

ALFREDO MEYER FILHO

**ADESÃO DE RESINA COMPOSTA À CERÂMICA: AVALIAÇÃO DO  
EFEITO DO TRATAMENTO DA SUPERFÍCIE SOBRE A FORÇA  
DE UNIÃO**

Florianópolis  
2002

ALFREDO MEYER FILHO

**ADESÃO DE RESINA COMPOSTA À CERÂMICA: AVALIAÇÃO DO  
EFEITO DO TRATAMENTO DA SUPERFÍCIE SOBRE A FORÇA DE  
UNIÃO.**

Dissertação apresentada ao programa de Pós-graduação  
em Odontologia – Opção Dentística, do Centro de  
Ciências da Saúde da Universidade Federal de Santa  
Catarina, como requisito à obtenção do grau de Mestre.

Orientador: Prof. Dr. Luiz Clovis Cardoso Vieira

Florianópolis  
2002

ALFREDO MEYER FILHO

**“ADESÃO DE RESINA COMPOSTA À CERÂMICA: AVALIAÇÃO DO EFEITO DO TRATAMENTO DA SUPERFÍCIE SOBRE A FORÇA DE UNIÃO”.**

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.

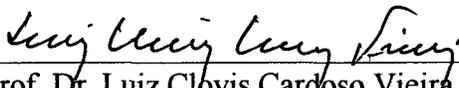
Florianópolis, 19 de fevereiro de 2002.



---

Prof. Dr. Mauro Caldeira de Andrada  
*Coordenador do Programa de Pós-Graduação em Odontologia*

**BANCA EXAMINADORA**



---

Prof. Dr. Luiz Clovis Cardoso Vieira.  
*Orientador*

---

Prof. Dr. Hamilton Pires Maia  
*Membro*



---

Prof. Dr. Geraldo Augusto Chiapinotto  
*Membro*

*Às minhas três Marias...*  
*Maria Inês, minha esposa,*  
*Maria Eduarda e Maria Manoela, minhas filhas,*  
*pela ausência sentida, pelo amor, compreensão*  
*e auxílio imprescindível na confecção deste*  
*trabalho.*

*Aos meus pais*

*Alfredo Liberato Meyer (in memoriam) e  
Eudora Schaefer Meyer, que cedo me iniciaram  
no hábito da leitura e na busca do  
conhecimento.*

## AGRADECIMENTOS

*Ao Professor **Dr. Luiz Narciso Baratieri**, pela oportunidade que me concedeu, por seu exemplo irretocável, pela ajuda inestimável e principalmente, pelas palavras incentivadoras que propiciaram aflorar em mim, talentos adormecidos.*

*Ao meu orientador, Professor **Dr. Luiz Clovis Cardoso Vieira**, pela orientação segura e serena, pelo relacionamento cordial e fraterno e pela confiança em mim depositada, sem os quais seria impossível concluir este trabalho.*

*Aos Professores **Dr. Mauro Amaral Caldeira de Andrada** e **Dr. Sylvio Monteiro Júnior**, por suas presenças em todos os momentos, pelo pronto auxílio sempre que necessário e pelo apoio irrestrito e tranquilizador nos momentos mais difíceis.*

*Ao Professor **Dr. Gilsée Ivan Régis Filho**, por acalentar meu sonho de realizar o mestrado desde o início desta trajetória.*

*Ao meu fraterno amigo e colega **Guilherme Carpena Lopes**, pela paciência e ajuda incansável e fundamental, que o tornam parte integrante deste trabalho.*

*Aos meus colegas de mestrado, desnecessário nominá-los ou colocá-los em ordem de importância, pois cada um a seu modo, marcou de forma indelével com sua amizade e companheirismo esta etapa de minha vida.*

*Ao Professor **Dr. Sergio Torres Freitas**, por sua competência na análise estatística dos resultados registrados neste estudo.*

*Aos Professores **Dr. Antônio Carlos Cardoso** e **Dr. Hamilton Pires Maia**, os quais, cada um a sua maneira, elevam a palavra “professor” a sua verdadeira dimensão.*

*Ao chefe do Departamento de Estomatologia da Universidade Federal de Santa Catarina, Professor **Dr. José Carlos Oleiniski**, pelo apoio e disponibilidade nos momentos em que necessitei.*

*Aos professores **Dr. Élio Araújo, Cléo Nunes de Souza e João Roberto Sanford Lins**, cujo convívio mais próximo nestes dois últimos anos em muito me gratificou.*

*Aos **professores da disciplina de Prótese Parcial** da Universidade Federal de Santa Catarina, em especial ao Professor **Luis Leonildo Boff**.*

*Aos **funcionários da disciplina de Dentística** da UFSC, por sua incansável dedicação e disponibilidade.*

*Aos demais professores e funcionários da Universidade Federal de Santa Catarina que de uma forma ou de outra estiveram envolvidos neste projeto.*

*Ao **Sérgio Araújo** pelo auxílio na confecção dos corpos de prova.*

*Ao engenheiro **Robson Luiz Cardoso**, ~~meu vizinho~~, que sempre me socorreu nas dúvidas de computação.*

*O homem desde os primórdios da sua existência tem buscado o belo. A odontologia estética faz parte desta trajetória, unindo o belo ao bem estar; elevando a auto-estima de nossos pacientes.*

MEYER FILHO, A. **Adesão de resina composta à cerâmica: avaliação do efeito do tratamento da superfície sobre a força de união.** 2002. 93f. Dissertação (Mestrado em Odontologia) – Programa de Pós-Graduação em Odontologia, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis.

## RESUMO

Este trabalho avaliou a resistência adesiva por meio de testes de microtração (u-TBS) da união resina composta-cerâmica, com o objetivo de determinar o efeito de diferentes tratamentos da superfície cerâmica, sobre a força de união. Quatro blocos cerâmicos foram fabricados por injeção sob pressão da cerâmica vítrea de dissilicato de lítio do sistema IPS Empress 2. Uma superfície de cada bloco foi polida até lixa 600 e em seguida microjateadas com partículas de óxido de alumínio de 50 $\mu$ m. Os blocos cerâmicos foram então divididos em quatro grupos e submetidos aos seguintes tratamentos de superfície: Grupo 1 (HF+S): condicionamento com ácido hidrófluorídrico 9,5% durante 20s e aplicação de silano por 3min; Grupo 2 (S): aplicação de silano; Grupo 3 (HF): condicionamento com ácido hidrófluorídrico e Grupo 4: nenhum tratamento. O adesivo do sistema Scotchbond Multi-Purpose Plus foi aplicado sobre as superfícies cerâmicas pré-tratadas, fotopolimerizado e em seguida resina composta (Filtek Z250) foi adicionada e fotopolimerizada em quatro incrementos de 1mm sobre cada superfície cerâmica pré-tratada. Os blocos de resina-cerâmica assim confeccionados foram armazenados em água à 37°C por 24h e posteriormente cortados em dois sentidos perpendiculares com um disco de diamante à baixa velocidade em uma máquina de cortes Isomet, produzindo 25 corpos de prova em forma de filetes com secção transversal medindo aproximadamente 0,9mm x 0,9mm. O grupo 4, foi descartado já que houve falha adesiva no momento dos cortes. Cada corpo de prova dos grupos 1, 2, e 3, foi então preso às hastes superior e inferior do aparelho Bencor Multi-T e submetido ao u-TBS em uma máquina universal de testes Instron modelo 4444. Os valores médios (MPa) obtidos (G1= 56,8 ( $\pm$ 10,4), G2= 44,8 ( $\pm$ 11,6) e G3= 35,1 ( $\pm$ 7,7)) foram submetidos à análise de variância a um critério (ANOVA) e o modo de fratura dos espécimes examinado por Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV). Com base na análise estatística foi possível concluir que houve diferença estatisticamente significativa entre os três grupos testados, sendo o grupo 1 (HF + silano) o que produziu maiores valores de união, seguido pelo grupo 2 (silano) e pelo grupo 3 (HF). Os resultados demonstram que o tratamento de superfície é importante para a adesão e sugerem que o silano foi o principal responsável pelos valores de união alcançados no grupo 1. Todas as fraturas ocorreram dentro da zona de adesão.

Palavras-chave: resistência adesiva, microtração, resina composta, cerâmica injetada.

MEYER FILHO, A. **Composite resin adhesion to ceramics: Evaluation of the surface treatment on the bond strength.** 2002. 93f. Dissertation (Master Degree) – Graduation Program in Dentistry - Federal University of Santa Catarina – Florianópolis – Santa Catarina – Brazil.

## ABSTRACT

This study evaluated the effect of different ceramic surface treatments on the microtensile bond strength (u-TBS) of composite bonded to hot-pressed ceramic. Four hot-pressed ceramic blocks of IPS Empress 2 were fabricated and polished to 600 - grid followed by air abrading with 50 $\mu$ m grain sized alumina. The ceramic blocks were then divided into four groups and submitted to the following surface treatments: group 1 (HF+S): 9.5% hydrofluoric acid for 20s + silane for 3min; group 2 (S): silane for 3min; group 3 (HF): 9.5% hydrofluoric acid for 20s; group 4: no further treatment. The Scotchbond Multi-purpose adhesive was applied to the described ceramic surfaces and covered with composite Filtek Z250. After 24 h in water at 37°C, the composite-ceramic blocks were cut with a low speed diamond saw in an Isomet. The specimens were cut along two perpendicular axis, producing 25 sticks for each group. Group 4 was eliminated due to adhesive failure during the cuts. These sticks were loaded to failure under tension, using an Instron testing machine. The mean u-TBS were analyzed with one-way ANOVA. The u-TBS were: G1= 56.8 ( $\pm$ 10.4), G2= 44.8 ( $\pm$ 11.6), G3= 35.1 ( $\pm$ 7.7). The mode of fracture of the specimens was examined using scanning electron microcospy (SEM), and all fractures occurred within the adhesion zone. One-way ANOVA showed that group 1 (HF+S) had the highest u-TBS and that group 2 (S) had higher u-TBS than group 3 (HF). These results show that ceramic surface treatment is important for adhesion and suggest that ceramic treated with silane was the main responsible for bonding to resin.

Key-Words: bond strength, microtensile, composite, hot-pressed ceramic.

## SUMÁRIO

<b>RESUMO</b> .....	p.9
<b>ABSTRACT</b> .....	p.10
<b>LISTA DE FIGURAS</b> .....	p.12
<b>LISTA DE TABELAS</b> .....	p.13
<b>LISTA DE ABREVIATURAS E SÍMBOLOS</b> .....	p.14
<b>1 INTRODUÇÃO</b> .....	p.15
<b>2 REVISÃO DA LITERATURA</b> .....	p.19
<b>3 PROPOSIÇÃO</b> .....	p.56
3.1 Objetivo geral .....	p.56
3.2 Objetivo específico .....	p.56
<b>4 MATERIAIS E MÉTODOS</b> .....	p.57
4.1 Considerações gerais.....	p.57
4.2 Obtenção dos corpos de prova para os testes de microtração.....	p.58
4.2.1 Confeção dos blocos cerâmicos .....	p.59
4.2.2 Tratamento da superfície cerâmica:.....	p.59
4.2.3 Aplicação da resina.....	p.60
4.2.4 Armazenagem .....	p.60
4.2.5 Corte dos blocos de resina-cerâmica .....	p.60
4.3 Testes de resistência adesiva.....	p.62
4.4 Análise do tipo de fratura.....	p.63
<b>5 RESULTADOS</b> .....	p.64
5.1 Resistência de união à microtração.....	p.64
5.2 Microscopia eletrônica de varredura.....	p.67
<b>6 DISCUSSÃO</b> .....	p.72
<b>7 CONCLUSÕES</b> .....	p.82
<b>REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS</b> .....	p.83
<b>ANEXOS</b> .....	p.90

## LISTA DE FIGURAS

Figura 1 – Lingotes de cerâmica IPS Empress 2.....	p.58
Figura 2 - Esquema da preparação dos corpos de prova para o teste de microtração .....	p.61
Figura 3 – a) Filetes de resina-cerâmica presos à base.....	p.61
b) Filetes após a remoção da base.....	p.61
Figura 4 – a) Aparelho Bencor Mult-T.....	p.62
b) Corpo de prova posicionado para o teste de microtração.....	p.62
Figura 5 – Representação gráfica dos resultados do teste de microtração.....	p.66
Figura 6 – a) Fotomicrografia da superfície de um filete do grupo 1 (lado da resina e lado da cerâmica) após fratura do tipo mista .....	p.68
b) Vista aproximada do filete (lado da resina).....	p.69
c) Vista aproximada do filete (lado da cerâmica) .....	p.69
Figura 7 – a) Superfície de um filete do grupo 2 (lado da resina) após fratura do tipo adesiva, típica deste grupo .....	p.70
b) Lado da cerâmica do mesmo filete.....	p.70
Figura 8 – a) Superfície de um filete do grupo 3 (lado da cerâmica) após fratura mista típica deste grupo .....	p.71
b) Lado da resina do mesmo filete.....	p.71

## LISTA DE TABELAS

- Tabela 1 - Materiais utilizados para a confecção das amostras cerâmicas e seus respectivos fabricantes e número de lote.....p.57
- Tabela 2 - Materiais utilizados para a adesão à cerâmica e confecção do bloco de resina.....p.58
- Tabela 3 - Tipos de fratura.....p.63
- Tabela 4 - Resultados de resistência ao teste de microtração ( $\mu$ -TBS) para cada um dos corpos de prova (em Mpa) para os três grupos experimentais. Valores médios em Mpa, desvio padrão (DP) e coeficiente de variação (CV) dos grupos submetidos ao  $\mu$ -TBS .....p.65
- Tabela 5 - Resultados da análise de Variância (ANOVA), do teste de microtração, medido em Mpa para os três grupos experimentais .....p.66
- Tabela 6 - Comparações individuais pelo teste “t” de Bonferroni para três comparações médias.....p.67

## LISTA DE ABREVIATURAS E SÍMBOLOS

$\text{Al}_2\text{O}_3$	-	Óxido de Alumínio
$\text{CH}_3$	-	Grupo Metacrilato
HF	-	Hidrofluorídrico
MEV	-	Microscópio Eletrônico de Varredura
mm	-	Milímetros
Mpa	-	MegaPascal
S	-	Silano
SIOH	-	Grupo Silanol
SI-O-SI	-	Ponte Siloxânica
$\mu\text{m}$	-	Micrometro
$\mu$ -TBS	-	Teste de Microtração

# 1 INTRODUÇÃO

Adesão pode ser definida como sendo a união de duas superfícies de composição molecular diferentes por forças de atração que podem ser físicas e/ou químicas (BUONOCORE, 1963).

A ciência odontológica, vem nos últimos anos, vivenciando marcantes avanços técnicos, devido ao lançamento no mercado, de vários sistemas adesivos capazes de promover adesão com a estrutura dental (esmalte e dentina), metal e porcelana. Ao mesmo tempo, novos sistemas cerâmicos de alta resistência flexural para restaurações livres de metal foram desenvolvidos, com o intuito de melhorar a adaptação marginal, diminuir a incidência de fraturas e de se obter uma estética mais natural (ROSEBLUM e SCHULMAN, 1997; MCLAREN, 1998). Tais avanços nos sistemas adesivos e cerâmicos, permitiram que as restaurações cerâmicas livres de metal fossem transformadas numa opção de tratamento confiável, sendo uma técnica de natureza minimamente invasiva, que permite ao dentista a reabilitação da dentição debilitada de forma conservativa (DIETSCHI et al, 1990; BURKE; QUALTROUGH; WILSON, 1998; GROTEN e PROBSTER, 1997). Outro importante fator é a possibilidade da restauração cerâmica ser integrada à estrutura dental, atuando como reforço estrutural, desde que o mecanismo adesivo estabeleça uma continuidade da estrutura dental com a restauração, formando um monobloco.

A adesão à estrutura dental, inicialmente ao esmalte (BUONOCORE, 1955) e posteriormente também à dentina, é utilizada há décadas na odontologia, embora apenas no início dos anos 90, com o desenvolvimento dos sistemas adesivos de quarta geração que removem a lama dentinária e desmineralizam parcialmente a dentina peritubular e intertubular, foi possível obter-se força de adesão das resinas à dentina da ordem de 20-30 MPa, capaz de resistir a força de contração do material (SWIFT; PERDIGÃO; HEYMANN, 1995). Promotores de adesão hidrofílicos, infiltram-se na área desmineralizada e na rede de colágeno formando uma camada HÍBRIDA a qual é o principal fator da adesão à dentina (VAN MEERBEEK et al, 1992).

A adesão de materiais restauradores cerâmicos ao dente, envolve três diferentes substratos; (1) tecido dental mineralizado; (2) agente fixador (cimento resinoso) e (3) porcelana. Temos ainda o envolvimento de duas interfaces (resina-dente e resina-cerâmica), formando um conjunto que deve resistir aos diversos estresses existentes no meio oral. Qualquer falha em uma das partes do conjunto, resulta em falha clínica, a qual se expressa sob a forma de fratura adesiva, coesiva ou ambas. Fratura adesiva é representada pela falha ao nível de uma das duas interfaces, enquanto fratura coesiva é representada por quebra de um dos três materiais. Há que se ressaltar que o agente fixador não é um único componente, mas uma sucessão de promotores de adesão e agentes de cobertura específicos para ligarem-se aos substratos (PICARD; JARDEL; TIRLET, 1997). Entre estes, destacam-se os agentes de ligação silanos pela capacidade de se unirem às superfícies orgânicas e inorgânicas, utilizados na odontologia a muitos anos. No início dos anos 60, Bowen (1963) utilizou esta capacidade dos silanos para desenvolver as resinas compostas e mais tarde Paffenbarger (1967) e Myerson (1969) para unir dentes de porcelana à base acrílica das dentaduras eliminando a necessidade de retenções mecânicas.

A crescente demanda por restaurações metalocerâmicas no início dos anos 70 resultou na necessidade de reparo de muitas destas restaurações, já que a substituição de prótese extensas é demorada e dispendiosa. O material de escolha para o reparo foi a resina composta por sua estética, baixo custo, rapidez e fácil manuseio. Sistemas adesivos específicos para o reparo destas restaurações, incluindo um promotor de adesão silano por sua capacidade de aumentar a força da união compósito/porcelana foram então desenvolvidos no final desta década (NEWBURG e PAMEIJER, 1978; HIGTHON; CAPUTO; MATYAS, 1979). O tratamento adequado da superfície cerâmica influencia a habilidade da interface resina-porcelana em resistir ao armazenamento em água e à termociclagem, reduzindo a microinfiltração desta interface de forma significativa (SORENSEN et al., 1991), o que poderia causar pigmentação das margens do reparo, provocando o insucesso por comprometimento estético inicialmente, e possível falha adesiva posteriormente. Adequada adesão da cerâmica à estrutura dental aumenta a resistência à fratura do dente e da própria restauração, além de minimizar substancialmente a microinfiltração marginal, fator determinante na falha ou sucesso de restaurações (ABERG; VAN DIJKEN; OLOFSSON, 1994; KREJCI; LUTZ; REIMER, 1993; MALAMANT e SOCRANSKY, 1999, SCHÄFFER e ZOBLER, 1991). A utilização de um agente de ligação silano, poderá além de aumentar a

resistência de união, possibilitar um melhor selamento desta, prevenindo ou retardando a descoloração (BARRETO e BOTARO, 1982).

O desenvolvimento da técnica do ataque ácido da porcelana no início dos anos 80, possibilitou o surgimento das facetas de porcelana, restaurações fixadas à preparos dentais sem forma de retenção e portanto dependentes de uma forte união cerâmica/resina/dente (HORN, 1983; SIMONSEN e CALAMIA, 1983). A utilização conjunta de ácido e silano ainda no início dos anos 80 demonstrou resistência de união de tal magnitude, que permitiu a expectativa hoje confirmada de sucesso clínico desta técnica tanto para o reparo quanto para a fixação de restaurações cerâmicas (CALAMIA e SIMONSEN, 1984). Estes fatores têm tornado a cimentação adesiva com cimentos de resina composta, o método de eleição para a fixação destas restaurações (VAN DIJKEN, 1999). Cimentos resinosos, utilizados para a fixação de restaurações cerâmicas são basicamente resinas compostas modificadas com matriz similar à do BIS-GMA, com uma variedade de dimetacrilatos de baixa viscosidade como o Trietilenoglicolmetacrilato (TEGMA), e o Uretanodimetacrilato (UDMA), diferindo das resinas compostas tradicionais basicamente no tipo e quantidade de carga inorgânica (DIAZ-ARNOLD; VARGAS; HASELTON, 1999; LU et al, 1992).

O desenvolvimento dos agentes de ligação silano e a técnica de ataque ácido da superfície cerâmica possibilitou, portanto, o surgimento e o sucesso das restaurações totalmente cerâmicas além de possibilitar o reparo quando necessário. Aliado a isto, como já vimos, o desenvolvimento de novos sistemas cerâmicos específicos para a confecção de restaurações e próteses unitárias ou até mesmo parciais totalmente livres de metal, propiciou em anos recentes uma guinada da odontologia restauradora em direção à estética. Um dos mais recentes e revolucionários destes sistemas por sua simplicidade, é o IPS Empress 2 em que o coping metálico é substituído por um núcleo cerâmico com alta resistência flexural ( $\pm 350$  MPa) produzido por técnica de cera perdida e injeção sob pressão de forma semelhante à utilizada para a fundição de metais (HÖLAND, 1998; FRADEANI e BARDUCCI, 2000). A restauração é finalizada pela aplicação em camadas de uma cerâmica sinterizada, mais estética e com resistência flexural de 99 MPa (O'BRIEN; BOENKE; WAGNER, 2000). Apesar do pouco tempo de uso deste sistema, relatos de fratura em lasca faz com que o reparo destas restaurações continue um assunto atual (HEINTZE, 1998).

Existe grande diversidade no tratamento da superfície cerâmica por parte dos profissionais, em especial quanto a utilização ou não de silanos e o tempo de aplicação do

ácido hidrófluorídrico. Este ácido, ataca primeiro e seletivamente as partículas da fase vítrea da porcelana e eventualmente, também a fase cristalina promovendo um padrão de desmineralização semelhante ao que ocorre no esmalte dental. Entretanto, a toxicidade e volatilização decorrente de seu manuseio representam um potencial de dano à saúde (BERTOLINI, 1992; KAO et al., 1999). Durante os procedimentos adesivos para cimentação e principalmente reparo intra-oral de restaurações cerâmicas, dentista e paciente poderão estar expostos a este risco. A aplicação de ácido hidrófluorídrico ou seus substitutos em porcelanas feldspáticas tem variado segundo os autores entre 2min e 20min (AIDA; HAYAKAWA; MIZUKAWA, 1995; AL EDRIS et al., 1990; CALAMIA e SIMONSEN, 1984; HORN, 1983; HSU; STANGEL; NATANSON, 1985; SIMONSEN e CALAMIA, 1983). A diminuição deste tempo de aplicação ou mesmo a eliminação desta etapa clínica poderia ser benéfica para ambos, paciente e dentista. Cada sistema cerâmico necessita de um método específico de pré-tratamento de superfície para garantir uma interface adesiva resina-cerâmica resistente aos estresses (KREJCI; LUTZ; REIMER, 1993).

Este estudo foi realizado com o propósito de avaliar a influência do ácido e do silano para se obter adequada adesão resina composta-cerâmica em procedimentos de reparo ou cimentação das restaurações cerâmicas IPS Empress 2.

## 2 REVISÃO DA LITERATURA<sup>1</sup>

A técnica do condicionamento ácido do esmalte para aumentar a retenção de restaurações de resina acrílica a este, foi introduzida por Buonocore (1955). O autor descreve dois métodos para obter adesão entre um material restaurador acrílico e o esmalte através do tratamento desta superfície para torná-la mais receptível a adesão. Concluiu que maior adesão foi proporcionada pelo tratamento que utilizou uma solução de ácido fosfórico 85% por 30s. A boa adesão obtida encorajou o autor a indicar o método para a restauração de classes III e V onde as forças com potencial de quebrar a união são mínimas além do selamento de fóssulas e cicatrículas.

Bowen (1963) desenvolveu as resinas compostas a partir de polímeros orgânicos (Bis-GMA) reforçados por partículas de sílica vítreas tratadas com um vinyl-silano. O material resultante apresentou propriedades físicas próximas daquelas dos tecidos dentais duros com menor solubilidade, menos afetada pelo ressecamento e com maior resistência à tensão que os cimentos de silicato. O material apresentou ainda coeficientes de contração e expansão térmicas menores que as resinas acrílicas demonstrando um potencial de utilidade clínica maior que deste materiais então em uso.

Buonocore (1963) define adesão como a atração molecular exercida entre superfícies em contato ou atração molecular em uma interface. Segundo o autor, as forças moleculares envolvidas na adesão podem ser divididas em físicas e químicas. Atração física resulta da interação entre elétrons, átomos e íons das moléculas incluindo a ligação hidrogênio que é um tipo especial de interação dipolar-dipolar. Atração química, são forças resultantes da formação de ligações covalentes, iônicas e metálicas e são mais fortes que as uniões físicas. Uma ligação química pode se dar através da transferência de elétrons ou do compartilhamento de elétrons como ocorre entre dois átomos de H para formar uma molécula. Uma ligação química de interesse odontológico, é a que se forma quando uma superfície vítrea é tornada hidrofóbica pela reação com o dimetildiclorosilano. O grupo orgânico metil do silano é unido

---

<sup>1</sup> Baseada na NBR 10520 de jul. de 2001 da ABNT

ao vidro através de uma união covalente silício-oxigênio-silício. Adesão é dependente essencialmente das forças de atração entre as superfícies e existe apenas se a distância entre elas for suficientemente curta (1-2 angstroms). Entre os fatores para se obter e manter adesão o autor cita a superfície de contato que deve ser a maior possível. Uma vez que superfícies à nível atômico apresentam muitas áreas sem contato, o uso de um fluido adesivo que preencha estas irregularidades é importante para se maximizar a adesão. Segundo o autor, outro fator importante para estabelecer adesão é o “molhamento” da superfície a ser aderida que é uma manifestação das forças atrativas entre as moléculas do adesivo e do aderente. Um ângulo de contato zero indica que as moléculas do adesivo são atraídas para as moléculas do sólido aderente tanto ou mais que as atrações que existem entre as moléculas do próprio adesivo. Quanto menor o ângulo de contato maior a habilidade do adesivo penetrar e preencher as irregularidades do aderente e maior a adesão. O autor cita ainda que adesivos espessos promovem adesão mais fraca assim como adesivos com alto módulo de elasticidade. Coeficientes de expansão e contração diferentes também são obstáculo para uma boa adesão.

Paffenbarger; Sweeney; Bowen (1967) desenvolveram método para aderir dentes de porcelana à base de resina das próteses totais. O mecanismo de união usado até então (pinos metálicos ou canaletas na porcelana) era considerado inadequado pois enfraquecia os dentes, não impedia a entrada de fluidos na interface dente cerâmico/resina, além da ocorrência freqüente de fraturas da base da dentadura em especial na região anterior. Partiram da premissa de que se dentes cerâmicos pudessem ser aderidos de forma estável à base da dentadura, sem retenções mecânicas, estas seriam mais resistentes. Utilizaram um silano apropriado (metacryloxypropiltrimetoxysilano), o qual já era empregado em resinas reforçadas por vidro, para fazer a ligação entre os dentes de porcelana e a base da dentadura, já que a porcelana odontológica composta por feldspato, sílica e kaolin forma uma estrutura complexa de silicato. A resistência da adesão foi demonstrada por teste de tração em dentes tratados e não tratados com silano. A hidrólise do silano foi obtida pela utilização de ácido acético a um pH entre 3 e 4. A acidificação catalisa a hidrólise do grupo methoxy e prepara o silano para a adesão com a superfície cerâmica. Os resultados mostraram que o grupo controle (sem silano) obteve adesão tão fraca que não foi possível medir, enquanto os espécimes tratados com silano requereram considerável força para romper a adesão. Termociclagem ou armazenamento em água não alteraram a adesão. Concluíram que dentes de porcelana podem ser aderidos à base de dentaduras sem qualquer retenção mecânica se um agente de ligação silano apropriado for utilizado.

Semmelman e Kulp (1968) testaram o efeito do silano sobre a resistência da adesão de dentes de porcelana à resina acrílica. Verificaram que diferentes porcelanas apresentam diferentes forças de adesão quando tratadas com silano, sendo que porcelanas feldspáticas, são mais compatíveis ao silano que porcelanas com alto conteúdo de alumina. Verificaram ainda que uma porcelana feldspática com alto conteúdo de sílica-vidro e portanto com possibilidade de oferecer mais e melhores sítios para adesão química, apresentou significante menor resistência de adesão. Concluíram que a utilização do silano deve ser restrita a um adjunto das retenções mecânicas, para reduzir a separação.

Myerson (1969) pesquisou a adesão de dentes de porcelana à resinas acrílicas curadas à quente e à frio. Verificou que o calor enfraquece a ligação. Concluiu que a causa do enfraquecimento é a diferença de expansão térmica entre o acrílico e a porcelana e que a ligação promovida apenas pelo silano é insatisfatória.

Para solucionar os problemas com o reparo de próteses fabricadas com porcelana, Newburg e Pameijer (1978) testaram a adesão da resina composta a porcelana. Estudos anteriores mostraram forte adesão de resina acrílica a porcelana com a utilização de silanos. Os dentes pré-fabricados utilizados no experimento. Foram desgastados para produzir uma superfície plana e polidos com lixas para remover qualquer retenção mecânica, limpos com ácido fosfórico 33% lavados e secos com jatos de ar. Uma solução de silano hidrolisado foi aplicada por 5min e permitido evaporar completamente por mais 5min. Um adesivo resinoso sem carga foi aplicado e polimerizado sobre a superfície cerâmica e em seguida um botão de resina composta foi construído. Todos os grupos foram silanizados com exceção do controle e armazenados a seco por uma semana. Alguns grupos foram submetidos à termociclagem úmida antes do teste de cisalhamento. Os resultados reforçaram a hipótese de que resina composta pode ser aderida à cerâmica com silanos. A termociclagem não modificou significativamente a adesão, segundo os autores, porque a expansão térmica da porcelana e da resina é relativamente compatível. Consideraram que a remoção do glaze é indispensável e concluíram que a utilização de resina composta com silanos é um método efetivo de reparo de porcelanas fraturadas.

Higthon; Caputo; Matyas (1979) realizaram estudo para comparar a efetividade de dois sistemas de reparo de porcelana que utilizam agentes de ligação silanos como promotores de adesão. Silanos funcionam por adsorção (fixação de moléculas de uma substância na superfície de outra substância) e alterando a superfície de um sólido para facilitar interação

por processo físico ou químico. A porção da molécula de silano que não é adsorvida torna a superfície mais fácil de ser molhada pelo material restaurador. Os organosilanos mais comumente utilizados nos sistemas de reparo são:  $\gamma$ -Aminopropyltriethoxysilano, Viniltriethoxysilano e metacryloxypropyltrimethoxysilano. Como o estudo visava examinar apenas a efetividade do silano, nenhum tratamento abrasivo foi efetuado. O método utilizado foi o de fratura da porcelana, reparo e re-fratura. Os resultados mostraram que o reparo com resina composta e silano apresentou 28% da resistência à fratura em relação a porcelana não reparada, enquanto o reparo com resina acrílica alcançou 48%.

Barreto e Bottaro (1982) descrevem técnica de reparo de porcelanas fraturadas. O preparo da superfície cerâmica resumiu-se à confecção de uma superfície rugosa na área fraturada, com a utilização de brocas diamantadas, remoção do glaze na área próxima a fratura e aplicação de um promotor de adesão silano, que segundo os autores, além de aumentar a resistência de união, tem um papel ainda mais importante que é o selamento da interface. Os autores indicam a utilização combinada de resina micropartícula-resina composta convencional para o reparo.

Diversos solventes como água, etanol, ácido acético, propanol entre outros, têm sido utilizados nos silanos. Entretanto, estudos envolvendo a silanização com estes diversos solventes e a estabilidade da interface são raros. Chen e Brauer (1982) realizaram estudo para determinar a natureza e a extensão da interação vidro/resina/silano com diversos solventes, na presença e na ausência de n-propylamine. Os autores já sabiam que n-propylamine dissolvida em acetona promove a silanização do  $\gamma$ -methacryloxypropyltrimethoxysilane, entretanto, a silanização em diferentes solventes e a estabilidade da interface não eram bem conhecidos. Os resultados mostraram que a adição de 2% de n-propylamine ao solvente, aumenta o efeito de ligação do silano, especialmente quando acetona, n-pentane, n-hexane, n-heptane, xylene ou cyclohexane foram usados como solvente. A estabilidade da ligação foi estudada em água à 68°C e constataram que ocorreu reduzida deterioração hidrolítica na presença da amina n-propylamine. Na ausência desta, a deterioração continuou a ocorrer durante o período estudado. Concluíram que a adição de aminas primárias, em especial n-propylamina dissolvida em hidrocarbonetos alifáticos ou cyclohexanos, aumenta a força e a estabilidade da ligação promovida pelo silano.

Simonsen e Calamia (1983) baseados nas limitações das facetas estéticas de resina acrílica ou composta, então em uso, testaram a possibilidade de uma porcelana ser

condicionada por ácido e a resistência da união desta, à uma resina composta. A porcelana foi atacada com ácido hidrocloreídrico com concentração de 7,5% por tempos de: 0, 2,5, 5, 10 e 20min. Um cilindro de resina composta foi fixado à porcelana, com uma resina sem carga de ativação química. A resistência obtida variou de 0,6MPa quando a porcelana não foi atacada por ácido à 7,5MPa quando a mesma foi condicionada por 20min. Concluíram que a magnitude da força de adesão possibilita o uso de facetas ou outras restaurações de porcelana, mas indicaram a necessidade de mais estudos para determinar a melhor solução condicionadora e tempo de condicionamento ácido.

Horn (1983) propôs a utilização de facetas laminadas de porcelana unidas ao esmalte atacado por ácido, como opção para facetas de resina composta ou acrílico que apresentavam problemas tais como: porosidade, baixa resistência à abrasão, perda de brilho, alteração de cor, incompatibilidade biológica e limitada adesão. O método desenvolvido poderia segundo o autor, unir efetivamente a porcelana ao esmalte atacado por ácido através de uma combinação de adesão química e mecânica. Adesão química, através do uso já estabelecido de agentes de união silanos que reagem com o vidro através do grupo ethoxy, chloro, ou amina e com a resina através do grupo vinil. Segundo o autor apesar da eficácia comprovada dos silanos em promover adesão à porcelana, os produtos então utilizados eram extremamente sensíveis a técnica. A adesão mecânica, desenvolvida para compensar estes problemas, foi obtida por ataque ácido da porcelana com ácido hidrófluorídrico 10% por 15min. O ácido produz microporosidades onde a resina fluida penetra gerando retenção mecânica. Segundo o autor, este ácido é danoso à saúde e o tempo de ataque deve ser modificado de acordo com a espessura da porcelana. Após a instalação de mais de 100 facetas sem nenhum fracasso relacionado com perda de adesão, o autor conclui que porcelana pode ser aderida ao dente com sucesso utilizando este método.

Calamia e Simonsen (1984) testaram em uma máquina Instron, o efeito de promotores de adesão (agentes de união silano), na resistência da união resina-porcelana. A porcelana foi previamente condicionada por solução de ácido hidrófluorídrico e sulfúrico durante 20min. Concluíram que o ataque ácido foi mais importante que o silano na resistência de adesão, mas os melhores resultados foram obtidos quando se associou condicionamento ácido e silano.

Em função da variedade de procedimentos adesivos recomendados para fixar facetas de porcelana, Hsu; Stangel; Nathanson (1985) realizaram estudo laboratorial para determinar o efeito dos agentes de ligação silanos, sobre a força de adesão da resina à porcelana

condicionada por ácido. As amostras foram divididas em 4 grupos (GA,GB,GC,GD). Nos grupos A e B, a porcelana foi condicionada com ácido HF por 2,5min (o tempo foi determinado por análise no MEV) e no C e D, não foram condicionadas. A superfície cerâmica dos espécimes dos grupos B e D, foram silanizadas. Os resultados mostram substancial maior resistência ao cisalhamento no grupo A (HF) que no grupo D (silano). A maior resistência foi obtida no grupo B (HF + silano) e a menor no grupo C (nenhum tratamento). Os autores concluíram que o silano melhora significativamente a adesão resina-porcelana.

Calamia et al (1985) axaminaram o efeito de três concentrações de ácido HF e dois tempos de condicionamento (2,5min. e 20min.), aplicados sobre quatro porcelanas comerciais (três feldspáticas e uma alumínica). O teste utilizado foi o de cisalhamento. Concluíram que diferentes porcelanas necessitam de diferentes concentrações e diferentes tempos de condicionamento ácido.

Em função da variedade de procedimentos adesivos recomendados para fixar facetas de porcelana, Hsu; Stangel; Nathanson (1985), realizaram estudo laboratorial para determinar o efeito dos agentes de ligação silanos sobre a força de adesão da resina à porcelana condicionada por ácido. As amostras foram divididas em 4 grupos (GA,GB,GC,GD). Nos grupos A e B, a porcelana foi atacada com ácido por 2,5min (o tempo foi determinado por análise no MEV), C e D, não foram atacadas. A superfície cerâmica dos grupos B e D, foram silanizadas. Os resultados mostram substancial maior resistência ao cisalhamento no grupo A (HF) que no grupo D (silano). A maior resistência foi obtida no grupo B (HF + silano) e a menor no grupo C ( nenhum tratamento). Os autores concluíram que o silano melhora significativamente a adesão resina-porcelana.

Culler; Krueger; Joos (1986) realizaram estudo para determinar a composição de diversos kits de reparo de porcelana, com o objetivo de determinar os fatores que são importantes para se conseguir alta força de adesão resina-porcelana. As análises demonstraram que o ingrediente mais ativo dos kits era o silano, que promove a adesão de diversos materiais inorgânicos. Concluíram que os silanos funcionam melhor na sua forma hidrolisada, já que existiu uma correlação entre o grau de hidrólise do silano e a força de adesão resina-cerâmica (falha coesiva na porcelana).

Calamia et al. (1986) testaram a resistência ao cisalhamento de uma porcelana fundida (Dicor), submetida a diferentes tempos de condicionamento ácido (2.5, 5, 10, 20min). A análise de variância ANOVA “one way”, mostrou diferenças significativas nos períodos

testados. O tempo de 2.5min se mostrou mais adequado. De modo geral os autores consideraram os resultados similares àqueles previamente reportados com porcelanas convencionais.

A resistência ao cisalhamento das resinas compostas unidas à porcelana, foi investigada por Stangel; Nathanson; Hsu (1987). Microscopia eletrônica de varredura, foi inicialmente utilizada para examinar a configuração da superfície da porcelana preparada sob várias condições. Posteriormente resina composta foi aderida a espécimes de porcelana atacada e não atacada por ácido usando resina sem carga; silano e silano com adesivo. Os resultados do teste demonstraram diferenças na resistência de adesão, que foram dependentes do tipo de tratamento da superfície cerâmica. O condicionamento ácido da porcelana aumentou significativamente a resistência de adesão em todos os testes e foi segundo os autores, o principal responsável pelos altos valores de resistência de adesão obtidos.

Gregory; Hagen; Powers (1988) avaliaram a resistência da união resina-porcelana, utilizando cinco diferentes sistemas de reparo comercialmente disponíveis (Scotchprime, Fusion, Silux, Porcelain Repair Líquid, Silanit, Ultrabond). Utilizaram resina híbrida e ainda uma resina microfil (Silux) para testar a recomendação de utilizar materiais de um mesmo fabricante. As amostras de porcelana foram polidas até lixa 600 para remover o glaze, sem no entanto deixar retenções mecânicas. As amostras foram divididas em 5 grupos e testados, cada grupo, com um dos sistemas de reparo. Os grupos foram divididos em subgrupos para testar o efeito do tempo de armazenamento (1, 7, 28 dias em água 37°C) sobre a força de união. Um grupo adicional (Scotchprime/Silux) foi utilizado para testar materiais homogêneos. Constataram que a força de união foi afetada negativamente pelo armazenamento, sendo que o sistema Scotchbond foi o menos afetado, tendo seu valor de adesão aumentado entre o 7° e 28° dia, mais ainda assim menor que após o 1° dia. A combinação heterogênea de sistemas não alterou significativamente a adesão mas a característica da resina (híbrida ou microfil), sim. Todas as falhas foram adesivas. Segundo os autores, resistência de união inicial não é indicativo de resistência de união à longo prazo.

Tjan e Nemetz (1988) compararam a resistência de união de cimentos resinosos à amostras de cerâmicas vítrea e feldspática, com e sem a aplicação de silano. Observaram aumento na força de união de ambas as cerâmicas quando o silano foi utilizado, sendo que a resistência da adesão à cerâmica vítrea (Dicor) foi menor que à porcelana feldspática. A

menor adesão da cerâmica Dicor foi creditada, à uma menos intensa modificação morfológica da superfície cerâmica pelo ácido HF, comparando-se com a porcelana feldspática,

Com a introdução das facetas de porcelana, os produtos inicialmente desenvolvidos para unir quimicamente resina composta à porcelana, passaram a ser utilizados primariamente para promover adesão entre porcelana e cimento resinoso. Nicholls (1988) investigou a força de união de 5 cimentos resinosos a porcelana condicionada por ácido. A influência de dois silanos, da aplicação de uma camada de resina sem carga e o armazenamento por 7 dias a seco foi igualmente investigada. O teste utilizado foi o de tração. As superfícies cerâmicas foram polidas para copiar a superfície de uma faceta fabricada sobre uma folha de platina e então foi aplicado ácido (hidrofluorídrico 7,5%, 6min), silano (de acordo com o fabricante), resina sem carga, cimento e polimerizadas. Concluíram que:

1. a resistência de união de todos os cinco cimentos à porcelana tratada com ácido e silano foi maior de 4000 psi (adesão resina/esmalte é 3900-4200 psi);
2. Silano Scotchprime (pré-hidrolisado), apresentou maior força de união que o Porcelain Repair Prime Silane o qual necessita de pré-tratamento da porcelana com ácido fosfórico para a hidrólise o que segundo os autores pode ter diminuído o molhamento da superfície cerâmica;
3. os sete dias de armazenamento entre a silanização e a cimentação não alterou a força de união;
4. quando o silano foi contaminado por saliva, 15 segundos de ataque ácido com ácido fosfórico 37%, restaurou a força de união.

Diaz-Arnold; Schneider; Aquilino (1989) investigaram a resistência ao cisalhamento da união resina composta-cerâmica, promovida por três sistemas comerciais de reparo de porcelanas (Scotchprime, Fusion e Ultrabond). Avaliaram ainda o efeito da condição de superfície (glazeada ou rugosa) e do armazenamento úmido (2 ou 30 dias) sobre a resistência de união. Segundo os autores, apesar de que teoricamente o silano deva provir união estável, estudos prévios haviam mostrado resultados conflitantes, provavelmente devido a diferenças de metodologia. Após a queima, as amostras de porcelana foram jateada para remover o autoglaze e em seguida polidas com lixa nº 220. Metade das amostras foram então reglazeadas. Cada sistema de reparo foi aplicado a amostras de porcelana glazeada e não

glazeada, de acordo com as instruções dos fabricantes. Na seqüência, resina composta compatível com cada sistema de reparo foi aderida às superfícies cerâmicas sem a utilização de um adesivo. A condição da superfície cerâmica não alterou a resistência de união para o sistema Scotchbond, que apresentou união mais forte que a resistência da própria cerâmica, comprovando segundo os autores, união química. O tempo de armazenamento afetou apenas as amostras glazeadas nos grupos tratados com Scotchbond, sugerindo que a união química é influenciada pelo tempo de armazenamento, já que as mostras com superfície rugosa não foram significativamente afetadas. Concluíram que existe diferença entre os sistemas testados. Scotchprime proveu resistência de união que não foi afetada pela condição da superfície. O tempo de armazenamento altera a resistência de união mas os espécimes rugosos tratados com Scotchbond não foram significativamente afetados.

Uma vez que existia uma considerável disparidade entre os resultados publicados de resistência adesiva, Van Noort et al. (1989) examinaram os métodos correntemente utilizados para tal. O resultado de suas análises, demonstrou que a resistência de união nominal pode ser alterada devido a geometria do espécime, configuração da carga, ou elasticidade do material, que provocam diferente distribuição do estresse na interface, impedindo que se consiga distribuição de forças uniformes na interface. Segundo os autores, os resultados dos testes de resistência adesiva são tão afetados pelas condições do teste, que a comparação de dados de diferentes laboratórios é provavelmente impossível, particularmente para os testes de cisalhamento. Somente se a distribuição do estresse no material for o mesmo em diferentes testes, os dados podem ser comparados. Os autores concluem que existe urgente necessidade de se desenvolver testes estandarizados, para medir resistência adesiva.

Matsumura et al. (1989) investigaram um sistema de reparo de porcelana, o qual utiliza um silano de dois frascos. Os autores empregaram a abrasão mecânica com lixas e brocas diamantadas para avaliar o efeito do tratamento de superfície na durabilidade da união. Os grupos em que a abrasão foi feita com brocas diamantadas, mostraram-se mais resistentes a penetração da água na interface resina-porcelana durante a termociclagem, facilitando a durabilidade da união.

Atmadja e Bryant (1990) estudaram alguns fatores que influenciam a profundidade de cura dos compósitos, através da medição da dureza Knoop. Observaram que a dureza dos compósitos diminui com o aumento da profundidade e a diminuição do tempo de exposição à luz. Concluíram que 40s de exposição é preferível clinicamente aos 20s preconizados pelos fabricantes.

Beck; Janus; Douglas (1990) compararam com teste de cisalhamento, a resistência da união resina composta-metal (metalocerâmica) e resina-porcelana, com diferentes porcelanas e tipos de resina. As amostras foram armazenadas por 7 e 30 dias à 37°C e termocicladas (500 ciclos) entre 14°C e 60°C. A resistência ao cisalhamento foi calculada a partir da área de superfície e da força requerida para a ruptura. Segundo os autores a resistência de união foi afetada pelo tipo de resina, tipo de porcelana, e tempo de armazenamento e termociclagem.

Dietschi et al. (1990) realizaram estudo para verificar a resistência à fratura de *inlays* cerâmicos fixados com cimento de ionômero de vidro e com cimento de resina composta. Tinham também o propósito de avaliar a resistência à fratura, de dentes cujas restaurações cerâmicas foram fixadas com os dois agentes de fixação. As superfícies cerâmicas foram atacadas por ácido HF 40% e nos grupos com cimento resinoso, foi aplicado um silano. Os resultados mostraram que *inlays* cimentados com resina composta resistiram melhor a fratura. Porcelanas, especialmente aquelas com baixa resistência flexural, fixadas com resina composta apresentaram diferença estatística em relação aquelas cimentadas com ionômero, fato que os autores atribuíram as superiores qualidades físico-químicas da resina composta. As fraturas nas restaurações cimentadas com resina foram do tipo adesiva, entre a resina e a dentina e coesiva do esmalte, enquanto nas amostras cimentadas com ionômero de vidro foram adesivas entre a cerâmica e o cimento.

Al Edris et al. (1990) avaliaram a capacidade de três ácidos em criar retenções micro-mecânicas em três porcelanas. Segundo os autores, a adesão física obtida pela utilização do ácido somada à adesão química proporcionada pela utilização de agentes de união silanos, promove a mais alta resistência de união. Entretanto a utilização do silano vem sendo questionada enquanto a adesão mecânica proporcionada pelo condicionamento ácido da porcelana, vêm sendo considerada mais importante por pesquisadores e clínicos. O ácido mais comumente utilizado para se obter esta adesão micro-mecânica é uma solução de ácido hidrófluorídrico 10%, a qual é considerada danosa a saúde e necessita de um ambiente ventilado para ser utilizado. O objetivo do estudo foi analisar com MEV, alterações na superfície de três porcelanas feldspáticas, produzidas por três diferentes soluções ácidas capazes de atacar a fase vítrea das porcelanas. Os resultados demonstraram que as soluções ácidas atacaram de forma diferente as três porcelanas, sendo que aquelas que continham ácido hidrófluorídrico, produziram mais alterações morfológicas na superfície cerâmica, que o flúor fosfato acidulado. Segundo os autores, diferenças nas fases vítreas e cristalinas, além da variação no tamanho das partículas, foram responsáveis pelas diferenças morfológicas

encontradas. Concluíram que o ataque ácido produziu alterações morfológicas diferentes para as diferentes porcelanas, sendo que as alterações produzidas pelo ácido hidrofluorídrico foram mais pronunciadas que as produzidas pelo AFP.

Beck; Janus; Douglas (1990) testaram a resistência ao cisalhamento, da união resina-metal e resina-porcelana. Os corpos de prova foram termociclados (500 ciclos) à temperaturas que variaram de 14°C à 60°C durante 7 e 30 dias. Segundo os autores a utilização da termociclagem é variável na literatura, com muitos autores reportando redução da resistência de união. Utilizaram no estudo, 2 tipos de porcelana e 2 tipos de resina. Concluíram que o tipo de cerâmica e o tipo de resina afetam a união, assim como a termociclagem já que a resistência da união foi maior após 24h e 7 dias do que após 30 dias.

Schäffer e Zabler (1991) descrevem caso clínico com restaurações tipo inlays cerâmicos. Segundo os autores, entre as vantagens das restaurações cerâmicas adesivas estão a conservação e reforço da estrutura dental, além de que o mecanismo de adesão (ácido + silano), aumenta a resistência da porcelana e garante boa adaptação marginal.

Sorensen; Kang; Avera (1991) avaliaram o efeito do tratamento da superfície cerâmica sobre a microinfiltração na interface resina-porcelana. A medição da penetração de pigmentos foi feita após armazenamento em água 37°C e termociclagem (1000x). Os resultados mostraram que o silano sozinho não reduziu a microinfiltração, mas quando combinado com ataque ácido HF, a redução foi significativa.

Wolf; Powers; O'Keefe (1992) investigaram com testes de tração, o efeito do tratamento da superfície cerâmica com novos sistemas de reparo, sobre a resistência da união resina-cerâmica. Utilizaram no experimento, quatro agentes de união (Clearfil Porcelain Bond, Porcelain Liner M, Porcelain Liner M com Super Bond C&B e Scotchprime), três tratamentos da superfície cerâmica (HF, Jateamento, abrasão com broca diamantada) e duas condições de armazenamento (24h e termociclagem). Observaram significativa diferença na força de união, sendo que a condição de armazenamento foi o principal fator, seguido pelo agente de união e pelo pré-tratamento de superfície. Termociclagem diminuiu a força de união de todas as amostras, mas as amostras tratadas com Scotchprime foram menos afetadas. Para 24h de armazenamento, Clearfil Porcelain Bond e Scotchprime mostraram resistência de união acima de 23MN/m<sup>2</sup> à porcelana jateada.

Bertolini (1992) relata a toxicidade do ácido hidrófluorídrico, o qual pode causar queimaduras bem como toxicidade sistêmica e em casos extremos até a morte.

Van Meerbeek et al. (1992) investigaram a interface existente entre a superfície dentinária tratada e o sistema adesivo. Vários sistemas adesivos foram utilizados de acordo com as recomendações dos respectivos fabricantes e sobre estes aplicaram uma resina composta de baixa viscosidade. Os corpos de prova foram analisados no microscópio eletrônico de varredura e observaram que a adesão da resina à dentina foi micro-mecânica pela desmineralização promovida pelo ácido e entrelaçamento do adesivo nas fibras colágenas expostas, formando uma camada “híbrida”.

Hayakawa, et al. (1992) investigaram a influencia da condição de superfície da porcelana e a aplicação de silano sobre a força de união resina-porcelana. As variáveis incluíram três tratamentos da superfície cerâmica (polimento, condicionamento com ácido HF e ácido fosfórico) e três silanos (Cosmotech Porcelain Primer, Laminabond Porcelain Primer, Optec Silane Coupling Agent). Os testes de cisalhamento foram realizados após 1 dia de armazenamento em água à 37°C. Os resultados mostraram que o ácido HF promove maior adesão que o ácido fosfórico. Dois dos silanos (Optec, Laminabond) produziram alta força de união independente da condição da superfície cerâmica. Os autores concluíram que a reação química entre o silano e a porcelana foi responsável pela alta resistência ao cisalhamento.

Em uma investigação das falhas que ocorrem na interface resina composta-porcelana sob forças de cisalhamento, Lu et al. (1992) trataram a superfície cerâmica com ácido HF e/ou dois promotores de adesão silanos. Utilizaram ainda dois diferentes cimentos de resina composta, um cimento resinoso comercial e uma resina composta de micropartícula diluída em adesivo dental. Os resultados mostraram que o silano individualmente, foi mais importante para a força de união do que o ácido, embora a maior força de união tenha ocorrido quando ácido HF e silano foram utilizados em conjunto. Segundo os autores quando uma superfície cerâmica atacada por ácido é silanizada o aumento da força de união ocorre via dois mecanismos:

1. o silano promove ligação química entre a resina e a cerâmica através da adsorção do silano sobre a superfície cerâmica rica em Si, e ligação covalente entre o silano e a matriz resinosa;

2. o silano promove um molhamento da superfície cerâmica, permitindo um maior escoamento do cimento resinoso dentro das micro-porosidades existentes na superfície da porcelana condicionada pelo ácido.

Uma vez que fratura de restaurações cerâmicas têm sido relacionadas com presença destas porosidades, a obliteração poderia aumentar a resistência à fratura destas restaurações, mecanismo de reforço que relacionaram ao silano. Quanto aos dois agentes de fixação utilizados, não houve diferença entre eles, o que segundo os autores já era esperado uma vez que consideram que cimentos resinosos são basicamente resinas compostas diluídas. Os autores concluíram que o tratamento combinado ácido-silano é o ideal para restaurações cerâmicas, mas o silano foi mais importante que o ácido para a força de união. O silano Scotchprime permitiu maior força de união que o do sistema de reparo Porcelain Repair Primer.

Krejci; Lutz; Reimer (1993) examinaram *in vitro* a adaptação marginal de inlays cerâmicos fabricados com duas cerâmicas diferentes, cimentados adesivamente. As restaurações após cimentadas, foram submetidas à simulação de 5 anos de função. Os resultados demonstraram adaptação marginal inicial superior à dos cimentos tradicionais, mas estresse mecânico químico e térmico causou desintegração marginal. Os autores concluíram que cada cerâmica necessita de tratamento de superfície individual para obter a melhor adesão.

Anagnostopoulos; Eliades; Palaghias (1993) realizaram estudo com o objetivo de providir informação sobre o modo de ação e eficiência de três silanos de uso odontológico disponíveis comercialmente. Utilizaram dois silanos de frasco único (pré-hidrolisados) e um de dois frascos para hidrólise imediata. Foi estudada ainda, a composição e a extensão da hidrólise destes silanos. Os resultados mostraram que todos os silanos incluídos no estudo tinham a mesma composição:  $\gamma$ -methacryloxypropyltrimethoxysilane com concentração de 1,15 a 18,6g/100ml, diluídos em solução de etanol ou isopropanol. Traços de ácido acético (catalisador da hidrólise), foi encontrado nos silanos pré-hidrolisados. A eficiência de um silano, segundo os autores, pode ser medida pela quantidade de grupos silanol (SiOH) que são sítios ativos de uma molécula de silano hidrolisada, que existem em cada molécula de silano (reatividade silanol). O potencial para a existência de grupos silanol pode ser estimado pela quantidade de grupos methoxy (O-CH<sub>3</sub>) hidrolisados por átomo de Si (grupo metoxysilano-Si-OCH<sub>3</sub>). Quanto maior o número de grupos methoxy (O-CH<sub>3</sub>) hidrolisados para silanol

(SiOH), maior pode ser considerada a reatividade (quantidade de grupos silanol disponíveis para reagir com o Si da porcelana) da molécula se silano. Os silanos pré-hidrolisados (um frasco), mostraram quantidade de hidrólise significativamente maior que os silanos de dois componentes. A ligação do grupo silanol do silano com o Si da cerâmica ocorre por reação de condensação. Segundo os autores os valores de hidrólise do grupo silanol correlacionaram positivamente com os testes de resistência de união. Concluíram que silanos frasco único pré-hidrolisados, mostraram maior extensão de hidrólise que silanos de dois frascos.

Söderholm e Shang (1993) investigaram a união sílica-silano nos compósitos dentais. O estudo sugere que o  $\gamma$ -methacryloxypropyltrimethoxysilane (MPS) forma dois tipos de união: ponte siloxane pela reação de condensação entre os grupos silanois da porcelana e do silano hidrolisado, liberando água. Simultaneamente o grupo carbonil (C=O) forma união hidrogênio com grupos OH disponíveis na superfície. A união com a resina ocorre segundo os autores, via união entre os grupos metacrilatos de ambos; silano e matriz resinosa.

Em estudo conduzido para avaliar a resistência de união resina composta-porcelana, Appeldoorn; Wilwerding; Barkmeier (1993) testaram oito sistemas de reparo de nova geração. Os testes de cisalhamento foram realizados após 24h de armazenagem em água e após 3 meses de armazenagem em água, seguido de termociclagem. A termociclagem e o armazenamento, diminuía de forma significativa a resistência de união dos antigos sistemas de reparo. O objetivo do estudo, foi portanto, avaliar esta nova geração que inclui vários agentes químicos, diferentes preparos de superfície e tempos de aplicação dos agentes químicos. O preparo da superfície cerâmica para os procedimentos adesivos foi realizado seguindo as instruções dos fabricantes de cada sistema. Três dos oito sistemas testados não apresentaram diminuição significativa da resistência de união quando a armazenagem por 24h foi comparada com 3 meses. Um destes três sistemas foi o Scotchprime Repair System que utiliza ácido HF, os outros dois usam  $H_3PO_4$ . Os sistemas que produziram maior força de união, geralmente produzem também maior número de falhas coesivas.

Suliman; Swift; Perdigão (1993) avaliaram o efeito de vários tratamentos de superfície e agentes de união sobre a resistência da adesão entre resina composta e porcelana. Os tratamentos da superfície cerâmica foram: jateamento, rugosidade com broca diamantada, ataque com ácido hidrófluorídrico 9,6% e uma combinação dos dois últimos métodos. Foram utilizados três diferentes agentes de união resinosos hidrofílicos e um silano foi aplicado em todas as superfícies cerâmicas e permitido secar antes da aplicação do adesivo. A força de

adesão foi determinada por teste de cisalhamento. Os resultados mostraram que na média, maior força de adesão foi obtida quando o adesivo Clearfil foi utilizado. Clearfil Porcelain Bond, inclui em sua formulação, um componente silano que segundo seu fabricante torna desnecessária a utilização de ácido HF, mas ainda assim para estandarizar todos os grupos, neste também foi aplicado silano previamente. Os autores acreditam que o componente silano do Clearfil pode ser o responsável pela maior força de adesão. O tratamento mecânico da superfície cerâmica mais efetivo, foi o que usou uma combinação de rugosidade com broca diamantada + HF, embora estatisticamente, nenhum dos métodos mecânicos de tratamento da superfície cerâmica pudesse ser apontado como significativamente melhor que outro.

Yen; Blackman; Baez (1993) estudaram o efeito da alteração topográfica ocorrida na superfície cerâmica como resultado do ataque ácido, na resistência flexural de duas porcelanas odontológicas. Os autores concluíram que diferentes tempos de ataque ácido não enfraquecem de forma significativa qualquer das duas porcelanas incluídas no estudo (feldspática/vítrea-Dicor), no entanto, ressaltam que deve ser pesquisado o efeito deste enfraquecimento, sobre outras cerâmicas e especialmente em restaurações cerâmicas *in vivo*, submetidas ao envelhecimento e à fadiga.

Stacey (1993) testou a resistência de união de discos cerâmica fixados ao esmalte através de cimentos resinosos. Além disto, compararam a resistência da adesão da resina composta ao esmalte e à cerâmica acondicionados por ácido e avaliaram a efetividade do silano sobre a força de união resina-porcelana. Os resultados mostraram que:

1. a força da adesão de cimentos resinosos ao esmalte e a cerâmica condicionados por ácido não foram significativamente diferentes;
2. o silano eleva significativamente a força da união porcelana condicionada ao cimento resinoso;
3. a força da união do esmalte/porcelana tratada com silano foi quase 3x maior que as amostras não silanizadas;
4. termociclagem diminuiu a força de união, entretanto esta redução foi significativa apenas para as amostras não silanizadas;
5. a resistência da união após termociclagem foi quase 5x maior nas amostras silanizadas.

O autor concluiu que somente o ataque ácido da porcelana é insuficiente para criar adesão confiável para facetas de porcelana submetidas a termociclagem, mas não altera significativamente a adesão se esta for tratada também com silano.

Rueggerberg; Caughman; Curtis (1994) investigaram a interdependência entre a duração da exposição luminosa e a intensidade da fonte de luz sobre a cura da resina composta em várias profundidades. Concluíram que a intensidade mínima recomendada é de 400 mW/cm<sup>2</sup>, o tempo de cura deve ser de 60s quando a profundidade for maior que 1mm e que os incrementos não devem ultrapassar a espessura de 2mm.

Aberg; Van Dijken; Olofsson (1994) compararam inlays cerâmicos fixados com cimento ionômero de vidro ou de resina composta. Encontraram menor dissolução marginal e menos fratura em inlays cimentados com resina composta. Creditaram tal fato à adesão mecânico-química promovida pelo ácido e silano.

Özden; Akaltan; Can (1994) examinaram o efeito de diversos tratamentos da superfície cerâmica sobre a força de adesão a um cimento resinoso de cura dual. O teste foi de cisalhamento e os espécimes de porcelana foram submetidos aos seguintes tratamentos de superfície:

1. silano;
2. ácido HF;
3. asperização com broca diamantada;
4. asperização + ácido + silano;
5. asperização + silano;
6. ácido + silano;
7. asperização + ácido.

Os resultados mostraram que a maior força de adesão foi encontrada quando a superfície cerâmica foi submetida à asperização mecânica, seguida de silanização. Não houve diferença estatística na força de adesão entre os grupos silano, ácido, e silano + ácido, embora a maior média de adesão foi encontrada no grupo do silano. Os autores concluíram que o

ácido HF pode contribuir para a resistência de adesão, mas o silano sozinho ou associado com qualquer outro tratamento mecânico têm um efeito superior quando submetido à teste de cisalhamento *in vitro*

Com o advento da odontologia adesiva, a determinação da resistência de união dos diversos materiais ao dente, é de grande importância e interesse. Os testes tração freqüentemente provocam falha coesiva, dificultando uma aferição da interface adesiva, já que muitas vezes esta falha ocorria com valores muito abaixo da resistência à tração da própria dentina. Tais falhas foram creditadas à extensão da interface adesiva. Sano et al. (1994) realizaram estudo para testar a hipótese nula de que não existe relação entre a área de união e a resistência à tração dos materiais adesivos. Para realizar os testes, removeram totalmente o esmalte de dentes molares extraídos, restauraram com resina e seccionaram o dente em 10-20 finas fatias paralelas ao longo eixo. Estas fatias foram então desgastadas na região da interface adesiva com broca diamantada dando a forma de uma ampulheta, reduzindo a área da interface adesiva. As fatias foram então coladas à um aparelho de testes para serem submetidas à força de tração. Os resultados mostraram que a resistência à tração foi inversamente relacionada à área da superfície aderida. O pequeno tamanho da superfície aderida, permitiu mínimo desvio padrão e produziu falha adesiva na maior parte das amostras, possibilitando medir altos valores de resistência adesiva, sem falha coesiva. Segundo os autores, o principal achado deste trabalho, foi que a resistência à tração depende da área da superfície aderida.

Tylka e Stewart (1994) testaram a resistência de união resina-cerâmica com o ácido fluor fosfatado em gel, segundo eles, menos danoso à saúde que o ácido HF. Concluíram que o ácido HF não é mais efetivo que o ácido testado.

Thurmond; Barkmeier; Wilwerding (1994) estudaram *in vitro*, a resistência de união da resina composta fixada à cerâmica com uma combinação de diferentes tratamentos da superfície, para determinar a melhor seqüência para o reparo com o sistema All-bond 2. Após os testes de cisalhamento, os autores concluíram que tratamento mecânico com jateamento seguido por ataque ácido da porcelana com HF, produz uma adesão mais durável sendo mais importante que a adesão química promovida pelo silano. Consideraram ainda, que jateamento ou condicionamento ácido produz união mais durável que tratamento químico com silano. A termociclagem diminuiu a força de união. Segundo os autores a falha na interface altera-se de

coesiva na porcelana para adesiva entre a porcelana e o compósito quando a força de união é igual ou menor que 13MPa.

Barghi e Berry (1994) avaliaram o efeito do tempo entre silanização e a fixação de restaurações cerâmicas submetidas a tratamento térmico, sobre a resistência da união. As amostras foram submetidas a teste de cisalhamento. Os resultados indicam que 1h ou 4 semanas de tempo entre silanização e fixação, não altera a força de união resina composta-porcelana. Concluíram que o tratamento térmico de porcelana silanizada pode não alterar a resistência de união.

Swift; Perdigão; Heymann (1995) revisaram a história do desenvolvimento da adesão ao esmalte e à dentina, fato que segundo os autores revolucionou a prática da dentística restauradora. A forte adesão à dentina com o desenvolvimento dos adesivos de quarta geração que removem a lama dentinária e desmineralizam parcialmente a dentina peritubular e intertubular permitindo força de união da ordem de 20-30 Mpa, capaz de resistir a força de contração do material, é de acordo com os autores um marco desta história.

A união resina-porcelana é importante na odontologia, não apenas para procedimentos de reparo de fraturas, mas também para a adesão de restaurações ao dente. Com esta propósito, Aida; Hayakawa; Mizukawa (1995) avaliaram a adesão de resina composta à amostras cerâmicas submetidas a cinco diferentes tratamentos de superfície (polimento com lixas, polimento + ácido fosfórico, polimento + ácido fosfórico + limpeza em ultrassom, polimento + HF e polimento + HF + ultrassom). Cada tratamento de superfície constituiu um grupo que foi então dividido em 3 subgrupos. Em cada subgrupo foi aplicado um diferente agente silano (dois comerciais de dois frascos misturados no momento da aplicação e um experimental de frasco único). O silano experimental foi uma solução de 2%  $\gamma$ -methacryloxypropyl-trimethoxysilano dissolvido em de etanol ( $\gamma$ -MPTS/EtOH). Os silanos foram aplicados por 60s e secos com jatos de ar por 10s. Após o tratamento da superfície cerâmica, a resina composta foi aplicada sem adesivo resinoso e as amostras armazenadas em água destilada a 37°C por 1 dia antes dos testes de cisalhamento. Os resultados mostraram que quando o  $\gamma$ -MPTS/EtOH foi aplicado sobre a porcelana polida não se obteve adesão. Quando o mesmo silano foi aplicado juntamente com ácido HF, a força de união foi maior que com o ácido fosfórico. Quando o silano foi qualquer das duas marcas comerciais, o tratamento mecânico da superfície não teve influência sobre a adesão. Segundo os autores, isto ocorreu pelo fato de que o silano experimental não tinha um ácido para catalisar a hidrólise necessária para que o

grupo methoxysilane (Si-OCH<sub>3</sub>) do  $\gamma$ -MPTS reaja com o grupo OH da superfície cerâmica formando ligação siloxane. Já os silanos comerciais, têm um ácido que catalisa a hidrólise aumentando o número de ligações siloxane e facilitando a adesão à resina e à porcelana. Portanto para os grupos que utilizaram silanos comerciais o principal responsável pela força de adesão foi segundo os autores, não a retenção mecânica promovida pelo ácido, mas a formação de ligações siloxane. Os autores concluíram que o condicionamento ácido da porcelana pode ser eliminado, se agentes silanos que contém ácido para catalisar a hidrólise do grupo methoxysilano, for utilizado tanto em procedimentos de reparo quanto em fixação de restaurações.

Roulet; Söderholm; Longmate (1995) testaram a hipótese de que variáveis tais como os diferentes tratamentos da superfície cerâmica e a combinação destas variáveis, afetam diferentemente a resistência da união resina-porcelana. Investigaram a influência da composição do material, método de criar retenções mecânicas na superfície, tratamento com silano e a condição de armazenamento, sobre a resistência de união. Utilizaram no estudo, três cerâmicas, três tratamentos mecânicos (desgaste com brocas, jateamento e ataque ácido) três silanos, dois tratamentos térmicos e duas condições de armazenamento. Os testes foram de cisalhamento. Eles acreditam que os procedimentos de fixação/adesão são os responsáveis pelo melhor resultado clínico das restaurações cerâmicas nos anos recentes, pois quando adequados permitem que o estresse seja melhor distribuído e neste caso, mesmo que haja propagação de cracks no interior da cerâmica, esta pode continuar firmemente aderida ao dente via compósito resinoso. Os resultados mostraram que a retenção mecânica é o principal fator a influenciar a resistência da adesão resina-porcelana, sendo o ataque ácido o método mais eficiente, enquanto o sistema cerâmico tem menor efeito. A adesão cerâmica ácido condicionada-resina, permaneceu constante após armazenamento em água. Amostras jateadas apresentaram diminuição da força de adesão em 50% após armazenamento em água. Quanto aos silanos os autores afirmam que o tratamento térmico (100° por 60s) aumenta a resistência devido à eliminação da água e outros contaminantes como álcool ou ácido acético e aumenta o número de sítios disponíveis na superfície cerâmica para a reação com o silano.

Uma vez que os testes de resistência adesiva resina-porcelana têm freqüentemente resultado em fratura coesiva da resina ou da cerâmica mais que separação da interface, Della Bona e Van Noort (1995) realizaram este estudo, para questionar a validade dos testes de cisalhamento (o mais utilizado), para medir a resistência de união. Os teste de cisalhamento foram realizados com três diferentes configurações e idêntica interface adesiva em termos de

geometria e área de superfície. As superfícies cerâmicas foram tratadas com HF 9,6% 2min, silanizadas, aplicado adesivo e finalmente, a resina composta foi aplicada em dois incrementos e fotopolimerizada por 20s. Já o teste de tração consistiu de duas barras cerâmicas de secção uniforme, unidas com resina composta (as superfícies cerâmicas foram tratadas de forma idêntica à dos espécimes submetidos ao cisalhamento) e tracionadas numa máquina de testes universal. Os resultados mostraram que os testes de cisalhamento são muito sensíveis ao método de aplicação do adesivo e à configuração do teste, fatores que podem levar à uma interpretação errada dos dados. Tal fato, segundo os autores, tem dado razão ao ditado: *“imagine um valor de resistência de adesão e uma configuração do teste pode ser idealizada para produzir tal resultado”*. Os testes de cisalhamento deste estudo foram governados pela resistência do material da base mais que da interface adesiva, o que foi comprovado pelo número de fraturas coesivas. Nos testes de tração, todas as fraturas ocorreram na interface adesiva independente do procedimento de adesão. Os autores concluíram que testes de cisalhamento são inadequados para medir a qualidade da interface adesiva cerâmica-compósito e deve ser substituído por outro mais adequado como o teste de tração.

Kato et al. (1996) estudaram a resistência e a durabilidade da união proporcionada por novos sistemas de adesão à uma cerâmica feldspática. Discos cerâmicos foram fixados com seis combinações de cinco silanos e seis agentes de fixação. Uma combinação de silano e agente fixador do mesmo fabricante foi selecionada. As superfícies cerâmicas foram tratadas com jateamento, porque este é um procedimento incluído no laboratório para eliminar o revestimento. A durabilidade foi avaliada por termociclagem e os testes de cisalhamento foram realizados antes e após a termociclagem. A análise dos resultados indica que a adesão foi influenciada pelo sistema adesivo, termociclagem e sua combinação. Cinco dos seis sistemas testados, diminuíram significativamente a força de adesão após termociclagem, mas ainda assim 3 sistemas apresentaram força de adesão acima de 26MPa. Foram sistemas em que o silano não era pré-hidrolisado e sim sistemas de dois ou três componentes para hidrólise imediata. Concluíram que a durabilidade da adesão foi influenciada pela combinação silano/agente de fixação e portanto a utilização de uma combinação apropriada destes materiais é necessária para encontrar adesão durável.

Uctasli (1996) testou a resistência à fratura de uma porcelana injetada sob pressão (IPS Empress – Ivoclar), reparada de forma indireta. Os espécimes foram produzidos por técnica de cera perdida em um forno IPS Empress EP 500, e fraturados sob tração. Após a fratura, os

espécimes foram jateados (1 bar de pressão), condicionados com ácido HF 4,9% durante 1min, lavados e um silano (Monobond-S) foi aplicado para molhar as superfícies cerâmicas, facilitando a adesão do material viscoso. Os espécimes foram então unidos um ao outro com as seguintes resinas: G1= Heliobond, G2= Heliobond + Heliolink Dual Cure cement, Heliobond + Variolink Dual Cure cement. O grupo controle foi um espécime cerâmico não fraturado. Todas as amostras foram então armazenadas em água por 24h e submetidas ao mesmo teste de fratura já citado. Os resultados mostraram que o grupo controle obteve o maior valor e o grupo reparado com Heliobond o menor. Os reparos realizados com os dois diferentes cimentos resinosos não apresentaram diferenças significativas. Os autores concluíram que a resistência do reparo não depende do tipo de cimento resinoso com carga utilizado e que a técnica de reparo indireta (porcelana-resina-porcelana) não é uma solução à longo prazo.

Pameijer; Louw; Fischer (1996) realizaram estudo com o objetivo primário de avaliar a resistência ao cisalhamento, dos mais utilizados sistemas de reparo resina composta-porcelana. Pretendiam ainda com o estudo, determinar o melhor tratamento da superfície cerâmica e escolher os melhores materiais para preparar e restaurar superfícies cerâmicas fraturadas. Além disto avaliaram os benefícios da utilização do silano, o efeito da termociclagem sobre a resistência da adesão e o efeito da combinação de vários materiais de diferentes fabricantes e seu efeito sobre a união. Quanto ao preparo de superfície (rugosidade com broca, jateamento, ácido HF), os resultados mostraram que os mais altos valores foram obtidos com a associação de jateamento com HF (14,39MPa +/- 2,6), mas como não houve diferença significativa em relação ao uso individual do ácido HF, indicam clinicamente a utilização isolada deste último (13,65MPa  $\pm$ 2.5), por ser mais prática. Tal procedimento foi então utilizado em todos os testes subsequentes. Os autores concluíram que ao reparar porcelanas com resina composta, o glaze deve ser removido e a utilização de silano deve ser considerada parte importante do processo, especialmente quando o sistema Ultradent é empregado. A termociclagem afetou negativamente a adesão sendo que o sistema Ultradent foi o menos afetado. Os autores enfatizam que o efeito negativo da termociclagem está de acordo com vários outros estudos, mas existem trabalhos que demonstram o contrário. Segundo os autores, ao se reparar porcelana o glaze deve ser removido.

A técnica de reparo de porcelana com resina composta inclui normalmente, o preparo mecânico da superfície cerâmica e tratamento com silano nos procedimentos de adesão.

Kupiec et al. (1996) realizaram estudo laboratorial para avaliar vários tratamentos da superfície cerâmica (jateamento, HF, jateamento+HF), com o sistema adesivo ProBond com e sem silano. Os testes de cisalhamento foram realizados após armazenamento em água 37° por 24h, e após 3 meses de armazenamento e termociclagem. Os resultados revelaram que a resistência compósito-porcelana ao cisalhamento, foi maior quando HF foi utilizado quando comparado com amostras sem condicionamento ácido. Maior também, com armazenamento por 24h que por 3 meses. Os maiores valores foram obtidos quando o silano foi empregado. O estudo sugere ainda que o silano é crucial para criar uma adesão porcelana-compósito a longo prazo, pois as amostras com silano apresentaram maior adesão após 3 meses (fratura coesiva) de armazenamento e termociclagem que as amostras sem silano. Os autores concluíram que a combinação de jateamento/HF/silano, gera a mais forte adesão porcelana-resina composta. Somente abrasão não foi um procedimento efetivo.

Rosenblum e Schulman (1997) apresentam e discutem cinco sistemas de restauração totalmente cerâmicas. Comparam ainda, resultados de estudos in vitro publicados na literatura.

Picard; Jardel; Tirlet (1997) descrevem as técnicas de adesão mais utilizadas para garantir união durável de restaurações cerâmicas. Segundo os autores a adesão da restaurações cerâmicas ao dente envolve três diferentes materiais: tecido dental, agente de fixação e cerâmica. Estão ainda envolvidas duas interfaces; dente agente de fixação cerâmica agente de fixação, as quais devem resistir aos estresses à que serão submetidos na cavidade oral. Falha pode resultar um ou ambos os tipos de fratura: fratura adesiva ou coesiva. Além disto o agente de fixação não é um único componente, mas uma sucessão de promotores de adesão e agentes de cobertura específicos para se unir aos substratos. Segundo ainda estes autores uma superfície com baixa energia de superfície favorece a adesão (ângulo de contato do adesivo próximo ou igual a 0°). Os silanos por sua alta capacidade de “molhar” a superfície, e pela ligação química, aumenta significativamente a retenção resina-cerâmica.

Groten e Probster (1997) investigaram em laboratório a resistência à fratura, de coroas de porcelana feldspática cimentadas com três tipos de cimento (fosfato de zinco, ionômero de vidro e resinoso), com tratamento de superfície (ácido hidrofúorídrico e silano) e sem tratamento de superfície. Análise estatística revelou aumento significativo da resistência à fratura de coroas cimentadas com resina, o qual dobrou nas amostras em que foi feito

tratamento de superfície. O condicionamento de superfície não aumentou a resistência de coroas cimentadas com cimentos fosfato de zinco ou ionômero de vidro.

Matsumura; Kato; Atsuta (1997) avaliaram a durabilidade e a força de união cerâmica-cimento resinoso, em associação com o modo de ativação do silano. Silanos segundo os autores podem ser classificados em três grupos: não hidrolisado (frasco único), pré-hidrolisado (frasco único), não hidrolisado (frasco duplo ou triplo com o agente de ligação e o ativador separados.) Os produtos utilizados neste estudo (silanos/adesivos/cimentos) foram todos de um mesmo fabricante, pois segundo os autores, trabalhos anteriores ressaltam a importância disto para o sucesso clínico. Os resultados demonstraram que a adesão cerâmica-resina é afetada pelo silano, pelo agente de fixação e termociclagem. As amostras não silanizadas, apresentaram pobre adesão e foram mais afetadas pela termociclagem. O silano demonstrou ser mais efetivo quando na sua forma pré-hidrolisada do que quando a hidrólise ocorre no momento da aplicação do adesivo. O modo de ativação dos diferentes silanos, portanto, influencia a força de união.

Armstrong; Boyer; Keller (1998) investigaram a resistência de união à dentina, de dois adesivos dentais comerciais através de testes de microtração. Examinaram o tipo de falha que ocorreu na superfície fraturada com a utilização de microscópio eletrônico de varredura.

McLaren (1998) apresenta em um artigo de revisão da literatura, as vantagens das novas cerâmicas desenvolvidas para utilização sem metal, sobre as porcelanas feldspáticas convencionais. Discute ainda as indicações clínicas, as contraindicações e dá especial atenção à escolha do cimento para a fixação destas restaurações.

Chen; Matsumura; Atsuta (1998a) realizaram este estudo com o propósito de avaliar o efeito de diferentes tempos de ataque ácido (HF 5%) sobre as alterações micro-estruturais de uma porcelana usável e a resistência de união entre esta porcelana e uma resina composta. As alterações morfológicas foram examinadas ao MEV, e a força de união entre dois blocos cerâmicos unidos por cimento resinoso, testada por cisalhamento. Os autores não usaram silano uma vez que estavam interessados unicamente no efeito do ácido sobre a superfície cerâmica. Os resultados mostraram que a força de união foi afetada pelo período de aplicação do ácido, sendo maior com o aumento do tempo de ataque ácido, a não ser para o tempo de 180s onde ocorreu leve diminuição. O estudo morfológico também mostrou aumento da rugosidade com a extensão do ataque ácido. Os autores concluíram que os valores de

resistência de união corresponderam as alterações micro-estruturais causadas pelo ácido e que períodos acima de 30s de ataque ácido geraram força de união maior que 30MPa.

Burke; Qualtrough; Wilson (1998) realizaram estudo retrospectivo para avaliar a performance clínica de restaurações cerâmicas adesivas do tipo coroas totais, num período de 5 anos. Definem restauração adesiva como “*restauração totalmente cerâmica unida ao substrato dental por um cimento de resina composta, mediado pela utilização de sistemas adesivos e retenções micro-mecânicas na superfície cerâmica*”. Foram analisadas no estudo, 60 restaurações e apenas 3 apresentaram desenvolvimento de cracks, mas continuaram unidas ao substrato. Nenhuma cárie secundária foi detectada. Os autores concluíram que coroas totais cerâmicas fixadas adesivamente, apresentam baixo índice de falhas e alto índice de satisfação dos clientes.

Schreiner et al. (1998) realizaram estudo com o objetivo de comparar a resistência de união de cinco adesivos dentais aos testes de microtração e cisalhamento. Trinta terceiros molares não erupcionados (seis dentes por adesivo) foram preparados para os testes de microtração e trinta e cinco para os testes de cisalhamento. Os dentes frescos foram armazenados em solução de cloreto de sódio 0,9% (solução salina normal), e 0,2% sódio azide à 4°C por no máximo um mês. Os dentes foram montados em uma serra para osso Isomet e seccionados à baixa velocidade, perpendicular ao seu longo eixo para remover a coroa, 2mm acima da linha cervical. Resina composta foi então aderida aos dentes com os cinco adesivos. Os dentes foram novamente posicionados na serra Isomet e seccionados em fatias de aproximadamente 1mm no sentido longitudinal. As fatias foram então desgastadas com broca na região da interface adesiva, dando à elas uma forma de ampola. Após novo armazenamento em solução salina por 24h, os espécimes foram presos nos braços opostos do aparelho de testes Bencor Multi-T com adesivo cianocrilato e o conjunto encaixado em uma máquina universal de teste Instron, para a realização dos testes de microtração. A partir dos resultados obtidos, os autores concluíram que os testes de cisalhamento produziram significativamente maior número de falhas coesivas na dentina e na resina que o método de microtração e que, portanto, este último teste produz uma avaliação mais correta da resistência da união adesiva.

Phrukkanon; Burrow; Tyas (1998) avaliaram a influência da forma (cilíndrica ou retangular) e a extensão da área da superfície de união, sobre a resistência à microtração. Os resultados mostraram que não houve diferença entre espécimes de secção cilíndrica ou

retangular, enquanto a extensão da área de união ( $3.1\text{mm}^2$  ou  $1,1\text{mm}^2$ ) produziu diferenças significativas nos valores de adesão. Concluíram que testes de adesão que utilizam pequenas áreas de superfície produzem valores de resistência de união maiores que aqueles que usam grandes áreas de união e que isto se deve aos poucos defeitos que existem em espécimes de menor área.

Neste mesmo ano, Chadwick; Mason; Sharp (1998) avaliaram três sistemas de reparo de porcelana (Scotchbond Multipurpose Pus, One-Step, DenTASTIC), visando selecionar o melhor material. Os testes de cisalhamento foram realizados após 1 semana de armazenamento à  $37^\circ\text{C}$ . Apesar de a resistência de união diferir de forma significativa entre os grupos, observaram que a falha observada em todos os grupos foi quase que exclusivamente coesiva na porcelana, sugerindo que o resultado do teste foi mais um reflexo da qualidade do substrato cerâmico que da união investigada. Os autores concluíram que testes de cisalhamento empregados neste e em outros estudos não refletem verdadeiramente a resistência ao cisalhamento da interface porcelana-compósito e sugeriram que um teste mais apropriado deve ser desenvolvido.

Kamada; Yoshida; Atsuta (1998) avaliaram o efeito de vários tratamentos de superfície sobre a resistência de união ao cisalhamento de quatro agentes de fixação resinosos, à cerâmica Cerec 2. Devido ao potencial irritante para a pele e pulmão, o ácido HF não foi utilizado no estudo, sendo substituído pelo ácido fosfórico. Tratamento mecânico (brocas ou jateamento) não foi utilizado por segundo os autores, prejudicar a adaptação O tratamento de superfície que as amostras foram submetidas foi: abrasão com lixa 600, ácido, silano, ácido + silano. Metade das amostras foi submetida ainda à termociclagem para avaliar a durabilidade da adesão. Os resultados revelaram diferenças significativas entre os grupos. A aplicação do silano aumentou a força de união, independentemente do agente resinoso testado. Nestes grupos em que o silano foi aplicado (silano/ácido+silano) não houve diferença significativa na força de união, relacionada com armazenamento e termociclagem, o que segundo os autores pode ser atribuído a eficácia do silano utilizado (Scotchprime 3M ou Clearfil Porcelain Bond) que mantém alta força de união sob estresse térmico. A utilização individual do ácido fosfórico teve pouca influência sobre a força de adesão, mas quando foi combinado com silano, a porcentagem de falhas coesivas foi muito maior do que quando apenas silano foi utilizado, demonstrando claramente que a aplicação combinada dos dois agentes é o melhor tratamento para adesão resina composta-cerâmica. Os autores concluíram que o silano é essencial para se obter forte união resina-cerâmica Cerec 2 (feldspática).

Chang et al. (1998) realizaram estudo para comparar a união esmalte-cerâmica, sob força de tração, proporcionada por quatro diferentes cimentos resinoso de cura dual, utilizados atualmente para fixar restaurações cerâmicas. O preparo da superfície cerâmica para a fixação foi feito de acordo com as especificações do fabricante do cimento e devido a isto em um dos grupos (Clearfil CR Inlay) foi utilizado ácido fosfórico no lugar do HF. Ambos os ácidos produziram união moderadamente alta (14,90 e 18,35 MPa), mas a maioria das fraturas independente do ácido ou agente de fixação foi na interface cimento-resina, indicando pobre união. O autor concluiu com esta observação e comparando com outros estudos que cerâmicas vítreas são mais difíceis de serem atacadas por ácido que porcelanas feldspáticas. Os autores concluíram a força de adesão foi de moderada para alta com qualquer dos cimentos testados e que não houve diferença estatística entre eles.

Em estudo para avaliar o efeito de diferentes métodos de tratamento de superfície sobre a resistência de união resina composta-porcelana, Shahverdi et al. (1998) examinaram falhas na interface resina-porcelana sob forças de cisalhamento. Para criar rugosidade na superfície, as cerâmicas foram tratadas com brocas diamantadas ou ácido HF e/ou jateamento com Microetcher. Dois promotores de união silanos foram também utilizados, cada um em um grupo e as amostras foram posteriormente restauradas com resina composta híbrida. Cada grupo foi dividido em dois e armazenados por 24h ou 30 dias em temperatura ambiente. As amostras armazenadas por 30 dias foram submetidas a termociclagem antes de submetidas aos testes. Os valores mais altos de força de união foram encontrados nas amostras tratadas com Microetcher, ácido hidrofúorídrico e silano, seguido por Microetcher/silano e ácido hidrofúorídrico/ silano. Todos os grupos foram afetados negativamente pela termociclagem, mas a deterioração é menor nos grupos onde preparo mecânico adequado foi combinado com silano. Os autores concluíram que o tratamento com silano é importante para se obter durável adesão, mas a combinação de retenção química e mecânica permite a maior resistência de união.

Em outro estudo, Chen; Matsumura; Atsuta (1998b) avaliaram o efeito do ácido e do silano sobre a resistência da adesão de uma porcelana feldspática a uma resina composta. Utilizaram no estudo, ácido hidrofúorídrico em duas concentrações (2,5% e 5%) e 7 tempos diferentes de ataque ácido (0, 30, 60, 90, 120, 150 e 180s). Em cada grupo composto por 16 espécimes, ácido + silano foi aplicado em metade e na outra metade apenas ácido, com exceção do grupo controle onde o ácido não foi aplicado. Os resultados demonstraram que a resistência de união não aumentou quando o tempo de condicionamento ácido foi estendido

de 30s para 120s nos grupos sem silano, o que sugere segundo os autores que 30s de ataque ácido pode ser clinicamente suficiente. Os resultados demonstraram ainda que na média, maior adesão foi obtida pelo ácido de menor concentração e que não houve diferença significativa na força de adesão quando apenas ácido ou apenas silano foi utilizado. Na média o silano demonstrou maior força de adesão do que quando apenas ácido com concentração de 5% foi utilizado. Os autores concluíram que o uso combinado de ácido mais silano, é o melhor tratamento de superfície.

Della Bona e Van Noort (1998) examinaram a interação dos ácidos HF e APF, com uma cerâmica reforçada por leucita com o propósito de avaliar o efeito destes ácidos sobre a superfície cerâmica submetida a diferentes tratamentos e a dois tempos de condicionamento ácido. O resultado do ataque ácido HF 10s, sugere que o HF reage mais rapidamente com a fase cristalina do que com a matriz vítrea. A aplicação do ácido HF 9,6% 2min, produz uma topografia altamente micro-retentiva, pela remoção de leucita e dissolução da matriz vítrea removendo qualquer tratamento prévio da superfície (rugosidade ou jateamento). Entretanto, nas superfícies preparadas com broca diamantada, um grande número de fissuras pode ser vista após o ataque ácido. O estudo sugere que uma superfície previamente rompida mecanicamente é mais facilmente atacada pelo ácido necessitando portanto tempo de contato menor. O ataque com ácido APF por 2min é menos agressivo, tendo pequeno efeito sobre a matriz vítrea preservando a morfologia do tratamento de superfície prévio ao ataque ácido sendo possível distinguir superfícies polidas, jateadas ou desgastadas por broca. Segundo os autores, o ácido APF reage preferencialmente com cristais de leucita expostos e tem pouco efeito sobre a matriz vítrea. Os autores concluíram que APF e HF reagem de forma muito diferente com a superfície cerâmica. O significado clínico do estudo é que quando utilizamos HF, tratamento da superfície com brocas ou jateamento não tem importância para a criação de uma superfície retentiva embora facilitem a penetração do ácido. Quando utilizamos ácido APF é importante que se faça tratamento prévio com brocas ou jateamento.

Cardoso; Braga; Carrilho (1998) avaliaram os testes de cisalhamento, tração e microtração, através da determinação da resistência de união de três sistemas adesivos. Todos os três testes ranquearam os adesivos na mesma ordem, mas os maiores valores de adesão e menor coeficiente de variação foram encontrados com o teste de microtração. Os autores concluíram que o teste de microtração é uma alternativa para os testes de resistência de união.

Höland (1998) relata o desenvolvimento de uma cerâmica vítrea, IPS Empress 2. Uma cerâmica vítrea é um material composto por uma fase vítrea e ao menos uma fase cristalina. O sistema IPS Empress 2 é dividido em dois grupos de diferentes materiais, com aplicações diferentes. Um deles é uma cerâmica prensada, de alta resistência flexural com fase cristalina composta por cristais de dissilicato de lítio ( $\text{SiO}_2\text{-Li}_2\text{O}$ ). O outro é uma cerâmica sinterizada com fase cristalina composta por cristais de fluorapatita. A micro-estrutura dos lingotes da cerâmica prensada, mostra uma fase principal de cristais de dissilicato de lítio (a micro-estrutura apresenta também cristais de ortofosfato de lítio) com forma alongada, medindo  $0,4\text{-}5\mu\text{m}$ , que foram desenvolvidos sob os princípios de cristalização controlada. A prensagem desta cerâmica é feita em forno especial à temperatura de  $920^\circ\text{C}$ . A temperatura e o tempo de prensagem são importantes para as propriedades do produto final. Após prensagem, a micro-estrutura da cerâmica apresenta 60% de seu volume em cristais alongados de dissilicato de lítio medindo entre  $0,5\text{-}5\mu\text{m}$ . O lingote não prensado apresenta uma fase secundária de cristais de ortofosfato de lítio, que é facilmente removida pelo ataque ácido com ácido HF. Esta cerâmica apresenta resistência flexural alta ( $350 \pm 50\text{ MPa}$ ). É baixo módulo de elasticidade (95 GPa) quando comparado com outras cerâmicas sinterizadas. Segundo o autor qualquer desgaste na cerâmica de recobrimento deve ser feito com cuidado devido a possibilidade de micro-cracks os quais podem vir a gerar fratura da cerâmica de recobrimento via propagação da falha. Segundo o autor, ótima adesão pode ser obtida se a porcelana for tratada com ácido HF em gel (IPS Ceramic Etching Gel) por apenas 20s, silanizada (Monobond S), e condicionada com um adesivo resinoso (Heliobond) em conjunto com o cimento resinoso Variolink II. O material apresenta ainda um baixo coeficiente de expansão térmica linear e excelente resistência química após tratamento hidrotérmico.

Heintze (1998) em artigo sobre a confecção de próteses fixas em cerâmica IPS Empress 2, relaciona as indicações desta cerâmica (próteses fixas de três elementos anteriores e posteriores tendo o primeiro pré-molar como pântico e coroas isoladas) e cita uma variedade de fatores que podem provocar a fratura de restaurações cerâmicas: micro-cracks, cargas excêntricas, corrosão química, espessura da cerâmica e método de cimentação (convencional ou adesiva). Segundo o autor o método adesivo promove um efeito de esplintagem que reforça a estrutura dental remanescente. Para uma ótima adesão ele recomenda ataque ácido com HF por 30s, aplicação de silano por 60s com posterior secagem com jato de ar e aplicação de adesivo resinoso seguido por cimento resinoso. Em virtude do lançamento recente, poucos trabalhos existem sobre o índice de sucesso desta porcelana. Segundo o autor,

o resultado destes trabalhos indica uma baixa ocorrência de fraturas. Foram constatadas fraturas da cerâmica de recobrimento em coroas totais, particularmente em pacientes com bruxismo.

Diaz-Arnold; Vargas; Haselton (1999) revisam cinco tipos de cimentos para a fixação de próteses apresentando as vantagens, desvantagens e indicações de cada cimento. Segundo estes autores, cimentos resinosos são basicamente resinas compostas modificadas, já que apresentam igual matriz orgânica (BIS-GMA) e diluentes, diferindo no tipo e tamanho da carga inorgânica.

Leibrock et al. (1999) avaliaram a resistência de união à forças de cisalhamento, de diversos sistemas de reparo para porcelana atualmente em uso. Estudaram ainda o efeito da termociclagem e cargas mecânicas (TCCM) sobre a união, pois segundo os autores, os valores de adesão inicial não respondem a questão de como a união irá se comportar a longo prazo, sob forças funcionais. O grupo controle consistiu de um sistema de união metal-resina composta. Diferentes preparos da superfície cerâmica antes da união foram realizados de acordo com as instruções de cada fabricante. Todos os sistemas indicaram a utilização de silano. Os resultados deste estudo mostraram que a combinação de tratamento com brocas diamantadas e ataque ácido é o mais efetivo método de pré-tratamento, assim como os sistemas de reparo Z 100 Kit, Monobond S/Tetric e porcelain Etch foram os mais efetivos após termociclagem e mastigação artificial. Não houve diferença significativa após TCCM entre os sistemas que usam ácido fosfórico em relação aqueles que usam ácido HF. A análise das superfícies fraturadas mostrou alta porcentagem de fratura coesiva da cerâmica, particularmente nos sistemas que apresentaram alta resistência de união, o que poderia significar que a adesão destes sistemas de reparo excede a resistência à tração interna da porcelana. Segundo os autores este pode ser um fator limitante do sistema de união. A ocorrência de fratura coesiva em sistemas de reparo com baixa resistência ao cisalhamento, por outro lado, pode indicar um enfraquecimento da superfície cerâmica devido aos procedimentos de condicionamento. Os autores concluíram que os resultados do estudo “in vitro” indicam que a utilização de brocas de diamante fino e subsequente ataque ácido, provém adequada retenção micro-mecânica, sendo que o ácido pode ser o fosfórico menos agressivo que o HF.

Jardel et al. (1999a) realizaram estudo com o propósito de avaliar o efeito do ataque ácido com HF 10% e um agente de ligação silano de dois componentes (não pré-hidrolisado)

sobre a resistência de adesão resina-cerâmica. Os testes mecânicos foram de tração, e posteriormente as superfícies cerâmicas foram analisadas no MIV para avaliar a ação do ácido na superfície cerâmica. Segundo os autores, cerâmicas dentais contém baixa densidade de carga cristalina e uma grande fase vítrea que pode ser atacada pelo ácido fluorídrico. O agente de ligação silano ( $\gamma$ -methacryloxypropyltrimethoxysilane), é usado para modificar a superfície vítrea. O silano é uma grande molécula bifuncional, na qual uma ponta consiste de um grupo silanol capaz de aderir à cerâmica e a outra é um grupo metacrilato capaz de se unir à resina. Uma vez coberta pelo silano e subseqüentemente seca, esta superfície tem afinidade por polímeros formando uma forte adesão com a sílica da porcelana. O vidro tratado pelo silano pode então formar adesão à resina através do grupo metacrilato do silano com o grupo metacrilato da resina. Os resultados mostraram que cerâmicas com maior fase vítrea foram mais sensíveis ao ataque ácido, no entanto, o condicionamento ácido por 5min não criou cavidades grandes o suficiente para permitir a penetração da resina sem carga. Nas duas porcelanas testadas, o silano individualmente foi mais importante que o ácido para a força de adesão. Concluíram que o condicionamento ácido por si só é insuficiente, sendo a silanização um tratamento mais simples e tão ou mais efetivo. O tratamento de escolha depende do tipo de cerâmica usado, mas uma combinação de ácido HF e silano é de forma geral o mais efetivo tratamento de superfície para cerâmicas.

Malament e Socransky (1999) realizaram estudo clínico onde verificaram o índice de sobrevivência de restaurações totalmente cerâmicas (Dicor) num período de 14 anos. Concluíram que as restaurações cimentadas adesivamente tiveram índice de sobrevivência em boca significativamente maior que as restaurações cimentadas de forma convencional.

Jardel et al. (1999b) realizaram estudo para avaliar o efeito da modificação da superfície com ácido HF 10% sobre a energia de superfície de duas porcelanas feldspáticas. Adesão, segundo os autores, é provida por uma combinação de fatores químicos, mecânicos e físicos. O componente físico é dependente do estado da superfície do substrato, o qual pode ser caracterizado como energia de superfície. Quando a energia de superfície é baixa, o adesivo pode mais facilmente penetrar nas irregularidades do aderente maximizando a adesão. Alterações naturais ou artificiais (ataque ácido, sinalização etc.), podem aumentar ou diminuir a energia de superfície, permitindo avaliar o potencial adesivo pela medição do ângulo de contato do líquido com a superfície, que idealmente deve ser plano (baixa energia de superfície). Os resultados mostraram que superfícies ácido-condicionadas produziram pequena diferença no ângulo de contato nas duas cerâmicas avaliadas, demonstrando que este

não é o melhor tratamento de superfície para se obter forte adesão com porcelanas que apresentam baixo conteúdo de cristais e grande fase vítrea. A cerâmica PVS mostrou discreto maior potencial adesivo, o qual não foi significativamente diferente da outra cerâmica testada (GC). Segundo os autores, outras cerâmicas podem apresentar diferentes alterações estruturais sob ataque ácido. Eles concluíram que a silanização com silanos não hidrolisados que promovem grande alteração na força de adesão como foi demonstrado em estudo anterior, é preferível ao ataque ácido, no entanto para restaurações do tipo inlays, onlays e facetas, o ideal é o uso combinado dos dois (ácido e silano).

Restaurações cerâmicas adesivas, uma vez instaladas, apresentam duas interfaces; resina-porcelana e resina-dente. Peumans et al. (1999) realizaram estudo laboratorial com o objetivo de analisar a ultra-estrutura destas duas interfaces. As superfícies cerâmicas foram tratadas sucessivamente por jateamento, ácido hidrofúorídrico, limpeza em ultrassom e sinalização. O efeito de cada um destes passos na estrutura superficial das porcelanas foi avaliada por MEV. Os resultados mostraram que o jateamento da superfície cerâmica produz uma superfície com rugosidade relativamente alta, mas com capacidade retentiva reduzida. Após ataque com ácido hidrofúorídrico, a superfície cerâmica apresenta numerosas microporosidades adquirindo um aspecto semelhante ao de uma esponja, aumentando a área de superfície e permitindo o travamento micro-mecânico da resina composta. O banho em ultrassom, remove fragmentos soltos revelando irregularidades mais profundas que se conectam uma com as outras resultando em uma superfície mais retentiva para a resina que o esmalte atacado por ácido. Finalmente, a aplicação do silano não altera a morfologia da superfície cerâmica atacada por ácido. Os autores concluíram que a forte adesão porcelana-dente deve-se as profundas retenções micro-mecânicas verificadas com o MEV na superfície cerâmica.

Kao et al. (1999) descreveram os efeitos da ingestão de ácido hidrofúorídrico de baixa concentração (6% a 8%). O efeito mais comum foi um leve distúrbio gastrointestinal, mas alguns pacientes apresentaram problemas mais sérios. Concluíram que a ingestão de HF exige tratamento rápido e monitoramento próximo.

Pashley, et al. (1999) revisaram as várias modificações do teste de microtração, com o propósito de auxiliar os pesquisadores na seleção da configuração que melhor se encaixa em suas necessidades. Segundo os autores, a essência dos testes de microtração é a divisão de dentes com interface adesiva em dentina, em fatias entre 0,5mm e 1,0mm de espessura os

quais são então desgastados de tal forma que a força de tração irá se concentrar na interface aderida durante os testes. Apontam entre as muitas vantagens deste método, que cada dente produz múltiplos espécimes e que a limitação da área de união é determinada pelo desgaste realizado nos espécimes, sem necessidade de uma matriz para este propósito. Além disto, os testes de microtração podem ser realizados sobre dentes preparados exatamente da mesma forma que eles são restaurados clinicamente, porque sua superfície de união é determinada após a adesão por desgaste e não antes como nos testes tradicionais de tração e cisalhamento. Os espécimes podem ser seccionados um dia após a união, em fatias de aproximadamente 1mm de espessura e estas podem ser ainda divididas ao meio duplicando os corpos de prova que são posteriormente ainda desgastados com broca na região da interface para determinar a superfície de adesão. Após serem seccionados em fatias os dentes podem alternativamente ser ainda girados em 90° e seccionados novamente formando filetes de aproximadamente 1mm<sup>2</sup> que podem ser submetidos aos teste neste formato ou serem desgastados na região da interface adesiva para diminuir ainda mais a superfície de adesão obtendo-se um cilindro com forma de ampulheta. Estes testes podem segundo os autores, ser utilizados para medir diferenças de força de união em diversas regiões de um mesmo dente, bem como comparar dentina de diferentes tipos, sendo ainda a técnica ideal para avaliar a adesão a longo prazo de resina à tecidos duros. Os autores concluem que este teste, apesar de mais trabalhoso que os convencionais, oferece maior versatilidade e oferece um maior potencial para analisar a resistência de adesão dos materiais restauradores usados na odontologia.

Van Dijken (1999) descreve uma classificação para os diferentes sistemas “all-ceramic”, e revisa a durabilidade clínica. Fratura é a principal causa de falha especialmente em coroas, mas a frequência de cárie secundária é muito baixa nas restaurações cimentadas com resina composta. Segundo o autor o interesse por restaurações cerâmicas livres de metal foi revivido após o lançamento de novas e reforçadas cerâmicas e devido ao fato de que muitos destes materiais são ácido-compatíveis, permitindo o entrelaçamento micro-mecânico da resina composta com a superfície tornada rugosa. O silano contribui para adesão promovendo ligação covalente entre a cerâmica e a resina e também melhorando o molhamento da superfície cerâmica, facilitando a penetração da resina nas retenções. A melhor adesão segundo o autor, permite preparos que fogem do tradicional conceito de “forma de retenção e resistência.

Fradeani e Barducci (2000) publicaram este artigo para apresentar as características do recém lançado sistema cerâmico IPS Empress 2 e demonstrar sua indicação em diferentes

tipos de restaurações. Este sistema cerâmico é composto por uma cerâmica vítrea composta por cristais de dissilicato de lítio utilizada para a confecção de um núcleo cerâmico por processo de injeção sob pressão, o qual é posteriormente recoberto por uma cerâmica vítrea com cristais de fluorapatita em processo de sinterização. Este sistema cerâmico apresenta alta resistência flexural devido ao conteúdo cristalino de seu núcleo que atinge 60% do volume. Segundo os autores está indicado para coroas anteriores e posteriores, inlays e facetas além de próteses fixas de até 3 elementos para substituir dentes até o 1° pré molar.

Kato; Matsumura; Atsuta (2000) estudaram a resistência de união resina-porcelana. Utilizaram discos de porcelana feldspática que foram colados um ao outro com uma resina sem carga. As amostras foram jateadas (5s) ou submetidas a ataque ácido durante 60s com HF, ácido fosfórico (APH), ácido sulfúrico hidrofluorídrico (SHF), amônia hidro bifluorídrica (AHB) ou ainda ácido flúor fosfato acidulado (APF) por até 10min. Nenhum agente de adesão química (silano) foi usado, pois o objetivo era avaliar apenas o efeito da interação mecânica entre o agente fixador e a superfície cerâmica. Os resultados demonstraram que o tratamento com jateamento não foi retentivo. O uso de ácido fosfórico por 60s, não produziu retenções mecânicas na porcelana e portanto a utilização deste ácido deveria se limitar a procedimentos de limpeza da superfície cerâmica ou ativação do silano. O ácido APF mostrou padrão retentivo apenas após 10 minutos de ataque, o que é um período muito grande para utilização clínica. O ácido AHB pode ser utilizado como substituto do HF, mas seu efeito sobre a cerâmica é menor que o provocado pelo HF ou pelo SHF. Os autores concluíram que os ácidos HF e SHF, produziram retenção à cerâmica antes e após termociclagem que os torna os mais indicados para o condicionamento ácido deste material.

Baseados na premissa de que testes de cisalhamento freqüentemente produzem fratura em áreas adjacentes à interface adesiva, o que pode provocar erro na interpretação dos resultados, Farag; Antonson; Anusavice (2000) realizaram este estudo para testar a hipótese de que o teste short-bar chevron-notch permitiria a fratura na interface adesiva. Utilizaram no experimento 6 grupos em que resina composta (Tetric Ceram) foi unida à cerâmica IPS Empress 2. As superfícies cerâmicas foram polidas e submetidas aos seguintes tratamentos de superfície: SB=jateamento com óxido de alumínio 50µm e pressão de 0,4MPa por 10s à distância de 0,5mm, E= ácido HF 9,5% por 60s, S= silano Monobond-S, BA= adesivo Heliobond. G1= SB-E-S-BA/ G2= SB-S-BA/G 3= E-S-BA/G4= E-BA/G5= S-BA/G6= SB-E-BA. Os espécimes foram armazenados por 1 semana em água destilada e submetidos aos

testes. A maior média de carga de fratura foi associada ao G2 (SB-S-BA) e a menor ao G4 (E-BA). A média de carga de falha dos grupos 1, 2 e 3, foi significativamente maior que dos grupos 4 e 5. Os resultados sugeriram que o silano foi o fator dominante para a resistência da interface quando as amostras foram previamente jateadas ou atacadas por ácido. Concluíram que o teste short-bar chevron-notch produziu proporção significativa de fraturas na interface adesiva em especial nos espécimes com menor resistência de união.

Neste mesmo ano, igualmente em razão das deficiências dos testes de cisalhamento e de tração para avaliar a interface adesiva, Antonson et al. (2000) testaram a hipótese de que o teste short-bar chevron-notch produz fratura na região da interface de forma mais consistente que os testes convencionais de cisalhamento ou tração. As amostras de resina composta Tetric Ceram unidas à cerâmica IPS Empress 2, foram divididas em três grupos: GS= cisalhamento/ GT=tração / GC= short-bar chevron-notch. A superfície cerâmica recebeu o seguinte tratamento: polimento + HF 9.5% 60s + silano (Monobond S) + adesivo (Heliobond). O teste short-bar chevron-notch produziu fratura na interface de forma mais consistente que os teste de cisalhamento ou tração, sendo por isto considerado mais aceitável para avaliar resistência adesiva.

O'Brien; Boenke; Wagner (2000) estudaram as propriedades de dureza de fratura e resistência flexural da cerâmica IPS Empress 2. As amostras foram fabricadas seguindo as instruções do fabricante. Os valores de dureza de fratura para as cerâmicas de núcleo e de cobertura foram respectivamente 3,0 e 1,0MPa, e a resistência flexural de 317 e 99 MPa.

Barghi; Berry; Chung (2000) investigaram o efeito da pós-silanização e do tratamento térmico sobre a resistência da união resina composta-porcelana sob forças de cisalhamento. Os espécimes foram polidos até lixa 600 e nenhum tratamento mecânico adicional foi feito na superfície cerâmica. As amostras (6 grupos e 18 subgrupos) foram tratadas com silanos (dois de frasco único e um de frasco duplo) seguindo as instruções dos fabricantes e um grupo controle foi testado sem silano. Os silanos disponibilizados em dois frascos, demonstraram maior força de união inicial e também após tratamento térmico. Os silanos de frasco único, (Scotchbond Ceramic Primer e Silanit), não demonstraram significante aumento ou diminuição da força de união nos intervalos testados. O autor credita a maior força de união inicial dos sistemas de dois frascos ao componente ácido que atua como um acelerador produzindo um grande número de hidrólises e acelerando a reação. A maior resistência de união após tratamento térmico é atribuída a eliminação da água e outros contaminantes tais

como o álcool e o ácido acético da superfície cerâmica o que facilita a união covalente silano-sílica. Os autores concluem que a resistência da união resina composta-porcelana resultante da silanização da porcelana, aumenta após tratamento térmico e durante o período de pós silanização, assim com também varia quando diferentes silano são empregados.

Szep et al (2000) investigaram o efeito do ácido fluorídrico 9,5% sobre a dentina humana, já que estudos prévios com animais relatavam alterações teciduais (queimaduras) em animais. Concluíram que as técnicas de reparo de porcelana fraturada com ácido HF deve ser evitada clinicamente, em especial se exposição dentinária for observada.

Baseados na premissa de que baixa adesão do material cerâmico à estrutura dental é a maior causa de fratura das restaurações cerâmicas, Estafan et al. (2000) investigaram a influência dos procedimentos pré-adesão, sobre a resistência adesiva ao cisalhamento da união resina composta-cerâmica prensada. As amostras foram divididas em três grupos que foram submetidos ao ácido HF9% por 0,1min e 5min. Estes grupos foram divididos em subgrupos que foram tratados com silano, silano + adesivo ou apenas adesivo. O silano produziu maior força de união que o ácido. Altos valores de adesão também foram produzidos por 1min de condicionamento ácido. A maior força de adesão foi encontrada com o uso combinado de HF por 1min + silano.

Neste artigo, Barghi (2000) discute a importância da correta silanização da porcelana para obter uma durável e confiável adesão resina composta-cerâmica. A adesão da resina à cerâmica é encontrada mecanicamente através do ataque ácido e quimicamente através da utilização de um agente de ligação silano. Segundo o autor, a literatura suporta que a adesão promovida pela silanização da porcelana é mais confiável que o uso isolado de ácido HF, no entanto, a utilização de ambos é recomendado. Concluíram que adesão da resina composta à cerâmica corretamente condicionada por HF e silanizada, excede a resistência coesiva da porcelana.

Stewart e Jain (2000) testaram o efeito de vários tratamentos de superfície (polimento com lixas, jateamento, ácido HF, silano, HF+silano, jateamento+silano) sobre a resistência da união cimento resinoso-porcelana. Blocos de resina composta foram cimentados com quatro diferentes cimentos (Nexus, Panavia, Rely X, Enforce) à discos de cerâmica submetidos aos diversos tratamentos de superfície (cada cimento foi aplicado à discos cerâmicos submetidos aos seis diferentes tratamentos). Os resultados mostraram que polimento ou jateamento

promovem pobre adesão com qualquer dos cimentos testados. Não houve diferença significativa entre as amostras em que a superfície cerâmica foi tratada com silano ou HF (Nexus = 9,2-10,3/ Panavia=11,9-11,8/Rely X=20,6-19,0/Enforce=13,8-16,8). Os autores concluíram que tratamento da superfície cerâmica com HF+silano produz a mais resistente adesão independente do cimento utilizado enquanto microjateamento mostrou a menor resistência de união.

Della Bona; Anusavice; Shen (2000) realizaram estudo empregando teste de microtração para testar a hipótese que a resistência de adesão de uma cerâmica injetada a um compósito, é controlada pela microestrutura da cerâmica e pelo tratamento da superfície da mesma. Utilizaram no estudo cerâmicas vítreas IPS Empress e IPS Empress 2, com diferentes tratamentos de superfície. Blocos de resina Z100 com 2mm de espessura, foram aderidos às cerâmicas com adesivos e polimerizados por 40s. Os blocos de cerâmica/resina foram então cortados com um disco serrilhado de diamante à baixa velocidade em fatias de aproximadamente 0,85mm, rotacionadas 90° e cortadas novamente formando filetes. Foram selecionados 30 filetes de cada grupo de dentes os quais foram armazenados em água destilada à 37°C durante 30 dias antes dos testes. Para os testes cada espécime foi fixado nos braços opostos do aparelho Bencor Multi-T e tracionados à velocidade de 0,5mm/min em uma máquina de testes Instron. Após análise dos resultados os autores concluíram que a resistência à fratura sob tração na zona de adesão resina-cerâmica, foi controlada primariamente pela microestrutura e pelo tratamento da superfície da mesma.

Canay; Herzek; Hertan (2001) realizaram estudo com o objetivo de determinar o efeito do tratamento de superfície sobre a textura de uma porcelana feldspática. Utilizaram três tratamentos de superfície: ácido fluor fosfatado por 10min. e ácido HF por 1min. e 4min. Após isto metade das amostras foi lavada e metade limpa no ultrassom. O efeito destes tratamentos foi analisado com Microscopia eletrônica de varredura e Espectroscopia. Segundo os autores, as amostras tratadas com ácido HF mostraram uma superfície mais rugosa, entretanto o precipitado somente pode ser removido com ultrassom e não apenas lavando.

Barghi e Nguyen (2001) estudaram a eficácia de um silano de dois frascos quatro semanas após a ativação. Segundo estes autores o tratamento da porcelana com silano melhora o “molhamento” desta e contribui para a ligação covalente entre a resina e a

porcelana. Os resultados do estudo sugerem que estes silanos permanecem eficazes mesmo após quatro semanas da ativação (mistura).

Kato et al. (2001) realizaram estudo para determinar a resistência de união de adesivos resinosos fixados a uma porcelana feldspática, com o propósito de desenvolver o mais durável preparo da superfície cerâmica para procedimentos de adesão. Três preparos mecânicos foram realizados nas superfícies cerâmicas: desgaste com broca, jateamento e ataque com ácido HF. Para a união química, foi usado um agente de ligação silano de 2 frascos. O efeito da união química foi examinado usando dois agentes de fixação e quatro preparos de superfície. Os resultados mostraram que a resistência da adesão foi influenciada predominantemente pelo preparo da superfície e não pelo tipo de agente de fixação resinoso. A efetividade dos silanos foi testada também após a termociclagem, verificando-se que a resistência da adesão não foi reduzida nos grupos com silano, em especial no grupo que usou o silano de dois frascos. Concluíram que o silano é importante para a adesão de restaurações cerâmicas e que idealmente os tratamentos mecânico (HF) e químico (silano) devem ser realizados, já que houve significativa redução na adesão quando apenas tratamento mecânico ou químico foi efetuado.

Lopes et al. (2001) avaliaram a resistência de união ao esmalte, de quatro sistemas cerâmicos atualmente em uso (IPS Empress, IPS Empress 2, In-Ceram Alumina e In-Ceram Zircônia). As porcelanas foram tratadas de acordo com as especificações dos fabricantes e portanto ataque ácido com HF 10%, foi realizado apenas nas cerâmicas do sistema IPS Empress por 60s e 20s respectivamente. Para o sistema In-Ceram foi feito jateamento. Os testes foram de cisalhamento e os resultados mostraram que os sistemas que utilizam ataque ácido da superfície cerâmica apresentam resistência de união ao esmalte superior, sendo o IPS Empress 2 o que mostrou maior adesão (37,8 MPa).

## **3 PROPOSIÇÃO**

### **3.1 Objetivo geral**

Tendo em vista a possível influência do tratamento da superfície cerâmica sobre a resistência da união entre resina composta e cerâmica, o objetivo geral deste trabalho foi avaliar o efeito de diferentes tratamentos da superfície cerâmica sobre a resistência desta união.

### **3.2 Objetivo específico**

O objetivo específico foi comparar o efeito do uso combinado e individual do ácido hidrofluorídrico e do silano sobre a resistência de união entre uma resina composta e a cerâmica injetada do sistema IPS Empress 2.

## 4 MATERIAIS E MÉTODOS

### 4.1 Considerações gerais

O material cerâmico selecionado para o estudo (TAB. 1 e FIG. 1) foi uma cerâmica vítrea prensada, com fase cristalina principal composta por cristais de dissilicato de lítio, IPS Empress 2 cor 500 (Ivoclar, Schaan, Liechtenstein), lançada no mercado mundial recentemente (1999). Esta cerâmica é disponibilizada em lingotes pré-ceramizados e pré-colorizados. As restaurações são produzidas por técnica de cera perdida de forma semelhante à utilizada para a fundição de restaurações metálicas: enceramento de um padrão, inclusão em revestimento IPS Empress 2 Speed (Ivoclar), eliminação da cera e injeção sob pressão da cerâmica derretida no forno de prensagem EP500 (Ivoclar) à 920°C. Para a cimentação adesiva o fabricante do IPS Empress 2 recomenda tratamento da superfície cerâmica com ácido hidrofúorídrico e agente silano. O ácido, o silano, o adesivo e a resina utilizados no trabalho, encontram-se na tabela 2. A unidade fotopolimerizadora utilizada foi a Optilux (Demetron Research Corporation, E.U.A.) com potência de 450mW/cm<sup>2</sup>, verificada com o auxílio de um radiômetro de cura (Demetron Research Corporation).

TABELA 1- Materiais utilizados para a confecção dos blocos de cerâmica.

<b>Material</b>	<b>Nome comercial</b>	<b>Fabricante</b>	<b>Lote</b>
<b>Cerâmica</b>	IPS Empress 2	Ivoclar	C 07483
<b>Revestimento</b>	IPS Empress 2 Speed	Ivoclar	D 98003



Figura 1 – Lingotes de cerâmica IPS Empress 2

TABELA 2- Materiais utilizados para a adesão e confecção do bloco de resina.

<b>Material</b>	<b>Nome comercial</b>	<b>Fabricante</b>	<b>Lote</b>
<b>Silano</b>	Rely X Ceramic Primer	3M Dental Products	0RH
<b>Ácido</b>	Porcelain Etch 9,5% Buffered	Ultradent Products	C123
<b>Adesivo</b>	Scotchbond Multi-Purpose Plus	3M Dental Products	1MH
<b>Resina</b>	Filtek Z250	3M Dental Products	1KT

#### 4.2 Obtenção dos corpos de prova para os testes de microtração

Um total de 75 corpos de prova de cerâmica injetada IPS Empress 2 unidas à resina composta foram fabricados da seguinte forma:

#### 4.2.1 Confeção dos blocos cerâmicos

Quatro blocos medindo 7mm de comprimento por 7mm de largura e 5mm de altura, foram confeccionados em cera para fundição, incluídos em revestimento (IPS Empress 2 Speed) e a cerâmica IPS Empress 2 foi injetada sob pressão no forno especial EP 500. Os blocos cerâmicos assim obtidos foram então jateados com óxido de alumínio sob dois bar de pressão para a eliminação do revestimento.

#### 4.2.2 Tratamento da superfície cerâmica

Uma das superfícies de cada bloco cerâmico foi polida metalograficamente em uma politriz (Panambra, SP, Brasil) sob refrigeração para padronizar as superfícies, com lixas d'água (Acqua Flex-Norton, SP, Brasil) em ordem decrescente de granulação 220, 360 e 600 respectivamente, lavadas em água corrente e secas com jato de ar comprimido. Na seqüência a superfície polida de cada bloco cerâmico foi jateada durante 15s com óxido de alumínio ( $Al_2O_3$ ) 50 $\mu$ m (Knebel Produtos Dentários, RS, Brasil) através de um microjateador (Microetcher; Danville Engineering, Danville, CA, USA), e limpos em ultra-som (Ultrasonic Cleaner 1440 D, Odontobras, SP, Brasil) com água destilada por 10min. Em seguida os blocos foram divididos em quatro grupos que receberam o seguinte tratamento de superfície:

- a) *Grupo 1 (G1)* – Condicionamento com ácido hidrofluorídrico Ultradent Porcelain Etch 9,5% Buffered (Ultradent Products, South Jordan, UT, USA) durante 20s, lavado com água corrente por 30s, seco com ar, seguido pela aplicação de silano (RelyX 3M Dental Products, St Paul, MN, USA). Foi permitido ao silano evaporar por 3min e em seguida foi seco com jato de ar por mais 30s;
- b) *Grupo 2 (G2)* – Aplicação do silano, o qual foi permitido evaporar por três minutos e em seguida seco com jatos de ar. Não foi realizado prévio condicionamento ácido;
- c) *Grupo 3 (G3)* – Condicionamento com ácido hidrofluorídrico por 20s, lavado com água corrente por 30s, seco com ar, sem posterior aplicação de silano;

- d) *Grupo 4 (G4)* – Sem tratamento adicional de superfície além do micro-jateamento ao qual todos os grupos foram previamente submetidos.

#### *4.2.3 Aplicação da resina*

O adesivo do sistema Scotchbond (Scotchbond Multi-Purpose Plus Adhesive, 3M Dental Products) foi aplicado sobre as superfícies cerâmicas e fotopolimerizado por 20s em cada bloco cerâmico. Em seguida a resina composta híbrida (Filtek Z250, 3M Dental Products), foi inserida em quatro incrementos de aproximadamente 1mm sendo que cada incremento foi fotopolimerizado durante 40s com intensidade de luz de  $450\text{mW/cm}^2$  para obtermos o máximo de dureza da resina. A relação entre intensidade luminosa, tempo de cura e espessura da resina está bem estabelecida na literatura (ATMADJA e BRYANT, 1990; RUEGGERBERG; CAUGHMAN; CURTIS, 1994).

#### *4.2.4 Armazenagem*

Os quatro blocos de cerâmica-resina composta foram colados com um adesivo a base de cianocrilato (Super Bonder, Loctite, Brasil) à um cilindro de PVC preenchido com resina acrílica e então armazenados em água destilada  $37^\circ\text{C}$  por 24h antes de serem submetidos aos cortes.

#### *4.2.5 Corte dos blocos de resina-cerâmica*

Após o armazenamento por 24h, os blocos de cerâmica-resina foram posicionados em uma máquina de corte de baixa velocidade Isomet 1000, (Buehler, Lake Forest, IL, USA) regulada para produzir cortes à distância de 1,2mm um do outro com um disco de diamante (modelo 650, South Bay Technology, San Clemente, CA, USA) refrigerado à água. Os blocos foram cortados no sentido cerâmica-resina e descontada a espessura do disco, resultou em cinco fatias de aproximadamente 0,9mm de espessura. O bloco fatiado foi na seqüência girado em  $90^\circ$  e novamente seccionado, perpendicular ao primeiro corte, produzindo espécimes com

forma de filetes medindo aproximadamente 0,9mm x 0,9mm (FIG. 2) de área em suas secções transversais que permaneceram presos à base.

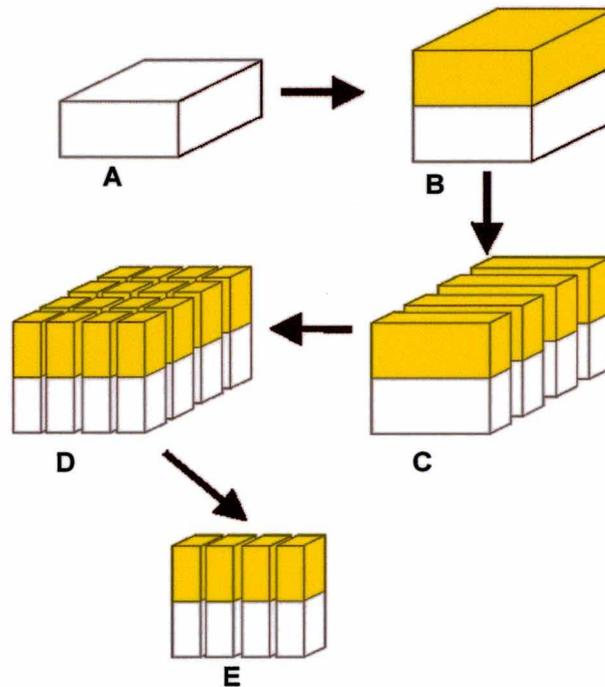


Figura 2 – Esquema ilustrando a essência da preparação dos corpos de prova para o teste de microtração.

Os filetes foram subsequentemente removidos de sua base (FIG. 3a, 3b) com uma espátula e 25 corpos de prova de cada grupo foram então selecionados aleatoriamente para serem submetidos ao teste de microtração.

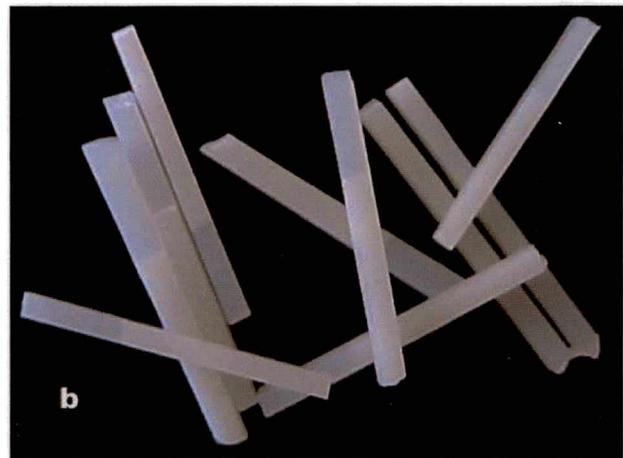
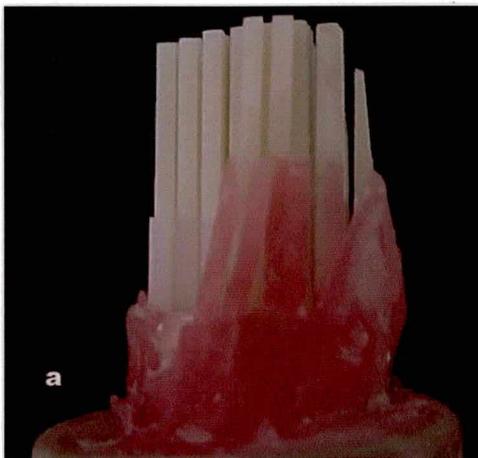


Figura 3a, 3b – Filetes de resina-cerâmica presos à base (a) e após a remoção (b).

### 4.3 Testes de resistência adesiva

O pequeno tamanho dos corpos de prova empregados no teste de microtração, requer a utilização de um aparelho especial que garanta a aplicação de forças puras de tração evitando forças de torção. Para isto, foi utilizado o aparelho Bencor Multi-T (Danville Engineering, San Ramon, CA, USA) modificado para testes de microtração pela criação de duas superfícies achatadas opostas no término de suas hastes superior e inferior de aço inoxidável (FIG. 4a) e adaptado para operar numa máquina universal de testes Instron modelo 4444 (Instron, Canton, MA, USA). A área da superfície adesiva de todos os corpo de prova foi medida individualmente antes de os espécimes serem submetidos ao teste de microtração e utilizada para calcular a resistência de adesão. Cada corpo de prova foi fixado às hastes superior e inferior do aparelho Bencor Multi-T (FIG. 4b) com a utilização de um adesivo de cianocrilato de presa rápida (Zapit, Dental Ventures of America, Corona, CA, USA) e submetido à carga de tração na máquina Instron, a uma velocidade de 0,5mm/min até a fratura. A força de ruptura foi aferida em Newtons e após ser dividida pela área da secção transversal de cada corpo de prova, foi expressa em MegaPascals (MPa). Os dados da resistência de união foram então analisados estatisticamente através da análise de variância a um critério (“one-way” ANOVA).

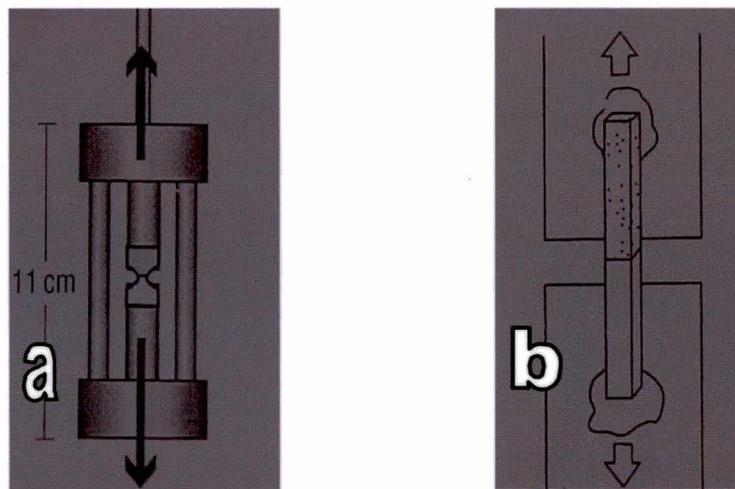


Figura 4a, 4b – Desenho ilustrativo mostrando o aparelho Bencor Multi-T (a) e o corpo de prova posicionado para ser submetido à microtração (b).

#### 4.4 Análise do tipo de fratura

Para a análise do tipo de fratura os espécimes foram colados com o adesivo Super Bonder à uma placa de acrílico de forma que a interface adesiva fraturada ficou voltada para cima, e na seqüência recobertos com ouro/paládio (Bal-Tec SCD005, Liechtenstein) e observados no microscópio eletrônico de varredura Philips XL-30 (Philips Electric Corp., Eindhoven, The Netherlands).

Tabela 3 – Tipos de fratura.

<b>Tipo de Fratura</b>	<b>Observação no MEV</b>
<b>Adesiva (AD)</b>	Falha na interface adesiva
<b>Coesiva Cerâmica (CC)</b>	Falha no substrato cerâmico
<b>Coesiva Resina (CR)</b>	Falha no substrato resina composta
<b>Mista (AD, CC,CR)</b>	Dois ou mais substratos envolvidos na falha

## 5 RESULTADOS

### 5.1 Resistência de união à microtração

O limite de resistência à tração de um material, é a tensão máxima que um corpo de prova resiste à força a que está submetido no teste. Tensão por sua vez, pode ser definida como a força aplicada, dividida pela área em que a força atua. Neste trabalho os corpos de prova em forma de filete tinham secção transversal com formato quadrado ou retangular e portanto, a medição dos dois lados de cada corpo de prova permitiu que se calculasse a área da interface adesiva pela fórmula simples  $A \times B$ .

O grupo 4 em que o único tratamento de superfície prévio à adesão foi a asperização mecânica com microjateamento, sofreu separação total por falha adesiva entre a resina e a cerâmica no momento em que os primeiros cortes estavam sendo realizados na máquina Isomet. Tal ocorrência impediu que se obtivesse corpos de prova para o teste de microtração sendo por isto todo este grupo descartado. Durante os testes de microtração com os grupos remanescentes (G1, G2, G3), alguns dos corpos de prova se soltaram da haste superior do aparelho Bencor Multi-T à qual estavam fixados e foram da mesma forma eliminados do teste fazendo com que os grupos tivessem ao final, número de corpos de prova diferentes.

O resultado dos testes de microtração dos demais grupos, apresentou as seguintes médias (em MPa) e desvio padrão: G1= 56,83 ( $\pm 10,47$ ); G2= 44,89 ( $\pm 11,69$ ) e G3= 35,16 ( $\pm 7,76$ ) (FIG.5). O coeficiente de variação que corresponde a medida da dispersão relativa dos dados, foi baixo ( $CV \leq 30$ ) para os três grupos estudados: G1= 18,30; G2= 25,89 e G3= 21,83. O resultado dos testes de microtração (medido em MPa) dos corpos de prova dos grupos G1, G2 e G3, as médias (MPa), o desvio padrão e o coeficiente de variação podem ser verificados na tabela 4.

Tabela 4 - Resultados de resistência ao teste de microtração (u-TBS) para cada um dos corpos de prova (em MPa) para os três grupos experimentais. Valores médios em MPa, desvio padrão (DP) e coeficiente de variação (CV) dos grupos submetidos ao u-TBS.

<b>Corpos de prova</b>	<b>Grupo 1 (HF+S)</b>	<b>Grupo 2 (S)</b>	<b>Grupo 3 (A)</b>
1	52.61	47.73	39.57
2	54.83	49.08	41.27
3	51.36	57.91	48.25
4	64.05	45.76	38.41
5	48.77	40.10	43.22
6	82.66	63.16	20.04
7	45.89	63.35	29.25
8	60.26	41.25	27.48
9	59.22	50.67	32.48
10	44.63	50.13	43.28
11	49.02	59.18	47.87
12	55.42	23.93	37.51
13	77.79	25.50	36.03
14	53.79	32.47	24.91
15	60.65	38.80	28.09
16	65.21	56.93	39.58
17	49.28	50.26	30.80
18	47.45	32.58	42.87
19		36.67	24.23
20		45.19	30.41
21		32.13	33.37
22			34,53
<b>Média</b>	<b>56,83</b>	<b>44,89</b>	<b>35,16</b>
<b>DP</b>	<b>10,47</b>	<b>11,69</b>	<b>7,76</b>
<b>CV</b>	<b>18,30</b>	<b>25,89</b>	<b>21,83</b>

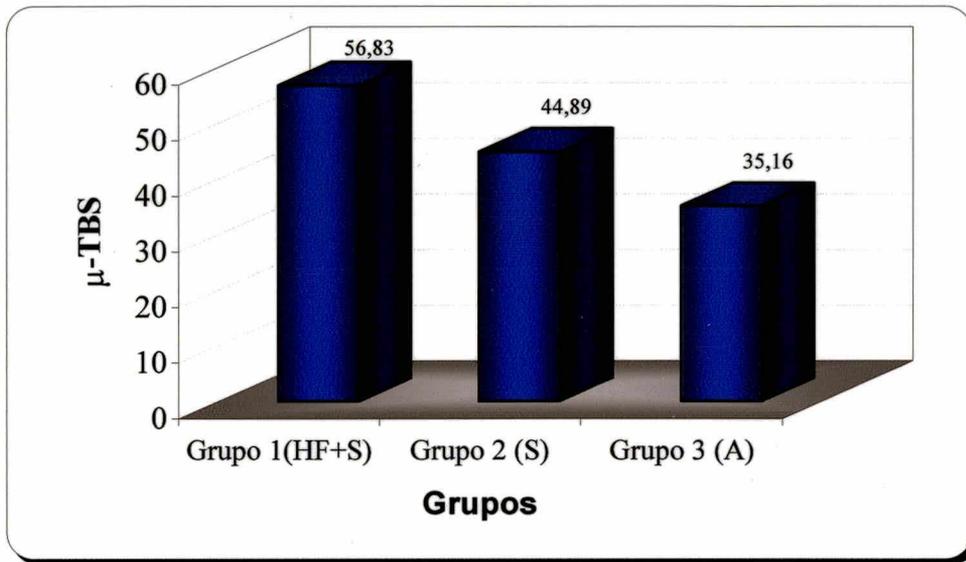


Figura 5 – Representação gráfica dos valores médios dos grupos submetidos ao teste de microtração (μ-TBS).

Os resultados dos três grupos foram na seqüência submetidos à análise estatística, através da Análise de Variância, que é a estatística indicada para a comparação de três ou mais grupos de dados numéricos e cujos resultados estão na tabela 5.

Tabela 5 - Resultados da Análise de Variância (ANOVA), do teste de microtração, medido em MPa, para os três grupos experimentais.

Fonte de variação	S.Q.	G.L.	Q.M.	Valor de F
Entre grupos	4649.106	2	2324.553	22.99 (p< 0.0001)
Dentro de grupos	5863.323	58	101.0918	
Total	10512.43	60		

A análise de variância indica apenas se houve diferença entre os grupos, mas não possibilita detectar entre quais grupos foi verificada esta diferença. Portanto um teste adicional para comparar cada grupo com os demais se fez necessário. Uma vez que os grupos experimentais apresentaram diferentes números de corpos de prova, as comparações individuais (entre os grupos) foram feitas submetendo as médias ao teste de comparação múltipla “t” de Bonferroni. Constatou-se que houve diferença estatisticamente significativa entre os três grupos testados conforme pode-se verificar na tabela 6.

Tabela 6 - Comparações individuais pelo teste de “t” de Bonferroni, para 3 comparações de médias.

<b>Grupos</b>	<b>Valor do Teste</b>	<b>Valor de P</b>	<b>Valor Crítico</b>	<b>Significância</b>
G1xG2	-3.69	0.0002	0.0167	Sim
G2xG3	3.17	0.0012	0.0167	Sim
G1xG3	6.78	<0.0001	0.0167	Sim

## 5.2 Microscopia eletrônica de varredura

A observação no microscópio eletrônico de varredura da superfície de união de cada filete de resina e cerâmica de todos os corpos de prova, após a ruptura, demonstrou que todas as fraturas ocorreram dentro da zona de adesão.

No grupo 1 (FIG. 6a, 6b, 6c) e no grupo 3 (FIG. 7a, 7b), houve predomínio de fraturas mistas (adesiva e coesiva da resina e/ou cerâmica), enquanto no grupo 2 (FIG. 8a, 8b) predominou a fratura adesiva.

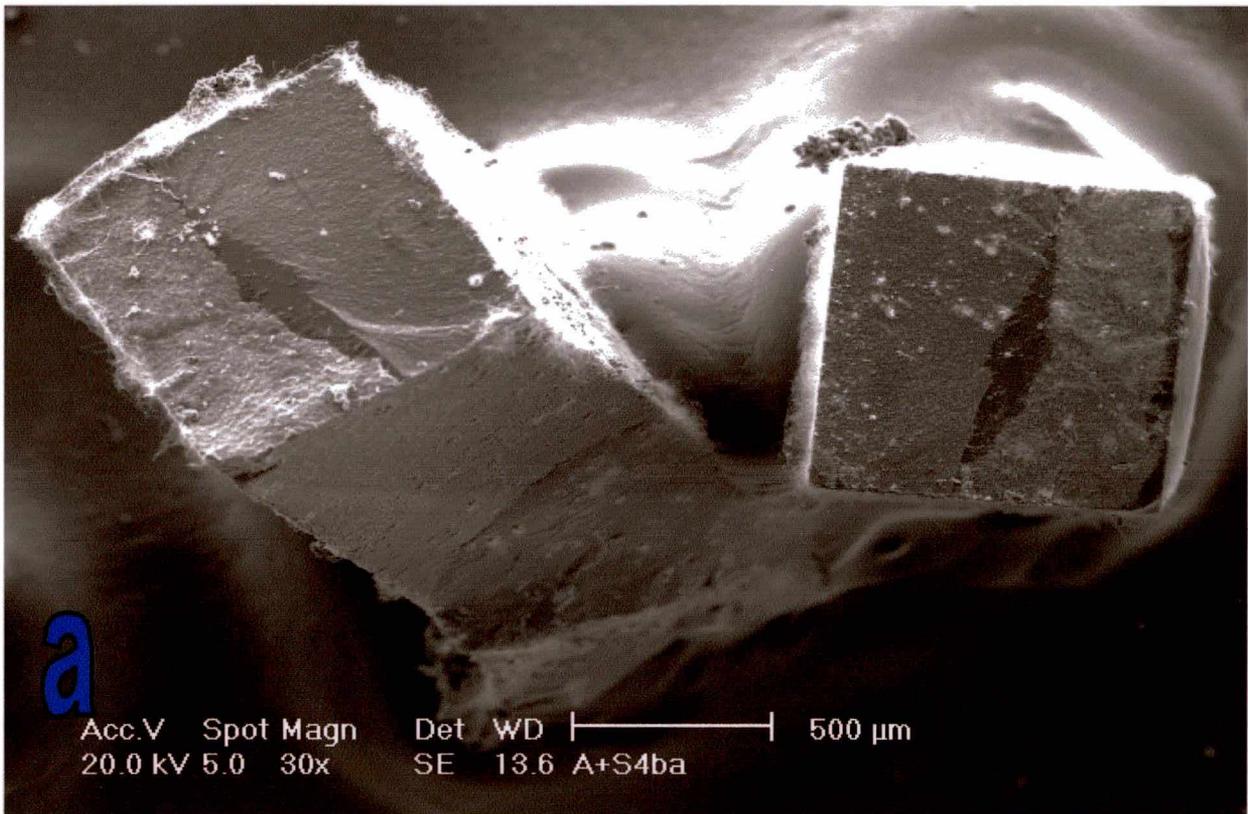


Figura 6a- Grupo 1 (HF+S): Fotomicrografia das superfícies adesivas do espécime fraturado e montado para observação no MEV.

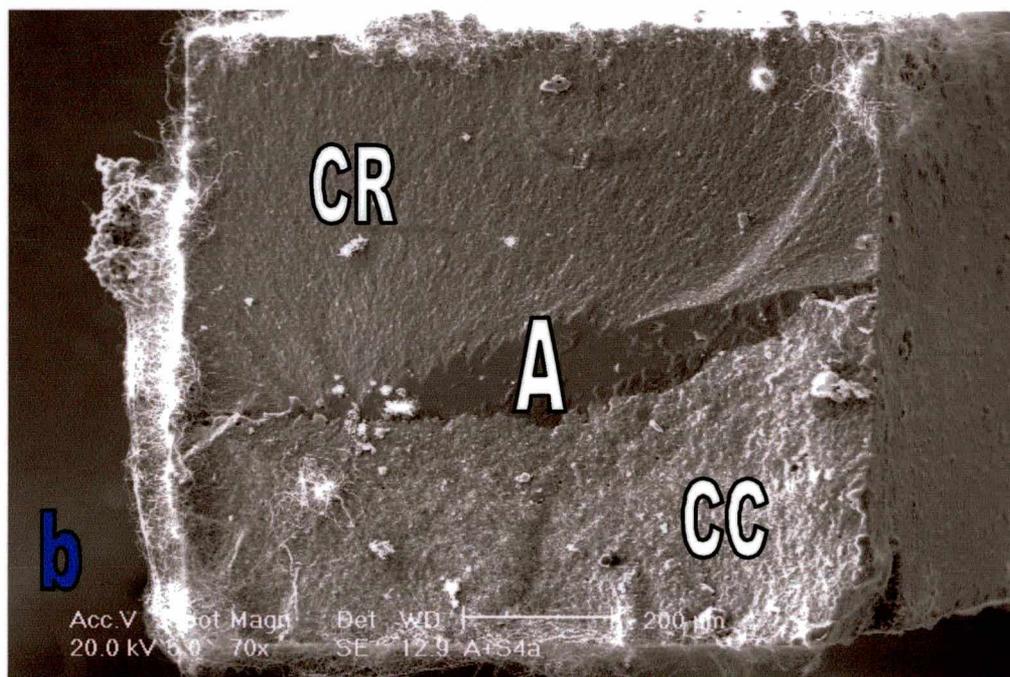


Figura 6b – Grupo 1 (HF+S): Fotomicrografia mostrando o lado da resina após a ruptura do filete. Exemplo de fratura mista típica deste grupo: coesiva da resina (CR) na parte superior, coesiva da cerâmica (CC) na parte inferior e do adesivo (A) no centro.

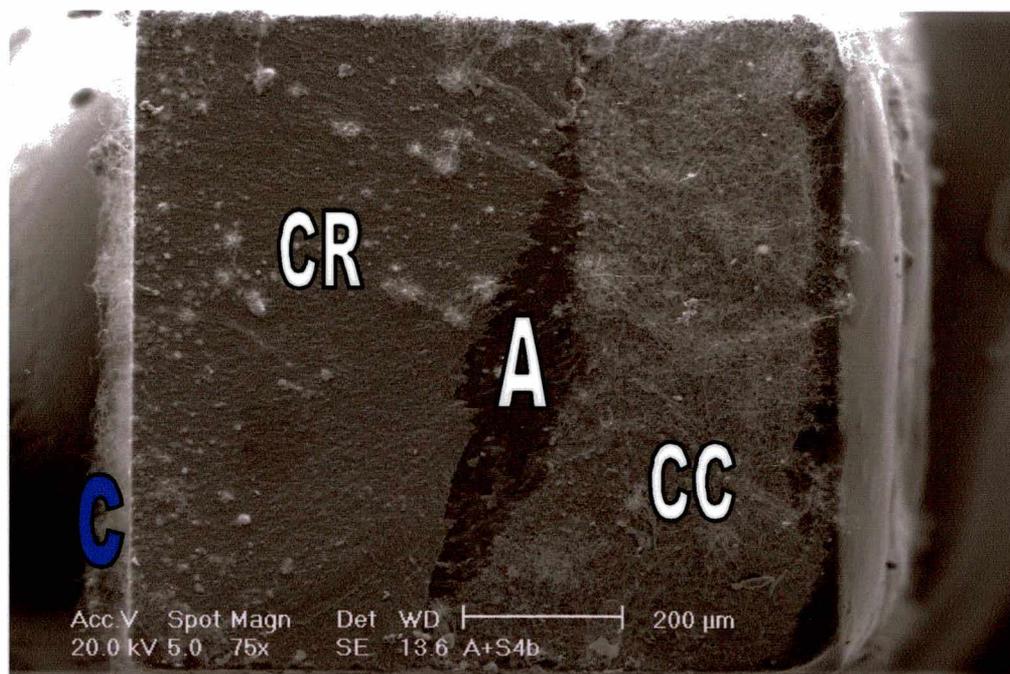


Figura 6c - Grupo 1 (HF+S): Fotomicrografia mostrando o lado da cerâmica do mesmo filete após a ruptura, e os tipos de fratura.: coesiva da resina (CR), coesiva da cerâmica (CC), e do adesivo (A).

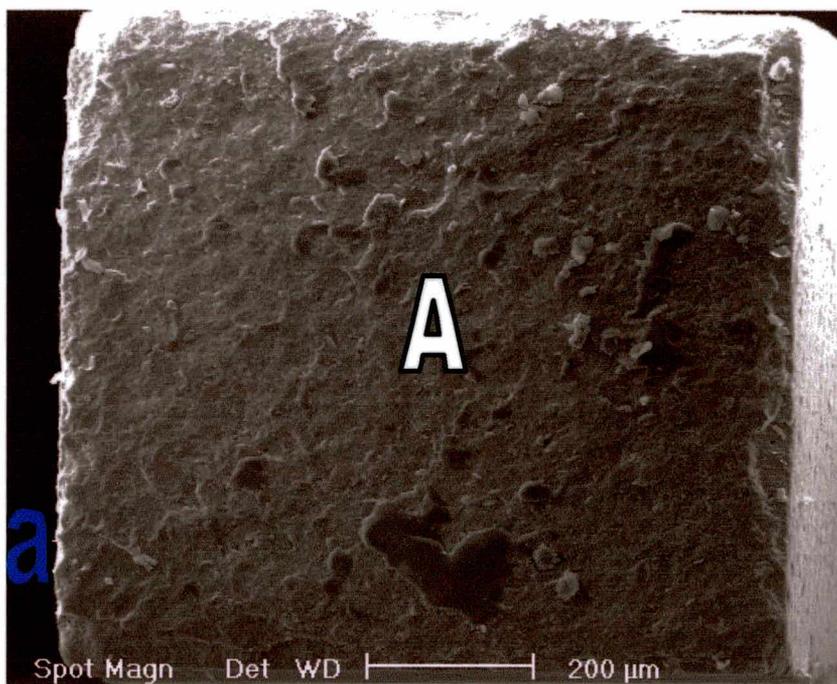


Figura 7a - Grupo 2 (S): Fratura adesiva típica deste grupo. Lado da resina do espécime resina-cerâmica após ruptura. Pode-se observar a camada de adesivo (A) recobrindo a resina

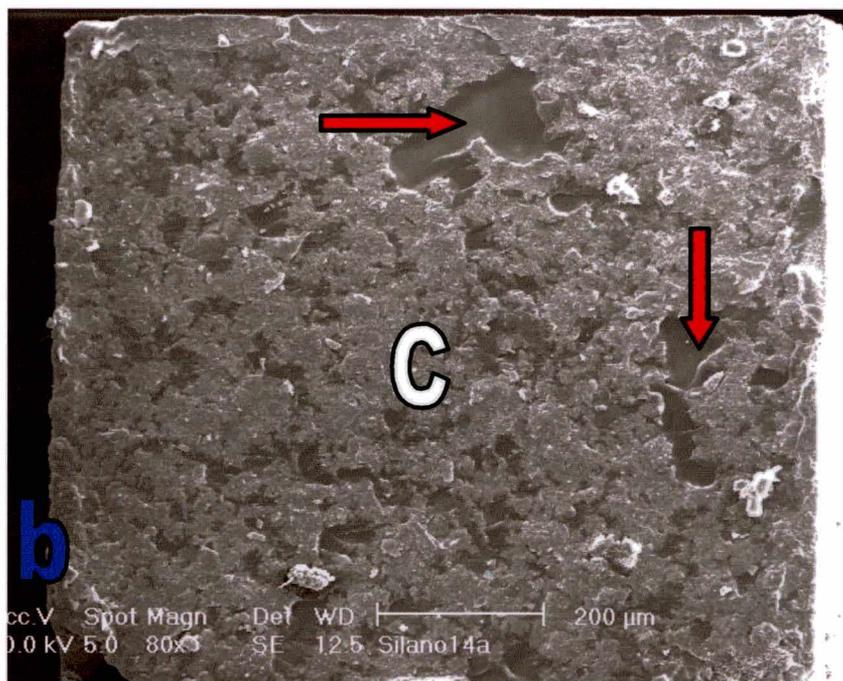


Figura 7b - Grupo 2 (S): Fotomicrografia do lado da cerâmica após a ruptura do filete. Pode-se notar restos de adesivo (setas) sobre a superfície cerâmica (C)

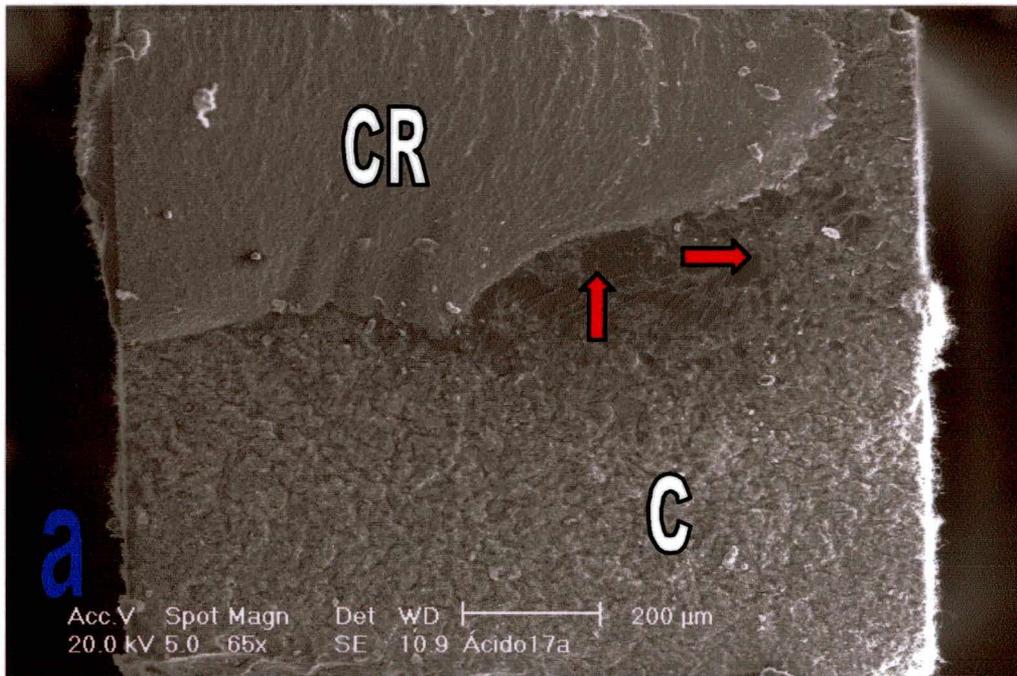


Figura 8a - Grupo 3 (HF):Fratura mista, na zona de adesão típica do grupo HF. Lado da cerâmica Na parte superior pode-se observar fratura coesiva da resina (CR) e na parte inferior fratura adesiva, podendo-se distinguir restos de adesivo (setas) sobre a superfície cerâmica condicionada (C).

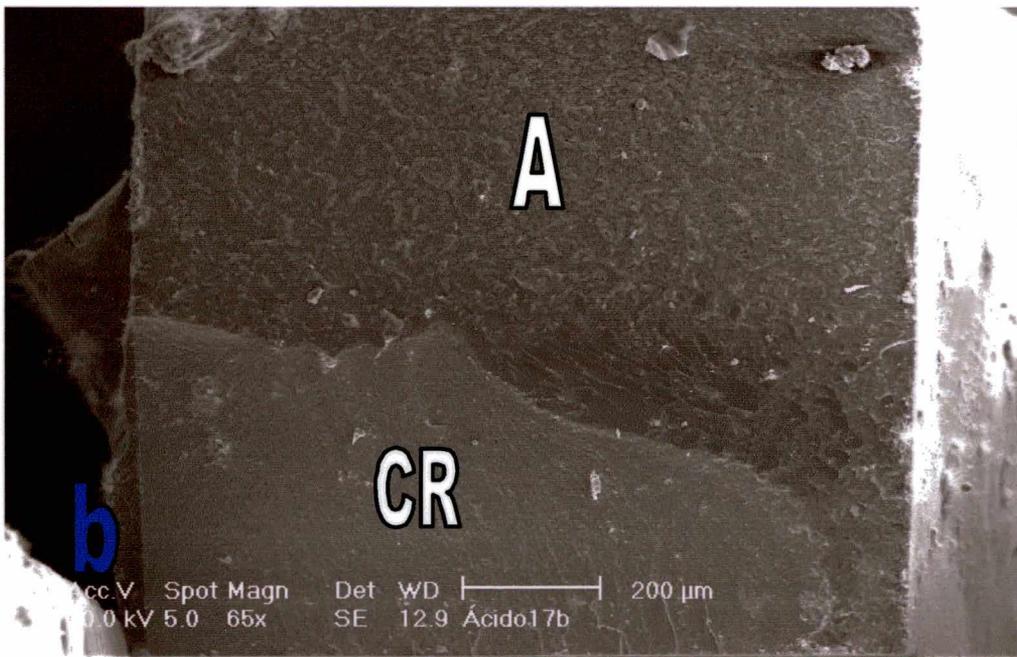


Figura 8b - Grupo 3 (HF): Lado da resina do espécime de resina-cerâmica após ruptura. Na parte superior observa-se fratura adesiva caracterizada pela presença do adesivo (A) sobre a resina composta e na parte inferior fratura coesiva da resina (CR).

## 6 DISCUSSÃO

Muito se tem pesquisado nos últimos 20 anos sobre a união de resina composta à superfícies cerâmicas visando o reparo ou cimentação de restaurações. Embora sejam indicações clínicas distintas, apresentam um objetivo comum que é investigar o tratamento de superfície mais adequado para aderir estes dois materiais de forma que esta união seja resistente aos estresses que serão expostos no meio oral. O procedimento deve ser capaz de prevenir tanto o deslocamento da restauração ou reparo, quanto a microinfiltração de pigmentos, em especial nas áreas de comprometimento estético. Resistência de união é resultado de uma combinação de fatores mecânicos químicos e físicos sendo que para se obter sucesso com qualquer procedimento adesivo, duas etapas são extremamente importantes: o correto tratamento das superfícies a serem unidas (SORENSEN et al., 1991) e a aplicação adequada de um sistema adesivo apropriado (BUONOCORE, 1963). O material normalmente utilizado para o reparo de restaurações cerâmicas é a resina composta em técnica direta.

Diversos testes têm sido utilizados para avaliar *in vitro* a resistência da união resina composta-porcelana, entre os quais se destacam os testes de tração (NICHOLLS, 1988) e cisalhamento, (DIAZ-ARNOLD; SCHNEIDER; AQUILINO, 1989; BECK; JANUS; DOUGLAS, 1990; MATSUMURA; KATO; ATSUTA, 1997; SULIMAN; SWIFT; PERDIGÃO, 1993). O teste de cisalhamento apesar de ser o mais utilizado para estudos de resistência de união, tem tido a sua eficácia contestada pois grande parte destes testes apresenta falha coesiva na cerâmica mais que na interface adesiva à forças muito baixas. Esta ocorrência tem sido relacionada à alta resistência da união na interface adesiva proporcionada pelo tratamento da superfície cerâmica ou sistema adesivo utilizado, que excederia à resistência coesiva da porcelana (APPELDOORN; WILWERDING; BARKMEIER, 1993; LEIBROCK et al., 1999; PAMEIJER; LOUW; FISCHER, 1996; THURMOND; BARKMEIER; WILWERDING, 1994). Entretanto outros autores como Van Noort et al (1989), consideram que os testes de cisalhamento nem sempre representam o verdadeiro estresse gerado na interface, além de apresentar resultados conflitantes entre os pesquisadores, já que são extremamente sensíveis à configuração do teste e à forma, tamanho e módulo de

elasticidade do aderente. A iniciação da fratura em testes de resistência adesiva, deve-se segundo Armstrong; Boyer; Keller (1998) à uma combinação crítica entre estresse e o tamanho dos defeitos apresentados pelo aderente na zona de união de tal forma que a infeliz coincidência da concentração de estresse em área defeituosa durante o teste, gera valores não representativos da verdadeira força de união Della Bona e Van Noort (1995) observaram que independentemente da configuração do teste, a resistência da união nos testes de cisalhamento é governada mais pela resistência coesiva do material de base do que pela resistência da interface. Isto se deve à distribuição não uniforme da força aplicada, que gera alto estresse de tração no interior da porcelana próximo da área de aplicação da carga, excedendo a força de tração vertical à que está submetida a interface adesiva e provocando fratura coesiva à forças muito baixas. Thurmond; Barkmeier; Wilwerding (1994) testando a resistência da união resina-porcelana com teste de cisalhamento e área da interface adesiva medindo  $14\text{mm}^2$ , verificaram que a maior parte dos espécimes apresentava fratura coesiva da porcelana quando a média da resistência adesiva do grupo era igual ou maior que 13MPa. Chadwick; Mason; Sharp (1998), testando sistemas de reparo de porcelana, igualmente observaram quase exclusivamente fraturas coesivas da porcelana, fato que também atribuíram ao teste de cisalhamento que empregaram. Mais recentemente, Antonson et al. (2000) analisando as características da fratura de espécimes de resina-cerâmica submetidos a testes de cisalhamento ou tração, encontraram resultados tão inconsistentes que segundo eles poderiam levar à interpretações errôneas. Tais observações deixam claro que estes testes não são os ideais para medir a resistência de interfaces adesivas resina-cerâmica, pois o que está verdadeiramente sendo medido é mais a resistência do frágil material cerâmico afetado pelos diferentes tratamentos de superfície (jateamento, abrasão, condicionamento ácido) do que a resistência da interface propriamente.

Schreiner et al. (1998) encontraram melhor distribuição de estresse na interface em avaliação de sistemas adesivos, quando utilizaram o teste de microtração, desenvolvido por Sano et al. (1994) com o objetivo de distribuir o estresse de forma mais uniforme dentro da área de adesão. Estes autores observaram que a menor área da interface adesiva utilizada neste teste, permite valores de resistência de união mais altos que os obtidos com o teste de tração convencional e falha adesiva na maior parte dos espécimes. A prevalência de falha adesiva nos testes de microtração é atribuída à área da interface a qual por sua pequena dimensão contém menos defeitos, permitindo uma distribuição mais uniforme do estresse, aumentando conseqüentemente os valores de resistência de união e reduzindo a falha coesiva (SANO et

al., 1994). Cardoso; Braga; Carrilho (1998) numa avaliação dos testes de tração, microtração e cisalhamento, encontraram ainda um menor coeficiente de variação (CV) para o teste de microtração (33,67%) quando comparado com testes de tração (57,81%) ou cisalhamento (52,48%). Originalmente obtinha-se a diminuta interface adesiva pelo corte do espécime em 5 a 8 finas fatias paralelas que eram posteriormente desgastadas com broca diamantada na região da interface, conferindo ao corpo de prova um formato de ampulheta. A forma da secção transversal do corpo de prova, quadrada ou cilíndrica, não produz diferenças na resistência de união (PHRUKKANON et al., 1998). A vibração produzida pela utilização da broca diamantada, entretanto, pode eventualmente induzir estresse na união adesiva. Atualmente tem sido mais utilizado o método em que dois cortes em direção perpendicular são realizados (FIG. 1), permitindo a obtenção de um maior número de corpos de prova (25 a 30) com pequena secção transversal (0,7 a 1,2mm<sup>2</sup>) a partir de uma única amostra. Este método segundo Pashley et al. (1999), provoca menos estresse na união adesiva, o que pode possibilitar maiores valores de resistência de união. Com suporte na literatura acima descrita, selecionamos o teste de microtração com esta última configuração, tentando com isto medir a força da união adesiva com resultados mais próximos da realidade.

No presente trabalho, o teste de microtração efetivamente permitiu a obtenção de mais altos valores de carga de fratura quando comparado com estudos de outros autores que utilizaram testes de cisalhamento (AIDA; HAYAKAWA; MIZUKAWA, 1995; KUPIEC et al., 1996; ÖZDEN; ALKATAN; CAN, 1994; PAMEIJER; LOUW; FISCHER, 1996; SHAHVERDI et al., 1998). Os valores médios de resistência de união expressos em MPa foram de 56,83 ( $\pm 10,47$ ) para o grupo 1 ; (HF+S); 44,89 ( $\pm 11,69$ ) para o grupo 2 (S) e 35,16 ( $\pm 7,76$ ) para o grupo 3 (HF). O baixo coeficiente de variação (CV $\leq$ 30%) com médias de 18,30% (G1), 25,89% (G2) e 21,93% (G3) demonstram ainda a uniformidade dos testes. O coeficiente de variação é um indicativo da homogeneidade dos dados, sendo que quanto menor o seu valor maior a homogeneidade dos grupos testados. Os resultados obtidos pelos três grupos no teste de microtração foram na seqüência submetidos à análise estatística aplicando-se o teste de Análise de Variância à um critério (ANOVA), e em seguida ao teste "t" de Bonferroni, que é uma variação do teste "t" de Student, para comparar grupos com número de corpos de prova diferentes. Este último teste mostrou haver diferença estatisticamente significativa ( $p < 0,001$ ) entre os 3 grupos, ou seja, o G1 (HF+S) apresentou resistência de união maior que o G2 (S) e o G3 (HF) e o G2 apresentou maior resistência de união que o G3.

Diversos estudos disponíveis na literatura têm igualmente mostrado a superioridade da utilização conjunta da união mecânica, promovida pelo ácido hidrófluorídrico (HF) e química, pelo agente silano (S) na força de união resina-porcelana (HSU; STANGEL; NATHANSON, 1985; STACEY, 1993; JARDEL et al., 1999a; CHEN; MATSUMURA; ATSUTA, 1998b; ESTAFAN et al., 2000; KATO et al., 2001). O ácido HF ataca preferencialmente a fase vítrea da porcelana, dissolvendo-a parcialmente, gerando áreas retentivas ao expor os cristais que compõem a fase cristalina do material (YEN; BLACKMAN; BAEZ, 1993). A microporosidade criada, aumenta a área de superfície e possibilita o embricamento micro-mecânico da resina composta (PEUMANS et al., 1999). Várias soluções ácidas podem ser utilizadas para esta finalidade, porém estudos demonstram ser o ácido hidrófluorídrico, o mais efetivo (TYLKA e STEWART, 1994; KATO; MATSUMURA; ATSUTA, 2000; CANAY; HERSEK; ERTAN, 2001; DELLA BONA e VAN NOORT, 1998).

A análise dos resultados dos grupos 2 e 3 mostra que a média da resistência de união do G2, em que o tratamento da superfície cerâmica foi realizado apenas com silano, foi significativamente maior que a média do G3, tratado apenas com ácido. Isto sugere que apesar de o ácido HF efetivamente melhorar a adesão resina-cerâmica, o silano foi isoladamente mais importante que este ácido para a alta resistência de adesão encontrada no G1. Este resultado está de acordo com vários estudos anteriormente publicados, em que o efeito do ácido e do silano foi testado individualmente e em conjunto, sendo a aplicação do silano considerado o mais efetivo procedimento para aumentar a força de união (LACY et al., 1988; KUPIEC et al., 1996; STACEY, 1993; OZDEN; AKALTAN; CAN, 1994; SHAHVERDI et al., 1998; HAYAKAWA et al., 1992; JARDEL et al., 1999a; ESTAFAN et al., 2000).

Silanos, com a fórmula  $\gamma$ -methacriloxypopyltrimetoxysilane, os mais utilizados, são promotores de adesão bifuncionais, capazes de se ligar à superfícies orgânicas ou inorgânicas (HIGHTON; CAPUTO; MATYAS, 1979). A união com a resina ocorre via uma reação de polimerização adicional entre os grupos metacrilatos ( $\text{CH}_3$ ) de ambos, da matriz resinosa e da molécula de silano, enquanto que a união com a porcelana ocorre via reação de condensação entre o grupo silanol (SI-OH) da superfície cerâmica e o grupo silanol (SI-OH) da molécula hidrolisada do silano; formando ligação (ponte) siloxane (SI-O-SI) produzindo ainda uma molécula de água ( $\text{H}_2\text{O}$ ) como subproduto. (PAFFENBARGER; SWEENEY; BOWEN, 1967; SÖDERHOLM e SHANG, 1993). Os silanos favorecem a união resina-porcelana também por promover o “molhamento” da superfície cerâmica, facilitando a penetração da

resina nas microretenções da porcelana condicionada (CALAMIA et al., 1985; HIGTHON; CAPUTO; MATYAS, 1979; PLUDDMANN, 1970).

Embora existam vários estudos sobre a resistência da união resina composta-porcelana, as diferentes metodologias aplicadas naqueles trabalhos em relação a este, não permitem uma comparação direta. Entretanto, publicação recente de Della Bona; Anusavice; Shen (2000), em que descrevem um teste de microtração com arranjo semelhante ao utilizado neste estudo, mostra resistência de união resina composta-cerâmica IPS Empress 2 similar (56,1MPa) àquela apresentada aqui (56,8MPa) quando a superfície da cerâmica foi tratada com ácido + silano, apesar de aqueles autores não terem realizado microjateamento e o tempo de condicionamento ácido ter sido de 2min, enquanto neste trabalho o tempo de condicionamento foi de 20s conforme sugerido pelo fabricante do sistema IPS Empress 2. Resultados díspares, entretanto, foram registrados entre os dois estudos, quando o silano e o ácido foram utilizados individualmente com a mesma porcelana. Analisando as diferenças metodológicas entre este trabalho e o de Della Bona; Anusavice; Shen (2000), que pudessem justificar, verificamos que além das já citadas diferenças quanto ao tratamento mecânico houveram, também, diferenças quanto ao tratamento químico da superfície cerâmica e o período de armazenamento. Naquele trabalho foi registrado resistência de união com a utilização individual do ácido HF, maior que a encontrada neste, enquanto o contrário ocorreu com o silano. Em relação à maior adesão registrada com a utilização isolada do ácido HF, o maior tempo de condicionamento é provavelmente o responsável, já que a influência que exerce sobre a resistência da união resina-cerâmica, é um fato há muitos anos estabelecido (SIMONSEN e CALAMIA, 1983; STANGEL; NATHANSON; HSU, 1987). Chen; Matsumura; Atsuta (1998a) examinando o efeito de diferentes períodos (0, 5, 30, 60, 120, 180s) de condicionamento com ácido HF (sem utilização de silano) sobre a resistência da união resina-porcelana, encontraram maior valor igualmente com o tempo de 2min. O microjateamento por outro lado, demonstrou ser inócuo como método para se aumentar a retenção mecânica nos espécimes cerâmicos posteriormente condicionados pelo ácido HF. Em trabalho anterior, Della Bona e Van Noort (1998) já haviam registrado que o agressivo efeito do ácido HF sobre a cerâmica, remove as rugosidades promovidas anteriormente pelo jateamento, tornando este tratamento mecânico prévio sem efeito e portanto desnecessário quando utilizamos este ácido. A diferença entre os períodos de armazenamento utilizado nos dois trabalhos (24h e 30 dias), provavelmente não afetou o resultado final por ser 30 dias um período muito curto. Roulet; Söderholm; Longmate (1995) não encontraram alteração na

resistência de união resina-porcelana ácido-condicionada mesmo após 12 meses de armazenamento em água, à temperatura ambiente.

O maior tempo de condicionamento ácido utilizado por Della Bona; Anusavice; Shen (2000) como já foi visto, não aumentou os valores de resistência de união em relação ao nosso trabalho, no grupo em que o ácido, e posteriormente o silano, foram empregados. Estudos realizados com diferentes períodos de condicionamento com ácido HF, têm tornado claro que nem sempre um maior tempo de aplicação do agente condicionador corresponde à uma maior resistência de união, especialmente se um agente silano for aplicado sobre a cerâmica condicionada (CALAMIA et al, 1986; CHEN; MATSUMURA; ATSUTA, 1998a; ESTAFAN et al., 2000). Chen; Matsumura; Atsuta (1998b) verificaram que a extensão do período de condicionamento ácido da superfície cerâmica pode ser desnecessário e sugerem que apenas 30s de ataque ácido é suficiente para promover adequada resistência de união se um agente silano for utilizado conjuntamente. Estas constatações suportam os resultados aqui obtidos, já que apesar de terem empregado maior tempo de condicionamento ácido, Della Bona; Anusavice; Shen (2000) não encontraram maior resistência de união que o tempo utilizado no presente trabalho, quando ácido e silano foram associados. Isto sugere que o tempo de condicionamento com ácido HF de 20s preconizado pelo fabricante do sistema cerâmico IPS Empress 2, é suficiente para se obter máximo potencial de união desde que um agente de ligação silano seja também utilizado, poupando tempo clínico, além de minimizar os riscos à saúde do paciente e do dentista.

A utilização de condicionamento com ácido HF por 2min sem posterior aplicação de silano poderia igualmente poupar tempo clínico nos procedimentos de reparo, mas além de potencializar os riscos à saúde, pode gerar uma união pouco estável durante longos períodos de utilização clínica. Diversos autores têm relatado a incapacidade do ácido HF por si só, em garantir uma união confiável a longo prazo, e portanto indicam a silanização da porcelana sempre que esta for condicionada como procedimento rotineiro e indispensável. (JARDEL et al., 1999a; JARDEL et al., 1999b; KATO et al., 2001; KUPIEK et al., 1996; STACEY, 1993). Tal procedimento fica ainda mais fortalecido com os relatos prévios de que a resistência da união resina-cerâmica não é afetada de forma significativa pela extensão do período de armazenamento em água e/ou à termociclagem quando agentes de ligação silanos, em especial pré-hidrolisados como o do sistema Scotchbond (3M), são utilizados sobre cerâmicas ácido-condicionadas (APPELDORN; WILWERDING; BARKMEIER, 1993; DIAZ-ARNOLD;

SCHNEIDER; AQUILINO, 1989; GREGORY; HAGEN; POWERS, 1988; WOLF; POWERS; O'KEEFE, 1992).

Nos procedimentos de reparo intra-oral de restaurações cerâmicas fraturadas, a utilização de agentes de ligação silanos sem prévio condicionamento com ácido HF poderia ser uma opção ainda mais interessante e desejável em especial se for constatada exposição dentinária; situação clínica em que a utilização deste ácido deveria ser evitada (SZEP et al., 2000). Estudo de Aida; Hayakawa; Mizukawa (1995), indica claramente esta possibilidade se um agente silano pré-hidrolisado for utilizado. Agentes silanos podem ser divididos em três categorias de acordo com Matsumura; Kato; Atsuta (1997): 1) não hidrolisado frasco único; 2) pré-hidrolisado frasco único e 3) dois ou três frascos para hidrólise imediata (silano e ácido ativador da hidrólise em frascos separados). Os valores de resistência de união (44,89MPa) obtidos na presente investigação com a utilização de um agente silano de frasco único pré-hidrolisado sem condicionamento ácido da porcelana, igualmente apontam nesta direção, embora termociclagem e armazenamento em água por longo período não tenham sido estudados.

Della Bona; Anusavice; Shen (2000) entretanto, encontraram valores muito inferiores (30,1MPa) quando a superfície da porcelana IPS Empress2, foi tratada com um silano de dois frascos e armazenada por 30 dias em água. A silanização da porcelana é uma etapa sensível do procedimento adesivo e pode ser afetada por inúmeros fatores. Segundo Roulet; Söderholm; Longmate (1995), a presença de contaminantes tais como água ou outros solventes pode diminuir a força de adesão. O período de armazenamento entre a preparação do corpo de prova e os testes, pode afetar a resistência da união química promovida pelo silano, embora não de forma igual para diferentes silanos (DIAZ-ARNOLD; SCHNEIDER; AQUILINO, 1989; BECK; JANUS; DOUGLAS, 1990; NICHOLLS, 1988). Kamada; Yoshida; Atsuta (1998), testaram a união resina-porcelana sem qualquer retenção promovida por tratamento mecânico ou ácido HF na superfície cerâmica e ainda assim, o armazenamento e a termociclagem não alteraram significativamente a adesão das amostras silanizadas com dois dos silanos testados. Trabalho de Barghi; Berry; Chung (2000) mostrou que diferentes silanos resultam em diferentes valores de resistência de união. Estes autores também encontraram diferenças na força de união após tratamento térmico da porcelana silanizada com silanos de dois frascos, enquanto silanos pré-hidrolisados de frasco único não foram afetados por este procedimento. Diferentes silanos podem apresentar em sua composição, diferentes solventes que influenciam de forma variada a reatividade e estabilidade dos

mesmos (CHEN e BRAUER, 1982). O potencial reativo de um agente silano, pode ser estimado pela quantidade de grupos silanóis (sítios ativos das moléculas hidrolisadas do silano) disponíveis para a ligação com o grupo silanol da porcelana, de tal forma que existe correlação entre o grau de hidrólise do silano e a resistência adesiva (CULLER; KRUEGER; JOOS, 1989). Embora Jardel et al. (1999a) e Barghi e Nguyen (2001) tenham demonstrado recentemente a efetividade dos silanos de dois componentes como agente promotor de adesão, Anagnostopoulos; Eliades; Palaghias (1993) encontraram um maior número de grupos silanóis disponíveis para reagir com a superfície cerâmica nos silanos de frasco único pré-hidrolisados quando comparados com os silanos de dois frascos em que a hidrólise é realizada ao se juntar os dois componentes (silano e ácido ativador da hidrólise) momentos antes da aplicação. Também Lu et al. (1992) verificaram maior força de união quando o silano utilizado foi do tipo pré-hidrolisado (Scotchprime Ceramic Prime-3M) do que quando utilizaram um promotor de dois frascos. Segundo estes autores, a ativação do silano no consultório momentos antes da aplicação, introduz possibilidade de variação por conta do operador e eventualmente pode ocorrer hidrólise incompleta do silano, diminuindo o valor de união. Portanto, a utilização de um silano pré-hidrolisado conforme foi utilizado no atual trabalho, facilita o procedimento e diminui as chances de erro. Além da forma de ativação e do período de armazenamento, o prévio tratamento mecânico de superfície e a compatibilidade entre os materiais são fatores que podem influenciar os resultados de testes de união resina-cerâmica envolvendo silanos. Neste trabalho ao contrário daquele de Della Bona; Anusavice; Shen (2000), no grupo em que o silano foi utilizado sem anterior condicionamento ácido, foi realizado microjateamento prévio à silanização. Além disto, o silano, o adesivo e a resina composta utilizados foram todos de um único fabricante. A importância da compatibilidade entre estes materiais foi relatada por diversos autores (ANAGNOSTOPOULOS; ELÍADES; PALAGHIAS, 1993; KATO et al., 1996; MATSUMURA et al., 1989). Embora o microjateamento seja inócuo como agente promotor de adesão em cerâmicas ácido-condicionadas, Farag; Antonson; Anusavice (2000) demonstraram em publicação recente que a rugosidade mecânica assim produzida, aumenta a força de união resina-cerâmica IPS Empress 2 quando um agente silano é utilizado sem prévio condicionamento ácido da cerâmica. Entretanto, este maior valor de união deve-se mais à maior área de superfície para adesão gerada pelo jateamento, do que a morfologia reconhecidamente pouco retentiva que cria na superfície cerâmica (UCTASLI, 1996). É portanto provável que o alto valor de união registrado neste estudo para o G2 (S), deva-se ao

tipo de silano utilizado (pré-hidrolisado frasco único), à compatibilidade entre os materiais empregados (silano, adesivo, resina) e ao microjateamento prévio à silanização.

Neste trabalho, a amostra em que a superfície cerâmica foi tratada com microjateamento sem posterior condicionamento ácido ou silanização, não obteve resistência de união suficiente para ser submetida ao teste de microtração pois a resina se destacou da porcelana no momento dos cortes para a confecção dos corpos de prova. Esta ocorrência encontra sustentação na literatura já que Kato; Matsumura; Atsuta (2000), Kupiec et al. (1996), Peumans et al. (1999), Shahaverdi et al. (1998) e Stewart e Jain (2000) igualmente registraram fraca adesão promovida pelo jateamento da superfície cerâmica o qual por si só não foi capaz de produzir suficiente resistência de união a não ser quando um agente silano foi usado em combinação. A silanização da porcelana é, portanto, um importante e imprescindível passo nos procedimentos que envolvem união da resina composta à porcelana já que comprovadamente aumenta a força da união resina-cerâmica independente de qualquer retenção mecânica promovida por jateamento, ou ácido HF. Máxima atenção deve ser dedicada à esta delicada etapa do tratamento pois a evaporação dos solventes devido ao armazenamento impróprio, o método de aplicação, o método de ativação e o prazo de validade do produto podem afetar a força de união adversamente (BARGHI, 2000).

A análise do tipo de falha demonstrou que todas as fraturas ocorreram dentro da zona de adesão. No grupo de maior força de união (HF+S), houve uma tendência a ocorrer fraturas mistas, com maiores áreas de fraturas coesivas da cerâmica ou resina e menores áreas de ruptura do adesivo. (FIG. 6a, 6b, 6c) No grupo com a segunda maior força de união (S), houve predomínio de fratura adesiva, podendo se observar restos de adesivo sobre a porcelana e sobre a resina (FIG. 7a, 7b). Mesmo no grupo de menor valor de união (HF), a resistência de união ficou próxima à resistência coesiva da resina, já que embora a maior parte das fraturas tenham sido adesivas, algumas porções de resina puderam ser vistas tanto do lado da porcelana quanto do lado da resina (FIG. 8a, 8b). Embora o grupo 2 (S) tenha resultado em força de união significativamente maior que o grupo 3 (HF), o modo de fratura mostrou predominância de fraturas adesivas típicas, possivelmente pela falta de embricamento mecânico do adesivo na porcelana. Futuros estudos deverão ser conduzidos em testes laboratoriais, com semelhante metodologia porém com termociclagem ou armazenamento em meio aquoso por período prolongado para investigar a influência na resistência de união. O método empregado para definir o tipo de fratura foi a observação no Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV), já anteriormente utilizado em diversos estudos (STANGEL;

NATHANSON; HSU, 1987; STEWART e JAIN, 1987; ARMSTRONG; BOYER; KELLER, 1998; PEUMANS et al., 1999).

Os procedimentos adesivos para fixação de restaurações cerâmicas fabricadas com o sistema IPS Empress 2, envolvem unicamente a cerâmica vítrea de dissilicato de lítio, injetada sobre pressão para a confecção do núcleo cerâmico investigada neste estudo. Entretanto o reparo intra-oral destas restaurações pode envolver também a cerâmica vítrea de fluorapatita utilizada para cobrir o núcleo por processo de sinterização. A influência do tipo de cerâmica utilizada sobre a resistência de união promovida pelo condicionamento ácido ou silano, foi relatada por diversos autores de forma que se considera que cada sistema cerâmico necessita de um método específico de pré-tratamento da superfície cerâmica para encontrar adesão adequada. (CALAMIA et al., 1985; AL EDRIS et al., 1990; CHANG et al., 1998; LOPES et al., 2001; SEMMELMAN e KULP, 1968; TJAN e NEMETZ, 1988). Sugerimos portanto, que estudos adicionais sejam realizados sobre o efeito do tratamento de superfície na resistência de união da resina composta à cerâmica vítrea de fluorapatita utilizada para recobrir por processo de sinterização o núcleo de cerâmica injetada no sistema IPS Empress 2 e o efeito da termociclagem e armazenamento em água por longos períodos na força de união.

Este estudo demonstra a importância do tratamento de superfície para a força de união resina-cerâmica. Embora a maior resistência de união tenha sido alcançada com o uso combinado de ácido HF + silano, os resultados sugerem que clinicamente o reparo ou cimentação de restaurações cerâmicas fabricadas com o sistema IPS Empress 2 podem ser efetuados sem a utilização do potencialmente danoso ácido HF, evitando-se desta forma risco desnecessários para a saúde do dentista ou do paciente. O emprego do ácido HF somente se justifica se associado ao silano e em situações onde a máxima resistência de união é requerida. O reparo de fratura em regiões expostas a estresse ou a cimentação de restaurações sem forma de retenção e resistência, seriam indicações precisas para o uso de ácido HF + silano.

## 7 CONCLUSÕES

Dentro dos limites de nosso estudo podemos concluir que:

1. Microjateamento seguido por condicionamento ácido e silanização promove a máxima resistência da união resina composta-cerâmica vítrea IPS Empress 2.
2. A silanização da porcelana foi individualmente o principal responsável pela força de união, sendo portanto preferível ao condicionamento ácido.
3. A necessidade de se utilizar o ácido hidrófluorídrico em todo e qualquer procedimento de reparo ou cimentação adesiva é questionável.
4. Microjateamento por si só não produz resistência de união adequada.

## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS<sup>2</sup>

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.

ABERG, C. H.; VAN DIJKEN, J. W. V.; OLOFSSON, A.-L. Three-year comparison of fired ceramic inlays cemented with composite resin or ionomer cement. **Acta Odontol. Scand.**, Copenhagen, v.52, n.3, p.140-149, June 1994.

ANTONSON, S. A. et al. Characteristics of fractured composite-ceramic specimens produced by shear, tensile and chevron-notch tests. **J.Dent. Res.**, Washington, v.79, Spec Issue, p.161 (abstract #140), Apr. 2000.

ANAGNOSTOPOULOS, T.; ELIADES, G.; PALAGHIAS, G. Composition, reactivity and surface interactions of three dental silane primers. **Dent. Mater.**, Kidlington, v.9, n.3, p.182-190, May 1993.

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

APPELDOORN, R. E.; WILWERDING, T. M.; BARKMEIER, W. W. Bond strength of composite resin to porcelain with newer generation porcelain repair systems. **J. Prosthet. Dent.**, St Louis, v.70, n.1, p.6-11, July 1993.

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

ATMADJA G.; BRYANT, R. W. Some factors influencing the depth of cure of visible light-activated composite resins. **Austral. Dent. J.**, Sidney, v.35, n.3, p.213-218, June 1990.

BARRETO, M. T.; BOTTARO, B. F. A practical approach to porcelain repair. **J. Prosthet. Dent.**, St Louis v.48, n.3, p.349-351, Sept. 1982.

BARGHI, N.; BERRY, T. G. Effect of heat treatment of silanated porcelain on bonding. **J. Dent. Res.**, Washington, v.73, Spec Issue, p.319 (abstract#1738), Mar. 1994.

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

BARGHI, N. To silanate or not to silanate: making a clinical decision. **Compend. Contin. Educ. Dent.**, Jamesburg, v.21, n.8, p.659-664, Aug. 2000.

---

<sup>2</sup> Baseada na NBR 6023 de ago/2000 da ABNT

- BARGHI, N.; NGUYEN, R. For weeks efficacy of a two-mix silane coupling agent. **J. Dent. Res.**, Washington, v.80, Spec Issue, p.102 (abstract #529), Jan. 2001.
- BECK, D. A.; JANUS, C. E.; DOUGLAS, H. B. Shear bond strength of a composite resin porcelain repair material bonded to metal and porcelain. **J. Prosthet. Dent.**, St. Louis, v.64, n.5, p.529-533, Nov. 1990.
- BERTOLINI, J. C. Hydrofluoric acid: a review of toxicity. **J. Emerg. Med.**, Washington, v.10, n.2, p.163-168, Mar-Apr 1992.
- BOWEN, R. L. Proprieties of a silica-reinforced polymer for dental restorations. **J. Am. Dent. Assoc.**, Chicago, v.66, n.3, p.57-66, Jan. 1963.
- BUONOCORE, M. G. A simple method of increasing the adhesion of acrylic filling materials to enamel surfaces. **J. Dent. Res.**, Washington, v.34, n.12, p.849-853, Dec.1955.
- BUONOCORE, M. G. Principles of adhesive retention and adhesive restorative materials. **J. Am. Dent. Assoc.**, Chicago, v.67, n.9, p.382-391, Sept. 1963.
- BURKE, F. J. T.; QUALTROUGH, A. J. E.; WILSON, N. H. F. A retrospective evaluation of a series of dentin-bonded ceramic crowns. **Quintessence Int.**, Berlin, v.29,n.2, p.103-106, Feb.1998.
- CALAMIA, P. R.; SIMONSEN, R. J. Effect of Coupling agents on bond strength of etched porcelain. **J. Dent. Res.**, Washington, v.63, Spec Issue, p.179, (abstract #79), Mar. 1984.
- CALAMIA, J. R. et al. Shear bond strength of etched porcelains. **J. Dent. Res.**, Washington, v.64, Spec Issue, p.296 (abstract #1096), Mar. 1985,
- CALAMIA, J. R. et al. Shear bond strength between acid-etched Dicor and composite resin. **J. Dent. Res.**, Washington, v.65, Spec Issue, p.828 (abstract #925), Mar. 1986
- CANAY, S.; HERSEK, N.; ERTAN, A. Effect of different acid treatment on porcelain surface. **J. Oral Rehab.**, Oxford, v.28, n.1, p.95-101, Jan. 2001
- CARDOSO, P. E. C.; BRAGA, R. R.; CARRILHO, M. R. O. Evaluation of micro-tensile, shear and tensile tests determining the bond strength of three adhesive systems. **Dent. Mater.**, Kidlington, v.14, n.6, p.394-398, Nov. 1998.
- 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.
- CHANG, J. C. et al. Tensile bond strengths of dual-cured cements between a glass-ceramic and enamel. **J. Prosthet. Dent.**, St. Louis v.79, n.5, p.503-507, May 1998.
- CHEN, T. M.; BRAUER, G. M. Solvent effects on bonding organo-silane to silica surfaces. **J. Dent. Res.**, Washington, v.6, n.12, p.1439-1443, Dec. 1982.
- CHEN, J. H.; MATSUMURA, H.; ATSUTA, M. Effect of different etching periods on the bond strength of a composite resin to a machinable porcelain. **J. Dent.**, Guildford, v.26, n.1, p.53-58, Jan. 1998a.

- CHEN, J. H.; MATSUMURA, H.; ATSUTA, M. Effect of etchant etching period and silane priming on bond strength to porcelain of composite resin. **Oper. Dent.**, Seattle, v.23, n.5, p.250-257, Sept/Oct. 1998b.
- CULLER, S. R.; KRUEGER, D. D.; JOOS, R. W. Investigations of silane priming solutions to repair porcelain crowns. **J. Dent. Res.**, Washington, v.65, Spec Issue, p.191, (abstract #193), Mar 1986.
- DELLA BONA, A.; VAN NOORT, R. Shear vs. Tensile bond strength of resin composite bonded to ceramic. **J. Dent. Res.**, Washington, v.74, n.9, p.1591-1596, Sept. 1995.
- 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.; ANUSAVICE, K. J.; SHEN, C. Microtensile strength of composite bonded to hot-pressed ceramics. **J. Adhesive Dent.**, Berlin, v.2, n.4, p.305-313, Winter 2000.
- DIAZ-ARNOLD, A. M.; SCHNEIDER, R. L.; AQUILINO, S. A. bond strength of intraoral porcelain repair materials. **J. Prosthet. Dent.**, St. Louis, v.61, n.3, p.305-309, Mar. 1989.
- DIAZ-ARNOLD, A. M.; VARGAS, M. A.; HASELTON, D. R. Current status of luting agents for fixed prosthodontics. **J. Prosthet. Dent.**, St. Louis, v.81, n.2, p.135-141, Feb.1999.
- DIETSCHI, D. et al. In vitro resistance to fracture of porcelain inlays bonded to tooth. **Quintessence Int.**, Berlin, v.21, n.10, p.823-831, Oct. 1990.
- ESTAFAN, D. et al. Effect of prebonding procedures on shear bond strength of resin composite to pressable ceramic. **Gen. Dent.**, Chicago, v.48, n.4, p.412-416, Jul-Aug. 2000.
- FARAG, J. H.; ANTONSON, S. A.; ANUSAVICE, K. J. Interfacial zone fracture patterns for bonded composite-Empress 2 Ceramic Chevron Notch specimens. **J. Dent. Res.**, Washington, v.79, Spec Issue, p.437 (abstract #2345), Apr. 2000.
- FRADEANI, M.; BARDUCCI, G. Lithium disilicate glass-ceramic restorations: Indications and guidelines. **Quintessence Dent. Technol.**, Berlin, v.23, p.51-60, 2000.
- GREGORY, W. A.; HAGEN, C. A.; POWERS, J. M. Composite resin repair of porcelain using different bonding materials. **Oper. Dent.**, Seattle, v.13, n.3, p.114-118, Summer 1988.
- GROTEN, M.; PROBSTER, L. The influence of different cementation modes on the fracture resistance of feldspathic ceramic crown. **Int. J. Prosthodont.**, Berlin, v.10, n.2, p.169-177, Mar./Apr. 1997.
- HEINTZE, S. D. Bridges made of all-ceramic materials (IPS Empress 2). Indications, clinical aspects, prognosis. **Ivoclar-Vivadent Report**, Schaan, n.12, p.3-10, Dec. 1998.
- HAYAKAWA, T. et al. The influence of surface conditions and silane agents on the bond of resin to dental porcelain. **Dent. Mater.**, Kidlington, v.8, n.4, p.238-240, July 1992.
- HIGHTON, R. M.; CAPUTO, A. A.; MATYAS, J. Effectiveness of porcelain repair system. **J. Prosthet. Dent.**, St Louis, v.42, n.3, p.292-294, Sept. 1979.

- HÖLAND, W. Materials science fundamentals of the IPS Empress 2 glass-ceramic. **Ivoclar-Vivadent Report**, Schaan, n.12, p.3-10, Dec. 1998.
- HORN, H. R. Porcelain laminate veneers bonded to etched enamel. **Dent. Clin. North Am.**, St Louis, v.27, n.4, p.671-685, Oct.1983.
- HSU, C. S.; STANGEL, I.; NATHANSON, D. Shear bond strength of resin to etched porcelain. **J. Dent. Res.**, Washington, v.64, Spec Issue, p.296, (abstract #1095), Mar. 1985.
- JARDEL, V. et al. Correlation of topography to bond strength of etched ceramic. **Int. J. Prosthodont.**, Berlin, v.12, n.1, p.59-64, Jan-Feb. 1999a.
- JARDEL, V. et al. Surface energy of etched ceramic. **Int. J. Prosthodont.**, Berlin, v.12, n.5, p.415-418, May 1999b.
- KAMADA, K.; YOSHIDA, K.; ATSUTA, M. Effect of ceramic surface treatment on the bond of four resin luting agents to a ceramic material. **J. Prosthet. Dent.**, St. Louis, v.79, n.5, p.508-513, May 1998.
- KAO, W. F. et al. Ingestion of low-concentration hydrofluoric acid: an insidious and potentially fatal poisoning. **Ann. Emerg. Med.**, Dallas, v.34, n.1, p.35-41, July 1999.
- KATO, H. et al. Bond strength and durability of porcelain bonding system. **J. Prosthet. Dent.**, St. Louis, v.75, n.2, p.163-168, Feb. 1996.
- KATO, H.; MATSUMURA, H.; ATSUTA, M. Effect of etching and sandblasting on bond strength to sintered porcelain of unfilled resin. **J. Oral Rehab.**, Oxford, v.27, n.2, p.103-110, Feb. 2000.
- KATO, H. et al. Improved bonding of adhesive resin sintered porcelain with the combination of acid etching and two-liquid silane conditioner. **J. Oral Rehab.**, Oxford, V.28, n.1, p.102-108, Jan. 2001.
- KUPIEC, K. A. et al. Evaluation of porcelain surface treatments and agents for composite-to-porcelain repair. **J. Prosthet. Dent.**, St. Louis, v.76, n.2, p.119-124, Aug. 1996.
- KREJCI, I.; LUTZ, F.; REIMER, M. Marginal adaptation and fit of adhesive ceramic inlays. **J. Dent.**, Guildford, v.21, n.1, p.39-46, Jan. 1993.
- 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, Sept. 1988.
- 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 Rehab.**, Oxford, v.26, n.2, p.130-137, Feb. 1999.
- LOPES, G. C. et al. Resistência de união de diferentes sistemas cerâmicos. **Pesqui. Odontol. Bras.**, São Paulo, v.15, Suplemento, 2001.
- LU, R. et al. An investigation of the composite resin/porcelain interface. **Aust. Dent. J.**, Sidney, v.37, n.1, p.12-19, Feb. 1992.

- MCLAREN, E. A. All-ceramic alternatives to conventional metal-ceramic restorations. **Compend. Contin. Educ. Dent.**, Jamesburg, v.19, n.3, p.307-325, Mar. 1998
- MALAMENT, K. A.; SOCRANSKY, S. S. Survival of Dicor glass-ceramic dental restorations over 14 years: Part I. Survival of Dicor complete coverage restorations and effect of internal surface acid etching, tooth position, gender, and age. **J. Prosthet. Dent.**, St. Louis, v.81, n.1, p.23-32, Jan. 1999.
- MATSUMURA, H. et al. new porcelain repair system with a silane coupler ferric chloride, and adhesive opaque resin. **J. Dent. Res.**, Washington, v.65, n.5, p.813-818, May 1989.
- MATSUMURA, H.; KATO, H.; ATSUTA, M. Shear bond strength to feldspathic porcelain of two luting cements in combination with three surface treatments. **J. Prosthet. Dent.**, St. Louis, v.78, n.5, p.511-517, Nov. 1997.
- MYERSON, R. L. Effects of silane bonding of acrylic resins to porcelain on porcelain structure. **J. Am. Dent. Assoc.**, Chicago, v.78, n.1, p.113-119, Jan. 1969.
- NEWBURG, R.; PAMEIJER, C. H. Composite resins bonded to porcelain with silane solutions. **J. Am. Dent. Assoc.**, Chicago, v.96, n.2, p.288-291, Feb. 1978.
- NICHOLLS, J. I. Tensile bond of resin cements to porcelain veneers. **J. Prosthet. Dent.**, St. Louis, v.60, n.4, p.443-447, Oct. 1988.
- O'BRIEN, W. J.; BOENKE, K. M.; WAGNER, W. C. Properties of a heat pressed lithium disilicate glass-ceramic. **J. Dent. Res.**, Washington, v.79, Spec Issue, p.179 (abstract #286), Apr. 2000.
- ÖZDEN, N. A.; AKALTAN, F.; CAN, G. Effect of surface treatments of porcelain on the shear bond strength of applied dual-cured cement. **J Prosthet Dent.**, St. Louis, v.72, n.1, p.85-88, July 1994.
- PAMEIJER, C. H.; LOUW, N. P.; FISCHER, D. Repairing fractured porcelain: how surface preparation affects shear force resistance. **J. Am. Dent. Assoc.**, Chicago, v.127, n.2, p.203-209, Feb. 1996.
- PAFFENBARGER, G. C.; SWEENEY, W. T.; BOWEN, R. L. Bonding porcelain teeth to acrylic resin denture bases. **J. Am. Dent Assoc.**, Chicago, v.74, n.5, p.1018-1023, Apr. 1967.
- PASHLEY, D. H.; et al. The microtensile bond test: a review. **J. Adhesive Dent.**, Berlin, v.1, n.4, p.299-309, Winter 1999.
- PEUMANS, M. et al. Porcelain veneers bonded to tooth structure: an ultra-morphological FE-SEM examination of the adhesive interface. **Den. Mater.**, Kidlington, v.15, n.2, p.105-119, Mar. 1999.
- PHRUKKANON, S.; BURROW, M. F.; TYAS, M. J. The influence of cross-sectional shape and surface area on the microtensile bond test. **Dent. Mater.**, Kidlington, v.14, n.2, p.212-221, June 1998.

PICARD, B.; JARDEL, V.; TIRLET, G. Ceramic bonding: Reliability .In: DEGRANGE, M.; ROULET, J.-F. **Minimally Invasive Restorations with Bonding**. Chicago, Quintessence Books, 1997. 274p. p.99-124.

PLUDDMANN, E. P. Adhesion through silane-coupling agents. **J. Adhes.**, Kidlington, v.2, n.2, p.184-194, Mar. 1970.

ROSENBLUM, M. A.; SCHULMAN, A. A review of all-ceramic restorations. **J. Am. Dent. Assoc.**, Chicago, v.128, n.3, p.298-307, Mar. 1997.

ROULET, J. E.; SÖDERHOLM, K. J. M.; LONGMATE, J. Effects of treatment and storage conditions on ceramic/composite bond strength. **J. Dent. Res.**, Washington, v.74, n.1, p.381-387, Jan. 1995.

RUEGGERBERG, F. A.; CAUGHMAN, W. F.; CURTIS, J. W. Effect of light intensity and exposure duration on cure of resin composite. **Oper. Dent.**, Seattle, v.19, n.1, p.26-32, Jan-Feb. 1994.

SANO, H. et al. Relationship between surface area for adhesion and tensile bond strength. Evaluation of a micro-tensile bond test. **Dent. Mater.**, Kidlington, v.10, n.7, p.136-240, July 1994.

SCHÄFFER, H.; ZOBLER, C. Complete restoration with resin bonded inlays. **Quintessence Int.**, Berlin, v.22, n.2, p.87-93, Feb. 1991.

SCHREINER, R. F. et al. Microtensile testing of dentin adhesives. **Dent. Mater.**, Kidlington, v.14, n.6, p.194-201, June 1998.

SEMMELMAN, J. O.; KULP, P. R. Silane bonding porcelain teeth to acrylic. **J. Am. Dent. Assoc.**, Chicago, v.76, n.1, p.69-73, Jan. 1968.

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.2, p.699-705, Sept. 1998.

SIMONSEN, R. J.; CALAMIA, J. R. Tensile bond strength to etched porcelain. **J. Dent. Res.**, Washington, v.62, Spec Issue, p.297 (abstract #1154), Mar. 1983.

SÖDERHOLM, K.-J. M.; SHANG, S.-W. Molecular orientation of silane at the surface of colloidal silica. **J. Dent. Res.**, Washington, v.72, n.6, p.1050-1054, June 1993.

SORENSEN, J. A.; KANG, S. K.; AVERA, S. P. Porcelain-composite interface microleakage with various porcelain interface treatments. **Dent. Mater.**, Kidlington, v.7, n.2, p.118-123, Apr. 1991.

STACEY, G. D. A shear stress analysis of the bonding of porcelain veneers to enamel. **J. Prosthet Dent.**, St. Louis, v.70, n.5, p.395-402, Nov. 1993.

STANGEL, I.; NATHANSON, D.; HSU, C. S. Shear strength of the composite bond to etched porcelain. **J. Dent. Res.**, Washington, v.66, n.9, p.1460-1465, Sept. 1987.

STEWART, G. P.; JAIN, P. Effect of surface treatments on bonding of porcelain. **J. Dent. Res.**, Washington, v.79, Spec Issue, p.282 (abstract #1108), Apr. 2000.

SULIMAN, A. H. A.; SWIFT, E. J.; PERDIGÃO, J. Effects of surface treatment and bonding agents on bond strength of composite resin to porcelain. **J. Prosthet. Dent.**, St. Louis, v.70, n.2, p.118-120, Aug. 1993.

SWIFT, E. J.; PERDIGÃO, J.; HEYMANN, H. O. Bonding to enamel and dentin: a brief history and state of the art, 1995. **Quintessence Int.**, Berlin, v.26, n.2, p.95-110, Feb. 1995.

SZEP, S. et al. In vitro dentinal surface reaction of 9,5% buffered hydrofluoric acid in repair of ceramic restorations: A scanning electron microscopic investigation. **J. Prosthet. Dent.**, St. Louis, v.83, n.6, p. 668-674, June 2000.

THURMOND, J. W.; BARKMEIER, W. W.; WILWERDING, T. M. Effect of porcelain surface treatment on bond strengths of composite resin bonded to porcelain. **J. Prosthet. Dent.**, St. Louis, v.72,n.4, p.355-359, Oct.1994.

TJAN, A. H. L.; NEMETZ, H. A comparison of the shear bond strength between two composite resins and two etched ceramic materials. **Int. J. Period.**, Berlin, v.1, n.1, p.73-79, Jul-Aug. 1988.

TYLKA, D. F.; STEWART, G. P. Comparison of acidulated phosphate fluoride gel and hydrofluoric acid etchants for porcelain-composite repair. **J. Prosthet. Dent.**, St. Louis v.72, n.2, p.121-127, Aug. 1994.

UCTASLI, S. Repair strength of heat-pressed ceramics. **J. Oral Rehab.**, Oxford, v.23, n.2, p.139-142, Feb. 1996.

YEN, T-W.; BLACKMAN, R. B.; BAEZ, R. J. Effect of acid etching on the flexural strength of a feldspathic porcelain and a castable glass ceramic. **J. Prosthet. Dent.**, St. Louis, v.70, n.3, p.224-133, Sept. 1993.

VAN DIJKEN, J. W. V. All-ceramic restorations: classification and clinical evaluations. **Compend. Contin. Educ. Dent.**, Jamesburg, v.20, n.12, p.115-1134, Dec. 1999.

VAN MEERBEEK, B. et al. Morphological aspect of the resin dentin inter diffusion zone with different dentin adhesive systems. **J. Dent. Res.**, Washington, v.71, n.8, p.1530-1540, Aug. 1992.

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

WOLF, D. M.; POWERS, J. M.; O'KEEFE, K. L. Bond strength of composite to porcelain treated with new porcelain repair agents. **Dent. Mater.**, Kidlington, v.8, n.3, p.158-161, May 1992.

## **ANEXOS**

## ANEXO 1

Grupo 1 (ácido + silano + bond + Z250). Valores em Newton (N), MegaPascal (MPa), área e medida dos lados de cada corpo de prova.

<b>Espécimes</b>	<b>N</b>	<b>Mpa</b>	<b>Área</b>	<b>Medida</b>	<b>Medida</b>
1	46,3	52,6136	0,88	1,00	0,88
2	57,9	54,8295	1,056	1,20	0,88
3	71,9	51,3571	1,40	1,25	1,12
4	49	64,0522	0,765	0,85	0,90
5	41,7	48,7719	0,855	0,95	0,90
6	52,9	82,6562	0,64	0,80	0,80
7	47,5	45,8937	1,035	1,15	0,90
8	46,1	60,2614	0,765	0,90	0,85
9	45,3	59,2156	0,765	0,90	0,85
10	48,9	44,6330	1,095	0,83	1,32
11	37,5	49,0196	0,765	0,90	0,85
12	42,4	55,4248	0,765	0,90	0,85
13	60,6	77,7920	0,779	0,82	0,95
14	42,6	53,7878	0,792	0,90	0,88
15	46,4	60,6535	0,765	0,90	0,85
16	62,6	65,2083	0,96	0,80	1,20
17	37,7	49,2810	0,765	0,85	0,90
18	36,3	47,4509	0,765	0,85	0,90

## ANEXO 2

Grupo 2 (silano + bond + Z250). Valores em Newton (N), MegaPascal (MPa), área e medida dos lados de cada corpo de prova.

<b>Espécimes</b>	<b>N</b>	<b>Mpa</b>	<b>Área</b>	<b>Medida</b>	<b>Medida</b>
1	42,6	47,7310	0,8925	0,85	1,05
2	43,8	49,0756	0,8925	0,85	1,05
3	44,3	57,9085	0,765	0,85	0,90
4	45,3	45,7575	0,99	0,90	1,10
5	41,9	40,0956	1,045	0,95	1,10
6	51,0	63,1578	0,807	0,95	0,85
7	44,6	63,3522	0,704	0,80	0,88
8	36,3	41,25	0,88	0,80	1,10
9	45,6	50,6666	0,90	0,90	1,00
10	39,7	50,1262	0,792	0,88	0,90
11	50,6	59,1812	0,855	0,95	0,90
12	21,6	23,9335	0,9025	0,95	0,95
13	21,8	25,4970	0,855	0,90	0,95
14	26,3	32,4691	0,81	0,90	0,90
15	35,7	38,8043	0,92	1,15	0,80
16	56,3	56,9261	0,989	1,15	0,86
17	47,5	50,2645	0,945	1,05	0,90
18	43,0	32,5757	1,32	1,20	1,10
19	48,5	36,6729	1,3225	1,15	1,15
21	36,6	45,1851	0,81	0,90	0,90
22	26,6	32,1256	0,828	0,92	0,90

### ANEXO 3

Anexo 3 - Grupo 3 (ácido HF + bond + Z250). Valores em Newton (N), MegaPascal (MPa), área e medida dos lados de cada corpo de prova.

<b>Espécimes</b>	<b>N</b>	<b>Mpa</b>	<b>Área</b>	<b>Medida</b>	<b>Medida</b>
1	29,6	39,5721	0,748	0,85	0,88
2	32,5	41,2698	0,787	0,75	1,05
3	38,6	48,25	0,80	0,80	1,00
4	24,2	38,4127	0,63	0,70	0,90
5	31,9	43,2249	0,738	0,82	0,90
6	19,4	20,0413	0,968	0,88	1,10
7	27,8	29,2508	0,950	0,88	1,08
8	23,7	27,4814	0,862	0,88	0,98
9	32,4	32,4812	0,997	0,95	1,05
10	27,7	43,2812	0,64	0,80	0,80
11	33,7	47,8693	0,704	0,80	0,88
12	27,1	37,5086	0,722	0,85	0,85
13	27,9	36,0278	0,774	0,88	0,88
14	17	24,9084	0,682	1,05	0,65
15	27,3	28,0864	0,972	0,90	1,08
17	37,4	39,5767	0,945	1,05	0,90
18	30,8	30,8	1,00	1,00	1,00
19	41,5	42,8719	0,968	1,10	0,88
20	22,9	24,2328	0,945	1,05	0,90
21	34,9	30,4139	1,147	0,85	1,35
22	34,7	33,3653	1,04	0,80	1,30
23	40,4	34,5299	1,17	0,90	1,30