. 21, p. 3795-3803, Sep. 2003.

HAYAKAWA, T. et al. The influence of surface conditions and silane agents on the bond of resin to dental porcelain. Dent Mater, Copenhagen, v. 8, n. 4, p. 238-240, Jul. 1992.

HOOSHMAND, T. et al. XPS analysis of the surface of leucite-reinforced feldspathic ceramics. Dent Mater, Copenhagen, v. 17, n. 1, p. 1-6, Jan. 2001.

HOOSHMAND, T.; VAN NOORT, R.; KESHVAD, A. Bond durability of the resin-bonded and silane treated ceramic surface. Dent Mater, Copenhagen, v. 18, n. 2, p. 179-188, Mar. 2002.

HOOSHMAND, T.; VAN NOORT, R.; KESHVAD, A. Storage effect of a pre-activated silane on the resin to ceramic bond. Dent Mater, Copenhagen, v. 20, n. 7, p. 635-642, Sep. 2004.

HORN, H. R. A new lamination: porcelain bonded to enamel. N Y State Dent J, v. 49, n. 6, p. 401-403, Jun-Jul. 1983.

IKEDA, T. et al. Relation of enamel prism orientation to microtensile bond strength. Am J Dent, San Antonio, v. 15, n. 2, p. 109-113, Apr. 2002.

INOUE, S. et al. Microtensile bond strength of eleven contemporary adhesives to dentin. J Adhes Dent, New Maden, v. 3, n. 3, p. 237-245, Fall. 2001.

INOUE, S. et al. Microtensile bond strength of eleven contemporary adhesives to enamel. Am J Dent, San Antonio, v. 16, n. 5, p. 329-334, Oct. 2003.

ISHIDA, H.; KOENIG, J.L. An investigation of the coupling agent/ matrix interface of fiberglass reinforced plastics by Fourier transform infrared spectroscopy. J Polym Sci Polym Phys Ed, v. 17, n., p. 615-626. 1979.

JARDEL, V. et al. Correlation of topography to bond strength of etched ceramic. Int J Prosthodont, v. 12, n. 1, p. 59-64, Jan-Feb. 1999.

JONES, G. E.; BOKSMAN, L.; MCCONELL, R.L. Effect of etching technique on the clinical performance of porcelain veneers. Quintessence Dent Technol, Berlin, v. 10, n., p. 635-637. 1989.

KATO, H.; MATSUMURA, H.; ATSUTA, M. Effect of etching and sandblasting on bond strength to sintered porcelain of unfilled resin. J Oral Rehabil, Oxford, v. 27, n. 2, p. 103-110, Feb. 2000.

KATO, H. et al. Bond strength and durability of porcelain bonding systems. J Prosthet Dent, St. Louis, v. 75, n. 2, p. 163-168, Feb. 1996.

LACY, A. M. et al. Effect of porcelain surface treatment on the bond to composite. J Prosthet Dent, St. Louis, v. 60, n. 3, p. 288-291, Sep. 1988.

LEHMAN, M. L. Tensile strength of human dentin. J Dent Res, Chicago, v. 46, n. 1, p. 197-201, Jan-Feb. 1967.

LEIBROCK, A. et al. In vitro study of the effect of thermo- and load-cycling on the bond strength of porcelain repair systems. J Oral Rehabil, Oxford, v. 26, n. 2, p. 130-137, Feb. 1999.

LOGUÉRCIO, A. D. et al. Comparison of intra- and intertooth resin-dentin bond strength variability. J Adhes Dent, New Maden, v. 7, n. 2, p. 151-158, Summer. 2005.

LUO, X. P. et al. AFM and SEM study of the effects of etching on IPS-Empress dental ceramic. Surface Science, v. 491, n., p. 388-394. 2001.

MAGNE, P.; CASCIONE, D. Influence of post-etching cleaning and connecting porcelain on the microtensile bond strength of composite resin to feldspathic porcelain. J Prosthet Dent, St. Louis, v. 96, n. 5, p. 354-361, Nov. 2006.

MAGNE, P.; DOUGLAS, W. H. Porcelain veneers: dentin bonding optimization and biomimetic recovery of the crown. Int J Prosthodont, v. 12, n. 2, p. 111-121, Mar-Apr. 1999.

MANNOCCI, F. et al. Microtensile bond strength and confocal microscopy of dental adhesives bonded to root canal dentin. Am J Dent, San Antonio, v. 14, n. 4, p. 200-204, Aug. 2001.

MATINLINNA, J. P.; VALLITTU, P. K. Bonding of resin composites to etchable ceramic surfaces - an insight review of the chemical aspects on surface conditioning. J Oral Rehabil, Oxford, v. 34, n. 8, p. 622-630, Aug. 2007.

MECHOLSKY JR, J. J. Fractography: determining the sites of fracture initiation. Dent Mater, Copenhagen, v. 11, n. 2, p. 113-116, Mar. 1995.

MEIRA, J. B. et al. Stress concentration in microtensile tests using uniform material. J Adhes Dent, New Maden, v. 6, n. 4, p. 267-273, Winter. 2004.

MISRA, A. et al. Micromechanical analysis of dentin/adhesive interface by the finite element method. J Biomed Mater Res B Appl Biomater, v. 70, n. 1, p. 56-65, Jul 15. 2004.

NAGAI, T. et al. Adhesive bonding of a lithium disilicate ceramic material with resin-based luting agents. J Oral Rehabil, Oxford, v. 32, n. 8, p. 598-605, Aug. 2005.

NEWBURG, R.; PAMEIJER, C. H. Composite resins bonded to porcelain with silane solution. J Am Dent Assoc, Chicago, v. 96, n. 2, p. 288-291, Feb. 1978.

OH, W. S.; SHEN, C. Effect of surface topography on the bond strength of a composite to three different types of ceramic. J Prosthet Dent, St. Louis, v. 90, n. 3, p. 241-246, Sep. 2003.

OH, W. S. et al. Wetting characteristic of ceramic to water and adhesive resin. J Prosthet Dent, St. Louis, v. 88, n. 6, p. 616-621, Dec. 2002.

OZCAN, M.; VALLITTU, P. K. Effect of surface conditioning methods on the bond strength of luting cement to ceramics. Dent Mater, Copenhagen, v. 19, n. 8, p. 725-731, Dec. 2003.

PANGSRISOMBOON, B. et al. Microtensile bond strength of self-etching adhesive systems to differently prepared dentin. Am J Dent, San Antonio, v. 20, n. 4, p. 259-262, Aug. 2007.

PASHLEY, D. H. et al. The microtensile bond test: a review. J Adhes Dent, New Maden, v. 1, n. 4, p. 299-309, Winter. 1999.

PASHLEY, D. H. et al. Adhesion testing of dentin bonding agents: a review. Dent Mater, Copenhagen, v. 11, n. 2, p. 117-125, Mar. 1995.

PERDIGAO, J. et al. In vivo influence of residual moisture on microtensile bond strengths of one-bottle adhesives. J Esthet Restor Dent, Hamilton, v. 14, n. 1, p. 31-38. 2002.

PERINKA, L.; SANO, H.; HOSODA, H. Dentin thickness, hardness, and Ca-concentration vs bond strength of dentin adhesives. Dent Mater, Copenhagen, v. 8, n. 4, p. 229-233, Jul. 1992.

PEUMANS, M. et al. Porcelain veneers bonded to tooth structure: an ultra-morphological FE-SEM examination of the adhesive interface. Dent Mater, Copenhagen, v. 15, n. 2, p. 105-119, Mar. 1999.

PHOENIX, R. D.; SHEN, C. Characterization of treated porcelain surfaces via dynamic contact angle analysis. Int J Prosthodont, v. 8, n. 2, p. 187-194, Mar-Apr. 1995.

PHRUKKANON, S.; BURROW, M. F.; TYAS, M. J. Effect of cross-sectional surface area on bond strengths between resin and dentin. Dent Mater, Copenhagen, v. 14, n. 2, p. 120-128, Mar. 1998a.

PHRUKKANON, S.; BURROW, M. F.; TYAS, M. J. The influence of cross-sectional shape and surface area on the microtensile bond test. Dent Mater, Copenhagen v. 14, n. 3, p. 212-221, Jun. 1998b.

PLACIDO, E. et al. Shear versus micro-shear bond strength test: a finite element stress analysis. Dent Mater, Copenhagen v. 23, n. 9, p. 1086-1092, Sep. 2007.

REIS, A. et al. The influence of storage time and cutting speed on microtensile bond strength. J Adhes Dent, New Maden, v. 6, n. 1, p. 7-11, Spring. 2004.

ROSENSTIEL, S. F. et al. Strength of a dental glass-ceramic after surface coating. Dent Mater, Copenhagen v. 9, n. 4, p. 274-279, Jul. 1993.

ROSENSTIEL, S. F.; LAND, M. F.; CRISPIN, B. J. Dental luting agents: A review of the current literature. J Prosthet Dent, St. Louis, v. 80, n. 3, p. 280-301, Sep. 1998.

SADEK, F. T. et al. The influence of the cutting speed on bond strength and integrity of microtensile specimens. Dent Mater, Copenhagen v. 21, n. 12, p. 1144-1149, Dec. 2005.

SANO, H. et al. Tensile properties of mineralized and demineralized human and bovine dentin. J Dent Res, Chicago, v. 73, n. 6, p. 1205-1211, Jun. 1994.

SANO, H. et al. Relationship between surface area for adhesion and tensile bond strength--evaluation of a micro-tensile bond test. Dent Mater, Copenhagen, v. 10, n. 4, p. 236-240, Jul. 1994.

SANO, H. et al. Tensile properties of resin-infiltrated demineralized human dentin. J Dent Res, Chicago, v. 74, n. 4, p. 1093-1102, Apr. 1995.

SARACOGLU, A.; CURA, C.; COTERT, H. S. Effect of various surface treatment methods on the bond strength of the heat-pressed ceramic samples. J Oral Rehabil, Oxford, v. 31, n. 8, p. 790-797, Aug. 2004.

SHAHVERDI, S. et al. Effects of different surface treatment methods on the bond strength of composite resin to porcelain. J Oral Rehabil, Oxford, v. 25, n. 9, p. 699-705, Sep. 1998.

SHIAU, J. Y. et al. Analysis of the "shear" bond strength of pretreated aged composites used in some indirect bonding techniques. J Dent Res, Chicago, v. 72, n. 9, p. 1291-1297, Sep. 1993.

SHIMADA, Y. et al. Bond strength of two adhesive systems to primary and permanent enamel. Oper Dent, Seattle, v. 27, n. 4, p. 403-409, Jul-Aug. 2002.

SHIMADA, Y.; TAGAMI, J. Effects of regional enamel and prism orientation on resin bonding. Oper Dent, Seattle, v. 28, n. 1, p. 20-27, Jan-Feb. 2003.

SHIMADA, Y.; YAMAGUCHI, S.; TAGAMI, J. Micro-shear bond strength of dual-cured resin cement to glass ceramics. Dent Mater, Copenhagen, v. 18, n. 5, p. 380-388, Jul. 2002.

SHONO, Y. et al. Effects of cross-sectional area on resin-enamel tensile bond strength. Dent Mater, Copenhagen, v. 13, n. 5, p. 290-296, Sep. 1997.

SILVA, N. R. et al. Bond angle effects on microtensile bonds: laboratory and FEA comparison. Dent Mater, Copenhagen, v. 22, n. 4, p. 314-324, Apr. 2006.

SODERHOLM, K. J.; SHANG, S. W. Molecular orientation of silane at the surface of colloidal silica. J Dent Res, Chicago, v. 72, n. 6, p. 1050-1054, Jun. 1993.

SORENSEN, J. A. et al. Shear bond strength of composite resin to porcelain. Int J Prosthodont, v. 4, n. 1, p. 17-23, Jan-Feb. 1991.

SPOSETTI, V. J.; SHEN, C.; LEVIN, A. C. The effect of topical fluoride application on porcelain restorations. J Prosthet Dent, St. Louis, v. 55, n. 6, p. 677-682, Jun. 1986.

STANGEL, I., NATHANSON, D., HSU., C. Shear strength of the composite bond to etched porcelain. J Dent Res, Chicago, v. 66, n., p. 1460-1465. 1987.

VAN NOORT, R. et al. The effect of local interfacial geometry on the measurement of the tensile bond strength to dentin. J Dent Res, Chicago, v. 70, n. 5, p. 889-893, May. 1991.

VAN NOORT, R. et al. A critique of bond strength measurements. J Dent, Hamilton v. 17, n. 2, p. 61-67, Apr. 1989.

VERSLUIS, A.; TANTBIROJN, D.; DOUGLAS, W. H. Why do shear bond tests pull out dentin? J Dent Res, Chicago, v. 76, n. 6, p. 1298-1307, Jun. 1997.

WATANABE, L. G.; MARSHALL, G. W., JR.; MARSHALL, S. J. Dentin shear strength: effects of tubule orientation and intratooth location. Dent Mater, Copenhagen, v. 12, n. 2, p. 109-115, Mar. 1996.

YOSHIYAMA, M. et al. Regional bond strengths of resins to human root dentine. J Dent, Hamilton, v. 24, n. 6, p. 435-442, Nov. 1996.

APÉNDICE A

ESPÉCIME	EESL		EEJAA		EEAF		EEBU		EEAFBU		EECSK	
	MPa	MF	MPa	MF	MPa	MF	MPa	MF	MPa	MF	MPa	MF
1	63,5	M	77,2	M	50,4	A	72	M	95,2	M	72,7	A
2	61,1	A	76,4	A	75,8	A	52,8	M	74	M	66,6	M
3	42,7	A	82,2	M	48,8	M	57,2	M	94,4	M	51,2	A
4	52,7	A	81,1	M	80,6	M	57	A	88,6	M	70,4	M
5	45,5	A	68,1	A	77,8	A	60,6	M	54,4	M	56,6	A
6	44,7	A	65	M	72,2	M	85,2	M	88,6	M	53,1	A
7	42	A	68,8	M	56	A	65	M	54,4	M	65,8	M
8	62	A	66,4	M	66,4	M	68,8	M	81	M	60,8	A
9	62,1	A	75,1	M	62,4	A	80,2	M	68,6	M	61,8	M
10	48,1	A	72,3	M	77,8	M	88	CRC	65,4	M	67,9	M
11	42,1	A	63,4	M	76,6	M	84,6	CR	76,8	A	52,6	M
12	48,3	A	80	CRC	64,8	M	81,4	M	68	M	49,4	A
13	42,4	A	75,2	M	76,6	M	75,9	M	66	M	60,1	M
14	37,1	A	76,4	M	67,6	M	63,3	A	90,2	A	55,2	A
15	57,1	A	76,8	M	70,8	M	80,5	A	76,6	M	54,4	A
16	55,5	A	77,2	M	87,4	M	59,9	M	63,6	M	43,4	A
17	47,3	A	76	M	60,4	A	66,7	M	73,3	M	51,2	A
18	34,1	A	70,6	A	61,2	M	77	M	80	CR	75,1	M
19	63,5	M	78,4	M	60,9	A	86,6	CR	58,9	A	60,2	A
20	46,7	A	58	A	58,8	A	68,9	M	59,9	M	45,2	A
21	44,7	A	79,6	M	75,6	M	65,5	M	70	M	58,4	A
22	44,7	A	70,8	M	65,5	M	83,3	M	86,6	M	61,6	A
23	38,9	A	75,4	M	84,4	M	55,5	A	80,1	M	61,2	A
24	60,9	M	73,2	M	80,3	M	59,1	A	66,5	M	56,4	A
25	41,7	A	82,4	M	62,2	M	74,3	M	61,2	A	49,5	A
26	48,9	A	70	M	60,5	A	79	M	91,1	M	33,6	A
27	37,1	A	63,3	A	59	A	80,3	M	68,3	M	46,8	A
28	42,1	A	79,9	M	79,9	M	83	A	72,4	M	60,8	M
29	31,7	A	80,5	M	77,6	M	60,9	M	72,9	M	49,8	A
30	48,9	A	64,4	M	60,1	M	67,9	M	83	M	58,9	M
Média	47,58	90%A; 10%M	73,47	17%A; 80%M	68,70	33%A; 66%M	71,31	20%A; 70%M	74,19	13%A; 83%M	56,29	66%A; 33%M

Quadro 1. Valores de resistência de união (MPa) e Modos de Fratura (MF) dos espécimes do grupo EE. A (Adesiva); M (Mista); CR (Coesiva em Resina); CRC (Coesiva em Resina e em Cerâmica)

ESPÉCIME	E2SL		E2JAA		E2AF		E2BU		E2AFBU		E2CSK	
	MPa	MF	MPa	MF	MPa	MF	MPa	MF	MPa	MF	MPa	MF
1	58,7	A	49,1	A	110,3	M	92,3	CR	57,7	A	82,4	M
2	71,7	M	76,9	M	59,7	A	86,3	M	84,7	A	75,2	M
3	73,9	A	77,5	M	54,1	A	71,3	A	52,9	M	88,1	M
4	72,9	CR	46,7	A	83,5	M	87,1	M	80,3	M	65,2	A
5	78,5	A	73,5	M	90,5	M	104,5	M	57,5	M	60,1	M
6	78,3	A	78,8	M	48,9	A	93,9	M	72,2	A	57,2	A
7	84,3	M	64,9	M	52,7	A	86,1	A	45,4	A	60,1	A
8	47,3	A	63,3	M	79,7	M	74,7	A	75,4	M	55,2	M
9	84,1	A	80,7	M	52,7	A	80,3	M	53	M	83,8	M
10	70,7	M	71,2	M	53,9	A	72,3	M	61,2	M	75,1	A
11	67,5	A	81,1	M	70,1	M	61,1	M	72,6	CR	60,2	M
12	57,9	A	92,1	CR	73,7	M	75,1	M	75,8	M	80,1	M
13	54,7	A	80,7	M	67,3	M	61,2	M	58	A	81,1	M
14	74,1	M	86,7	M	65,1	M	83,7	M	59,8	A	51,6	A
15	64,1	M	76,9	M	66	M	64,1	M	67,8	A	59,6	M
16	46,7	A	77,7	M	68,5	A	66,1	M	71,7	M	71,2	M
17	60,3	A	82,2	M	68,7	A	69,3	A	82,6	M	85,8	M
18	39,3	A	69,9	M	86,9	M	57,3	A	72,4	M	63,4	M
19	39,3	A	83,9	M	85,3	M	69,7	M	71,4	M	61	M
20	60,3	A	79,1	M	86,5	M	71,3	M	92,4	CR	66,4	M
21	51,7	M	83,9	M	44,5	A	54,1	A	72,3	M	65,4	A
22	63,7	A	75,9	A	66,3	A	62,7	A	66,2	A	64,6	A
23	54,5	A	72,8	M	80,3	M	66,2	M	74,6	M	66,4	A
24	56,3	A	81,1	CR	63,9	A	70,5	M	74,6	M	64	M
25	83,9	M	65,9	M	89,9	M	58,7	M	84,8	CR	55,8	A
26	70,9	A	66,8	M	39,8	A	66,9	M	76	A	72,7	M
27	64,7	A	70,8	M	76,9	A	64,3	M	63,4	A	76,8	M
28	73,7	A	63,9	A	64,8	M	59,3	M	73	M	63,3	A
29	64,3	M	85,9	A	58,9	A	79,8	M	75,8	M	69,7	M
30	71,7	A	64,9	M	70,8	M	85,1	M	64,3	A	66,7	A
Média	64,66	73%A, 23%M	74,22	17%A, 76%M	69,34	46%A, 54%M	73,17	23%A, 73%M	69,66	36%A, 53%M	68,03	36%A, 64%M

Quadro 2. Valores de resistência de união (MPa) e Modos de Fratura (MF) dos espécimes do grupo E2. A (Adesiva); M (Mista); CR (Coesiva em Resina).