BRUNO LOPES DA SILVEIRA

**AVALIAÇÃO IN VITRO DA RESISTÊNCIA ADESIVA E
DEGRADAÇÃO DA INTERFACE DE UNIÃO ENTRE CIMENTOS
RESINOSOS E UMA CERÂMICA ALUMINIZADA TRATADA
INTERNAMENTE COM LASER**

São Paulo

2008

Bruno Lopes da Silveira

**Avaliação in vitro da resistência adesiva e degradação da interface
de união entre cimentos resinosos e uma cerâmica aluminizada
tratada internamente com laser**

Tese apresentada à Faculdade de
Odontologia da Universidade de São Paulo,
para obter o título de Doutor, pelo Programa
de Pós-Graduação em Odontologia.

Área de Concentração: Dentística

Orientador: Prof. Dr. Carlos de Paula Eduardo

São Paulo

2008

Catálogo-na-Publicação
Serviço de Documentação Odontológica
Faculdade de Odontologia da Universidade de São Paulo

Silveira, Bruno Lopes da

Avaliação *in vitro* da resistência adesiva e degradação da interface de união entre cimentos resinosos e uma cerâmica aluminizada tratada internamente com laser / Bruno Lopes da Silveira ; orientador Carlos de Paula Eduardo. -- São Paulo, 2008.

79p. : fig., tab.; 30 cm.

Tese (Doutorado - Programa de Pós-Graduação em Odontologia. Área de Concentração: Dentística) -- Faculdade de Odontologia da Universidade de São Paulo.

1. Cerâmica – Superfície interna – Tratamento 2. Cimento resinoso –
Adesão 3. Dentística

CDD 617.675
BLACK D2

AUTORIZO A REPRODUÇÃO E DIVULGAÇÃO TOTAL OU PARCIAL DESTE TRABALHO, POR QUALQUER MEIO CONVENCIONAL OU ELETRÔNICO, PARA FINS DE ESTUDO E PESQUISA, DESDE QUE CITADA A FONTE E COMUNICADA AO AUTOR A REFERÊNCIA DA CITAÇÃO.

São Paulo, ____/____/____

Assinatura:

E-mail:

FOLHA DE APROVAÇÃO

Silveira BL. Avaliação in vitro da resistência adesiva e degradação da interface de união entre cimentos resinosos e uma cerâmica aluminizada tratada internamente com laser [Tese de Doutorado]. São Paulo: Faculdade de Odontologia da USP; 2008.

São Paulo, ____/____/2008.

Banca Examinadora

1) Prof(a). Dr(a). _____

Titulação: _____

Julgamento: _____ Assinatura: _____

2) Prof(a). Dr(a). _____

Titulação: _____

Julgamento: _____ Assinatura: _____

3) Prof(a). Dr(a). _____

Titulação: _____

Julgamento: _____ Assinatura: _____

4) Prof(a). Dr(a). _____

Titulação: _____

Julgamento: _____ Assinatura: _____

5) Prof(a). Dr(a). _____

Titulação: _____

Julgamento: _____ Assinatura: _____

AGRADECIMENTOS

À minha família:

À minha namorada, companheira e esposa Marcela Marquezan, pelo amor, incentivo e compreensão nesta etapa de nossas vidas.

Ao meu pai Hélio Vaner Leal da Silveira e à minha mãe Maria Lopes da Silveira, pelo exemplo de vida.

Ao meu irmão Marner Lopes da Silveira e à minha cunhada Caren Santos da Silveira, pelo suporte familiar e estímulo na busca de um mundo diferente e melhor.

À minha irmã Márcia Lopes da Silveira e ao meu cunhado Aquiles Amparo da Silva, pela acolhida em São Paulo e pelo carinho.

A Ana Luiza e André Luiz, por me fazer muito mais feliz e valorizar os momentos mais simples da vida.

À minha segunda família Reinoldo, Lorena, Mariana e Mirela Marquezan, pelo apoio e aposta nos meus ideais de vida.

Aos professores da PUCRS:

Ao Prof. Dr. Luiz Henrique Burnett Jr, pelo apoio e incentivo em continuar no caminho acadêmico, e pela colaboração em laser que foi fundamental para trilhar este caminho na pós-graduação.

Aos professores da UFSM:

Ao Prof. Dr. Paulo Afonso Burmann, pelo constante apoio e exemplo docente.

Aos professores da USP:

Ao Prof. Dr. Carlos de Paula Eduardo, pela orientação acadêmica e visão imensurável da odontologia.

A Prof^a Dr^a Ana Cecília Aranha, pela troca de experiência e acolhida sincera.

A Prof^a Dr^a Patrícia Freitas, pelas orientações de vida e atenção dispensadas.

Aos professores da Universidade de Granada, Espanha:

Ao Prof Dr Manuel Toledano Perez e à Prof^a Dr^a Raquel Osorio, pela oportunidade de estágio de doutoramento realizado em Granada, Espanha.

Aos amigos:

Aos colegas de pós-graduação, pelas experiências trocadas, pela parceria nos momentos que passamos durante o doutorado.

A todas as pessoas que colaboraram direta ou indiretamente nesta caminhada.

Cada uma de vocês sabe sua importância

A DEKA (Itália) pela concessão do laser de Nd:YAG para a utilização na pesquisa, não havendo conflito de interesses.

A FAPESP, processo número 05/01918, pelo fomento desta pesquisa e deste pesquisador.

Silveira BL. Avaliação *in vitro* da resistência adesiva e degradação da interface de união entre cimentos resinosos e uma cerâmica aluminizada tratada internamente com laser [Tese de Doutorado]. São Paulo: Faculdade de Odontologia da USP; 2008.

RESUMO

O estudo teve o objetivo de avaliar a resistência adesiva e a degradação da interface entre uma cerâmica tratada com laser e cimentos resinosos. Sessenta e quatro blocos cerâmicos foram distribuídos em 16 grupos distribuídos de acordo com os fatores em estudo: tratamento da superfície interna da cerâmica: Oxido de Alumínio (Ox), Rocatec (R), Laser de Nd:YAG 141,54 J/cm² (Nd) e Laser de Nd:YAG + Rocatec (NdR); cimentos resinosos: Panavia F (Kuraray) e Relyx Unicem (3M ESPE); e método de envelhecimento: água destilada (W) e hipoclorito de sódio 10% (H). Após os procedimentos de cimentação e corte dos blocos, metade dos palitos foi armazenada em solução de hipoclorito de sódio 10% para simular envelhecimento *in vitro*. A resistência de união foi avaliada através do ensaio de microtração (0,5 mm/min) e os padrões de fratura foram classificados em adesivo, coesivo ou misto. Blocos cerâmicos adionciais foram confeccionados e analisados em Microscopia Eletrônica de Varredura e em Microscópio de Força Atômica para verificação dos padrões gerados pelos tratamentos. Os grupos tratados com laser de Nd:YAG apresentaram os maiores valores de resistência de união. Para os grupos cimentados com Panavia F, os valores de resistência de união foram: OxW: 27,71±6,3; RW: 35,67±5,13; NdW: 42,49±6,8; NdRW: 37,41±4,76; OxH: 22,27±6,05; RH: 27,49±8,83; NdH: 32,24±6,94; NdRH: 31,75±7,77. Para os grupos com RelyX Unicem: OxW: 26,74±6,34; RW: 35,07±6,02; NdW: 41,05±7,71; NdRW: 33,85±6,03; OxH: 22,77±7,37; RH: 27,84±6,26; NdH: 36,42±5,08; NdRH: 27,6±5,8. Pode-se concluir que o laser de Nd:YAG foi o tratamento mais efetivo, seguido da associação entre o laser de Nd:YAG+Rocatec, Rocatec e jateamento com Al₂O₃. Os cimentos testados apresentam comportamentos similares. O envelhecimento *in vitro* com hipoclorito de sódio diminuiu os valores de resistência de união.

Palavras-Chave: Cerâmica, Óxido de alumínio, Rocatec, Laser de Nd:YAG, Microtração, Hipoclorito de sódio

Silveira BL. In Vitro analysis of bond strength and degradation method between bond interface of aluminous ceramic and resin cements [Tese de Doutorado]. São Paulo: Faculdade de Odontologia da USP; 2008.

ABSTRACT

The aim of this study was to evaluate the influence of different surface treatments on resistance to degradation between In-Ceram Alumina and two resin-based cements. Sixteen experimental groups were formed according to ceramic treatment: Sandblasting (S), Rocatec System (R), Nd:YAG Laser (Nd), Nd:YAG Laser plus Rocatec System (NR); luting cement: Panavia F (Kuraray) or Relyx Unicem (3M ESPE); and aging method: water (W) or sodium hypochlorite (H). Sixty four In-Ceram Alumina blocks (10x10x6mm) received four surface treatments: Al₂O₃ sandblasting; Al₂O₃ sandblasting + Rocatec Plus; Al₂O₃ sandblasting + Nd:YAG Laser; Al₂O₃ sandblasting + Nd:YAG Laser + Rocatec Plus. Each conditioned ceramic block was bonded to a composite block using a resin cement system. After 24h storage time, the blocks were sectioned to obtain sticks with cross-sectional area of 1.0mm². The specimens were loaded to failure in a universal testing machine at a crosshead speed of 0.5mm/min. The fractured surface morphology of the debonded specimens was observed (40X) to evaluate the fracture pattern. Failure modes were classified as adhesive, cohesive in ceramic, cohesive in resin cement and mixed. The ceramic treatment and the aging method significantly affected the microtensile bond strength. Nd:YAG surface treatment resulted in the best bond strength values. To groups luted with Panavia F cement the microtensile bond strength values were: SW: 27,71±6,3; RW: 35,67±5,13; NdW: 42,49±6,8; NdRW: 37,41±4,76; SH: 22,27±6,05; RH: 27,49±8,83; NdH: 32,24±6,94; NdRH: 31,75±7,77. To groups luted with RelyX cement: SW: 26,74±6,34; RW: 35,07±6,02; NdW: 41,05±7,71; NdRW: 33,85±6,03; SH: 22,77±7,37; RH: 27,84±6,26; NdH: 36,42±5,08; NdRH: 27,6±5,8. Nd:YAG laser was the most effective surface treatment, followed by Nd:YAG+Rocatec, Rocatec and Al₂O₃ sandblasting. Resin cements presented similar behaviors in spite of aging. NaOCl 12h-immersion decreased Bond strength values.

Keywords: Ceramic, Aluminum oxide sandblasting, Rocatec, Nd:YAG laser, Microtensile test, Sodium hypochlorite

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 4.1 - Visão do corpo-de-prova fixado na matriz de tracionamento.....	49
Figura 5.1 - Médias de resistência de união para cada grupo em função do tratamento cerâmico, envelhecimento e cimento. Cores escuras: 24h; cores claras: envelhecidos em NaOCl 10%.....	54
Figura 5.2 - Superfície da cerâmica In-Ceram Alumina jateada com Óxido de Alumínio.....	55
Figura 5.3 - Superfície da cerâmica In-Ceram Alumina tratada com Rocatec	56
Figura 5.4 - Superfície da cerâmica In-Ceram Alumina irradiada com Laser de Nd:YAG.....	56
Figura 5.5 - Superfície da cerâmica In-Ceram Alumina irradiada com Laser de Nd:YAG + Rocatec	57
Figura 5.6 - AFM da In-Ceram Alumina jateada com Óxido de Alumínio	58
Figura 5.7 - AFM da In-Ceram Alumina jateada com Rocatec.....	59
Figura 5.8 - AFM da In-Ceram Alumina jateada com Laser de Nd:YAG	59
Figura 5.9 - AFM da In-Ceram Alumina jateada com Laser de Nd:YAG + Rocatec..	60
Figura 5.10 - Distribuição dos modos de falha para o ensaio de microtração	61
Quadro 4.1 - Materiais, composição, fabricante e modo de aplicação	43
Quadro 4.2 - Distribuição dos grupos experimentais.....	45

LISTA DE TABELAS

Tabela 5.1 - Resistência à microtração em função do tratamento, envelhecimento e cimento.	53
--	----

LISTA DE ABREVISTURAS E SIGLAS

AFM	Microscópio de Força Atômica
Bis-EMA	Bisfenol A – polietileno glicol dieter dimetacrilato
Bis-GMA	Bisfenol A – diglicidil éter dimetacrilato
Er:YAG	Cristais de Ítrio-alumínio-granada dotados com íons de Érbio
ISSO	International Organization for Standardization
MDP	10-metacriloxidecil di-hidrogenofosfato (monômeros fosfato)
MEV	Microscópio Eletrônico de Varredura
MO	Microscópio Óptico
Nd:YAG	Cristais de Ítrio-alumínio-granada dotados com íons de Neodímio
Panavia F	Panavia Fluoro Cement
UDMA	Uretano dimetacrilato
Mt	Ensaio de microtração
μ TBS	<i>Micro-tensile bond strength</i>
Ox	Óxido de Alumínio
R	Rocatec
NdR	Laser de Nd:YAG + Rocatec

LISTA DE SÍMBOLOS

°C	Graus Celsius
°C/min	Graus Celsius por minuto
Al	Alumínio
Al ₂ O ₃	Óxido de alumínio
bars	Quilograma força por centímetro quadrado
CaO	Óxido de Cálcio
cm ²	Centímetro quadrado
g	Gramas
h	Horas
Hz	Hertz
J/cm ²	Joules por centímetro quadrado
Kgf/cm ²	Quilograma força por centímetro quadrado
La ₂ O ₃	Óxido de Lantânio
LaAl ₂ O ₃ SiO ₂	Alumino-silicato de lantânio
mJ	Milijoules

mJ/p	Milijoule por pulso
mm	Milímetros
mm/min	Milímetros por minuto
mm ²	Milímetros quadrados
MPa	Mega-pascal
mW/cm ²	Mili-watt por centímetro quadrado
N	Newton
N	Número de corpos-de-prova
Nm	Nanômetros
RPM	Rotação por minuto
S	Segundos
s/cm ²	Segundos por centímetro quadrado
Si	Silício
SiO ₂	Óxido de silício
W	Watt
ZrO ₂	Óxido de Zircônio
μm	Micrometros

SUMÁRIO

	p.
1 INTRODUÇÃO	15
2 REVISÃO DA LITERATURA	18
3 PROPOSIÇÃO	40
4 MATERIAL E MÉTODOS.....	41
5 RESULTADOS	51
6 DISCUSSÃO	60
7 CONCLUSÕES	74
REFERÊNCIAS	75

1 INTRODUÇÃO

A união entre as cerâmicas aluminizadas ou com alto conteúdo de alumina e os cimentos odontológicos ainda apresentam limitações na prática clínica odontológica. O protocolo ideal para se conseguir longevidade desta união cerâmica/cimento ainda continua sendo investigado.

Sistemas cerâmicos cada vez mais resistentes têm sido desenvolvidos por infiltração de vidro nas cerâmicas aluminizadas (SEN et al., 2000; JEDYNAKIEWICZ; MARTIN, 2001), infra-estruturas cerâmicas com alta pureza de alumina (PAPE; PFEIFFER; MARX, 1991) e também infra-estruturas a base de dióxido de zircônio (KRAIVIXIEN-VONGPHANTUSET; PIETROBON; NATHANSON, 1992). Tudo isso para permitir altas performances dos sistemas cerâmicos. A cerâmica aluminizada com 82% em volume de alumina infiltrada por vidro (In-Ceram Alumina, Vita) provê suficiente resistência para coroas totais em dentes anteriores e posteriores (KERN; NEIKES; STRUB, 1991).

Entretanto, a In-Ceram Alumina não é passível de ser asperizada ou tratada com os métodos convencionais utilizados para o tratamento superficial de cerâmicas feldspáticas, como o ácido hidrofúorídrico (MICHIDA et al, 2003; SOARES et al., 2002). Isso porque esta cerâmica possui uma alta concentração de alumina e baixa concentração de sílica (KRAIVIXIEN-VONGPHANTUSET; PIETROBON; NATHANSON, 1992; PAPE; PFEIFFER; MARX, 1991). A sílica é o componente passível de ser atacado pelo ácido hidrofúorídrico, promovendo microrrugosidades e deixando a superfície da cerâmica reativa para a união química com os cimentos. Assim, a união química às cerâmicas com baixa concentração de

sílica continua sendo um desafio clínico. Esta união química é fundamental para a longevidade e estabilidade da união entre as cerâmicas e os cimentos.

Outrosim, a superfície interna das cerâmicas deve ser submetida a tratamentos capazes de preparar a superfície para a união micromecânica e química. Sistemas de tratamento cerâmico foram desenvolvidos na tentativa de melhorar a união promovendo rugosidades para potencializar a retenção micromecânica (AIDA; HAYAKAWA; MIZUKAWA, 1995; BORGES et al., 2005; KERN; NEIKES; STRUB, 1991; MADANI et al., 2000; SEN et al., 2000; SILVEIRA et al., 2005; SORENSEN et al., 1991). Diferentes sistemas foram desenvolvidos para melhorar a união entre cerâmicas e os cimentos resinosos, como o sistema Rocatec (KERN; THOMPSON, 1994a; NEIKES; KERN; STRUB, 1992). Silicoater MD (KERN; THOMPSON, 1994b), e PyrosilPen (JANDA et al., 2003). Tratamentos alternativos foram sugeridos com o uso do laser em altas intensidades. Li, Ren e Han (2000) sugeriram que o laser de Nd:YAG é capaz de alterar a superfície da cerâmica feldspática e promover uma adequada união aos cimentos resinosos. O laser de Nd:YAG foi testado para o tratamento da In-Ceram Alumina e é capaz de alterar micromorfologicamente a superfície da cerâmica melhorando a união adesiva (SILVEIRA et al., 2005). Assim, entende-se que a rugosidade gerada na superfície da cerâmica influencia na resistência de união.

A fixação de restaurações cerâmicas são realizadas preferencialmente pelo uso de cimentos resinosos (KERN; THOMPSON, 1994b; VALANDRO et al., 2007) devido a maior estabilidade da união entre o cimento e a cerâmica. A efetividade da união entre os materiais de fixação às superfícies em cerâmica tem sido avaliada por ensaios mecânicos de microtração (MICHIDA et al., 2003; SOARES, 2003).

Apesar dos cabíveis resultados imediatos encontrados pela literatura vigente, muitos métodos foram empregados para simular situações clínicas onde as restaurações sejam desafiadas, por exemplo, a ciclagem mecânica (PNEUMAS et al., 2007), a termociclagem (VALANDRO et al., 2007) e o armazenamento em água (HUMELL; KERN, 2004). Entretanto, é crítica a análise em laboratório destas condições que visam testar a longevidade da união devido ao grande número de fatores envolvidos no processo de degradação e também devido ao comportamento dinâmico da biologia do meio oral (OSORIO et al., 2005). A solução de hipoclorito de sódio tem um efeito proteolítico não específico capaz de remover os componentes orgânicos e tem sido um meio apropriado para analisar a longevidade das interfaces entre estrutura dental e biomateriais (YAMAMUTI et al., 2003), no entanto, esta solução ainda não foi investigada com relação a união entre cerâmica e cimento.

Portanto, este trabalho teve como objetivo avaliar diferentes métodos de tratamento da superfície interna da cerâmica In-Ceram Alumina e suas interferências na adesão dos cimentos resinosos a essas cerâmicas, contribuindo para uma literatura que ainda não esgotou o tema proposto.

2 REVISÃO DA LITERATURA

2.1 União às cerâmicas

Pape, Pfeiffer e Marx (1991) avaliaram a união da cerâmica de infraestrutura infiltrada de vidro In-Ceram Alumina (Vita) à superfície de esmalte vestibular de incisivos centrais usando o ensaio de cisalhamento. Foram confeccionados blocos (3 x 6 x 2 mm) desta cerâmica, sendo a superfície dos blocos condicionada com ácido fluorídrico por 2,5, 5, 10, 15 e 20 minutos. Os autores concluíram que os métodos de condicionamento propostos não foram suficientes para promover união aceitável entre a cerâmica In-Ceram e o esmalte dental.

A resistência à tração entre a cerâmica aluminizada infiltrada de vidro In-Ceram (Vita) e cimentos resinosos foi estudada por Kern, Neikes e Strub (1991). Foram confeccionados blocos da cerâmica, sendo realizados diferentes tratamentos de superfície, como o microjateamento com Al_2O_3 110 μm , sistema Rocatec (Espe), ácido sulfúrico 70% por 120s, associado com os cimentos resinosos Panavia EX (Kuraray) ou Microfil-Pontic (Heraeus-Kulzer). As amostras microjateadas e cimentadas com o cimento resinoso Panavia EX, que apresenta monômeros-fosfatados, obtiveram os maiores valores de resistência de união, sendo estáveis frente à termociclagem realizada. Das amostras unidas com o cimento resinoso Microfil-Pontic, aquelas silicatizadas com o sistema Rocatec apresentaram maiores valores de resistência de união, sendo que o tratamento com ácido sulfúrico a 70% não promoveu união estável.

Sorensen et al. (1991), avaliaram a resistência ao cisalhamento entre cerâmica e resina composta. Foram confeccionadas amostras de cerâmica feldspática, da cerâmica com médio conteúdo de alumina Vitadur-N (Vita), e da cerâmica com alto conteúdo de alumina Hi-Ceram (Vita), sendo assim tratadas: a) sem tratamento (controle); b) somente silano; c) ácido fluorídrico 20% por 3 minutos; d) ácido fluorídrico 20% por 3 minutos seguido de silano. O cimento resinoso foi aplicado com auxílio de uma matriz cilíndrica (diâmetro – 3,65 mm). Os espécimes foram armazenados por sete dias a 37°C e termociclados 1000 vezes entre 5°C e 55°C e submetidos ao ensaio mecânico. Os valores de resistência demonstraram a ineficácia da ação do ácido sobre a cerâmica com 30% de alumina Hi-Ceram, melhorando a resistência de união na cerâmica com 10% de alumina Vitadur-N. Os autores chegaram as seguintes conclusões: o ácido fluorídrico aumentou a resistência de união das cerâmicas feldspáticas e da cerâmica com médio conteúdo de alumina; as cerâmicas com alta quantidade de alumina foram resistentes ao condicionamento com ácido fluorídrico e o silano não proporcionou aumento na resistência de união.

Kraivixien-Vongphantuset, Pietrobon e Nathanson (1992), estudaram a influência dos tratamentos de superfície na resistência de união entre a cerâmica In-Ceram Alumina (Vita) e o cimento resinoso Dicor (MGC). Os tratamentos de superfície propostos foram o condicionamento com ácido fluorídrico por 5 minutos, seguido de agente silano; microjateamento e silano; sistema Rocatec (Espe). O tratamento com Rocatec proporcionou os maiores valores de resistência de união entre In-Ceram e cimento resinoso, quando comparado com os métodos tradicionais.

O efeito de tratamentos de superfície e agentes silanos sobre a resistência à tração entre um cimento resinoso a base de Bis-GMA e a cerâmica In-Ceram Alumina (Vita) foi avaliada por Neikes, Kern e Strub (1992). Foram confeccionados discos em cerâmica, que receberam tratamentos de superfície com microjateamento com Al_2O_3 110 μm , ou sistema Rocatec (Espe), ou sistema Silicoater MD (Heraeus Kulzer). Os discos cerâmicos foram unidos entre si com o cimento resinoso. Os corpos-de-prova foram subdivididos conforme o tempo de armazenagem (01, 30 e 150 dias) em saliva artificial a 37°C. Após a termociclagem (250 ciclos / 37°C - 5°C - 37°C - 55°C), os corpos-de-prova foram submetidos ao ensaio de tração. Os autores concluíram que somente o sistema Rocatec estabilizou a união cimento resinoso e cerâmica.

A análise química por espectroscopia para avaliar superficialmente a cerâmica In-Ceram Alumina (Vita) foi empregada por Kern e Thompson (1994a), com os seguintes tratamentos: Grupo 1 - abrasão com ponta diamantada; Grupo 2 - microjateamento com Al_2O_3 ; Grupo 3 - cobertura de sílica com o sistema Rocatec (Espe) - microjateamento com Al_2O_3 110 μm a 2,5 bars de pressão, 10,0 mm de distância (Rocatec-Pre), deposição de sílica pelo microjateamento com partículas de sílica Rocatec-Plus e aplicação de agente silano (Rocatec-Sil); Grupo 4 - deposição térmica de sílica - Silicoater MD (Heraeus Kulzer). Depois dos tratamentos, o agente silano foi aplicado em todas as amostras. Conforme a análise química por espectroscopia, as proporções sílica / alumina de cada tratamento foram as seguintes: Grupo 1 – 0,17; Grupo 2 – 0,07; Grupo 3 – 4,28; Grupo 4 – 5,61. Pelo fato do microjateamento ser constituído somente de partículas de alumina, a taxa de sílica na superfície foi insignificante. Quando o silano foi aplicado, novas proporções foram registradas: Grupo 2 com silano – 0,13; Grupo 3 com silano – 2,66; Grupo 4

com silano – nada de alumina detectado. O decréscimo da relação Si/Al no Grupo 3 com silano em relação ao Grupo 3 sem silano sugeriu que o agente de união silano não se uniu à alumina, mas se concentrou sobre a camada de sílica depositada previamente (Rocatec-Plus). Estes achados explicam porque o microjateamento não tem proporcionado altas e estáveis resistências de união, assim como as obtidas pela deposição de sílica e silanização.

Kern e Thompson (1994b) estudaram a cerâmica de infra-estrutura infiltrada de vidro In-Ceram Alumina (Vita), que apresenta 82% em volume de alumina na composição, sendo indicada para confecção de coroas totais anteriores e posteriores e próteses fixas de três elementos para a região anterior. Os autores avaliaram o efeito dos sistemas Rocatec (Espe) e Silicoater MD (Heraeus-Kulzer) com relação à perda de volume da cerâmica, morfologia superficial e composição da superfície da cerâmica In-Ceram Alumina (Vita). A perda de volume pelo jateamento (110 µm, 2,5 bars, 14 segundos) realizado por estes sistemas foi 36 vezes menor para o In-Ceram comparado com a cerâmica IPS Empress (Ivoclar). O jateamento não alterou a composição superficial da cerâmica In-Ceram. Após a cobertura com o sistema Rocatec, uma camada de partículas de sílica permaneceu na superfície da cerâmica, elevando o conteúdo de sílica de 4,5% para 19,7 % em peso. O tratamento com o sistema Silicoater MD promoveu um menor conteúdo de sílica em comparação com o sistema Rocatec. A camada de sílica formada por estes sistemas foi diferente, tanto morfologicamente como em espessura, o que pode resultar em diferentes valores de resistência de união. A deposição de sílica, com o sistema Rocatec, aumentou efetivamente o conteúdo de sílica, promovendo uma base para os silanos aumentarem a adesão dos cimentos resinosos.

Kern e Thompson (1995) estudaram a durabilidade da adesão à cerâmica In-Ceram Alumina (Vita) frente a tratamentos da superfície da cerâmica e a termociclagem / armazenagem. Amostras da cerâmica receberam diferentes tratamentos de superfície: microjateamento com partículas de Al_2O_3 110 μm ; sistema Rocatec (Espe); sistema Silicoater MD (Heraeus-Kulzer). A cimentação de um cilindro com 3,3 mm de diâmetro e 15,0 mm de altura foi realizada com cimento resinoso a base de Bis-GMA ou cimento resinoso contendo monômeros fosfatados, como o Panavia EX (Kuraray) e Panavia 21 (Kuraray). Os corpos-de-prova foram dispostos em três subgrupos, conforme o tempo de armazenagem, a 37°C, e termociclagem entre 5°C e 55°C (TC): um dia sem TC; 30 dias com 7.500 TC; 150 dias com 37.500 TC, e sujeitos ao ensaio de tração. Os melhores resultados foram obtidos para as amostras cimentadas com os cimentos resinosos Panavia EX e Panavia 21, sendo os bons resultados atribuídos aos monômeros-fosfatos (MDP) contidos nestes cimentos. Os autores concluíram que a durabilidade da união à cerâmica In-Ceram Alumina somente foi obtida pela combinação da deposição de sílica (Rocatec) com cimentos resinosos a base de Bis-GMA, ou associando microjateamento de Al_2O_3 110 μm com cimento resinoso baseado em monômeros-fosfatados.

A resistência de união entre cimentos resinosos e a cerâmica In-Ceram (Vita) foi estudada por Isidor, Stokholm e Ravnholt (1995). Blocos da cerâmica receberam os seguintes tratamentos de superfície: a) microjateamento com Al_2O_3 50 μm ou 250 μm ; b) Silicoater MD (Heraeus Kulzer): condicionamento “a” + limpeza da superfície com Siliclean e secagem, aplicação de uma camada de Sililink (óxido de silício - SiO_2) submetida a temperatura programada pelo sistema e aplicação de silano Siliseal; c) ácido sulfúrico 70% por 2 minutos; d) abrasão com instrumentos

especiais antes da infiltração do vidro. Após, os blocos cerâmicos foram cimentados com cimento resinoso Twinlook (Heraeus Kulzer) a base de Bis-GMA, ou cimento resinoso Panavia EX (Kuraray) que contém monômeros-fosfatados. Os mais altos valores de resistência de união foram encontrados com os grupos Silicoater MD / Twinlook (23,9 MPa) e microjateamento com Al_2O_3 / Panavia EX (22,0 MPa). As amostras microjateadas com Al_2O_3 250 μm obtiveram maior resistência que as microjateadas com Al_2O_3 50 μm . Os autores concluíram que a resistência de união obtida com a cerâmica In-Ceram associada com Silicoater MD / Twinlook, ou com microjateamento com Al_2O_3 / Panavia EX foi similar à resistência de união conseguida com cerâmicas feldspáticas condicionadas com ácido fluorídrico e agente silano.

Aida, Hayakawa e Mizukawa (1995) avaliaram a resistência de união entre resina composta e cerâmica Laminabond Porcelain Masking (Shofu) empregando diferentes tratamentos de superfície: polimento; ácido fosfórico por 60s; ácido fluorídrico por 60s. Estes tratamentos foram associados ao emprego de três agentes silanos: solução experimental γ -methacryloxypropyl trimethoxysilane 2% (γ -MPTS/EtOH); Porcelain Liner M e Tokuro Ceramic Primer. Seguiu-se a aplicação do agente de união e resina composta, e execução do ensaio de cisalhamento. Os resultados mostraram que a resistência de união nas amostras silanizadas com Porcelain e Tokuro não foram influenciados pela ação do ácido, o qual contribuiu para aumento da resistência quando o silano γ -MPTS/EtOH foi usado. Portanto, para que esse último silano foi fundamental a retenção micro-mecânica gerada pelo ácido fluorídrico, o que não aconteceu nos outros dois silanos, que obtiveram alta resistência independente do ácido. Conforme estes resultados, os autores concluíram que a formação de uniões do tipo siloxanas contribuiu efetivamente para

a união entre cerâmica e resina composta, e que a maior rugosidade de superfície foi gerada pelo ácido fluorídrico.

O efeito dos tratamentos superficiais na resistência ao cisalhamento entre a cerâmica In-Ceram Alumina (Vita) e o cimento resinoso Panavia 21 (Kuraray) foi avaliado por Madani et al. (2000). Foram confeccionados blocos cilíndricos da cerâmica, sendo os mesmos acabados com lixas de granulação 120, 340, 600, 800 e 1.200 com irrigação permanente. Sobre estes blocos foram realizados diferentes tratamentos de superfície: condicionamento com ácido fluorídrico a 9,5% por 120 segundos; condicionamento com ácido fluorídrico a 5%; ou jateamento com partículas de óxido de alumínio de 50 μm (6 bars e 30 segundos). Todos os espécimes receberam aplicação de agente silano por 120 segundos previamente a cimentação com o cimento resinoso. O controle foi formado por blocos de cerâmica feldspática Vitadur Alpha (Vita) que foi tratada com ácido fluorídrico a 5% e silano. O maior valor médio de resistência de união foi obtido quando a In-Ceram Alumina foi jateada (22,35 MPa), seguido do condicionamento com ácido fluorídrico a 5% (18,03 MPa) e ácido fluorídrico a 9,5 % (14,65 MPa), sendo de 18,05 MPa a resistência de união para o grupo controle. Os autores concluíram que o uso do cimento Panavia 21 associado ao agente silano promoveu uma eficiente união entre a superfície da In-Ceram tratada com ácido fluorídrico a 5% ou jateada com partículas de óxido de alumínio.

Um tratamento alternativo para aumentar a adesão às superfícies das cerâmicas aluminizadas foi proposto por Sen et al. (2000). Essa técnica consiste no jateamento da superfície interna da cerâmica com partículas de diamante. Foram confeccionados discos de In-Ceram Alumina, sendo distribuídos em dois grupos com diferentes tratamentos de superfície: Grupo 1 - jateamento com partículas de Al_2O_3

com 50 µm; Grupo 2 - jateamento com partículas de diamante sintético com tamanho de 1 – 3 µm. Após lavagem por 10 minutos em ultrassom e secagem com jato de ar, os espécimes foram avaliados quanto a perda de volume. Os dois grupos foram redistribuídos em dois subgrupos, um para o cimento Panavia Ex (Kuraray) e outro para o cimento SuperBond (Sun Medical Co.) Sobre a superfície cerâmica foi confeccionado um cilindro de resina composta Charisma (Heraeus Kulzer) que foi fotopolimerizada por 60 segundos. Após a termociclagem, os corpos-de-prova foram submetidos ao ensaio de cisalhamento. Houve diferença significativa entre a rugosidade do Grupo 1 do Grupo 2, sendo que o jateamento com partículas de diamante promoveu rugosidade de 5 µm e, para o jateamento com Al₂O₃, rugosidade de 3 µm. Quanto aos cimentos, o Panavia EX promoveu mais altos valores de resistência ao cisalhamento que o cimento SuperBond. Os autores afirmam que, embora haja micro-retenção satisfatória com o jateamento com diamante, devido à alta perda de volume, a resistência da cerâmica In-Ceram deve ser estudada após o tratamento com partículas de diamante.

Jedynakiewicz e Martin (2001) descreveram que a reação química básica, entre agente silano e cerâmica, é obtida pela reação do γ-metacriloxipropiltrimetoxi-silano com óxido de silício. Para os autores, a silicatização de substratos consiste na deposição de camadas de óxido de silício sobre a superfície. Um agente silano bifuncional deve ser aplicado para promover união química com o óxido de silício (componente inorgânico) e com resinas (componente orgânico), pois o grupo metacrilato do silano está disponível para ligações cruzadas com o grupo metacrilato dos materiais resinosos. O processo de silicatização, segundo os autores, torna-se desnecessário em cerâmicas que já apresentam óxido de silício em sua estrutura química, como em cerâmicas feldspáticas e leucíticas.

O efeito do tratamento de superfície da cerâmica In-Ceram (Vita) na resistência ao cisalhamento com agentes cimentantes foi investigado por Ozcan, Alkumru e Gemalmaz (2001). Amostras da cerâmica foram confeccionadas e distribuídas em três grupos: Grupo 1 – ácido fluorídrico 5% / 90 segundos; Grupo 2 – microjateamento com Al_2O_3 110 μm por 14 segundos, sob 2,5 bars de pressão e a distância de 10,0 mm (Rocatec-Pre); Grupo 3 – sistema Rocatec (Espe). Cada grupo foi ainda subdividido em quatro categorias, de acordo com o agente cimentante: Panavia 21 (Kuraray), Dyract Cem (Dentsply), Variolink (Vivadent) e Sonocem (Espe). Os procedimentos adesivos foram realizados empregando um cilindro de teflon (5,0 mm de diâmetro e 5,0 mm de altura). O sistema adesivo e o cimento correspondente foram empregados. As amostras foram armazenadas por 24 horas (37°C), termocicladas (5°C – 55°C / 5000x) e submetidas ao ensaio de cisalhamento (1 mm/min). Os maiores valores foram obtidos com as amostras silicatizadas (sistema Rocatec). Dentro do Grupo 3 (Rocatec), as amostras cimentadas com Panavia 21, Variolink e Sonocem foram consideradas semelhantes e superiores aquelas unidas com Dyract. Os autores consideraram o sistema Rocatec como o tratamento que proporciona união mais confiável entre a cerâmica In-Ceram aos cimentos resinosos, em relação ao tratamento com ácido fluorídrico e ao microjateamento com Al_2O_3 .

Soares et al. (2002) avaliaram a resistência à microtração de um cimento resinoso à cerâmica In-Ceram Alumina (Vita). Foram confeccionados blocos cerâmicos e blocos de resina composta Clearfil APX (Kuraray) com dimensões de 6,0 mm X 6,0 mm X 5,0 mm. Os blocos foram divididos em três grupos conforme o tratamento superficial: Grupo 1 – microjateamento com Al_2O_3 110 μm ; Grupo 2 – Sistema Rocatec (Espe); Grupo 3 – Sistema CoJet (3M): jateamento com partículas

de sílica 30 μm (CoJet-Sand) + ESPE-Sil. Os blocos cerâmicos foram cimentados aos de resina composta com o cimento Panavia F (Kuraray), sob carga de 750 g / 10 minutos. As amostras foram armazenadas (água destilada / 37°C / 7 dias) e seccionadas em dois eixos, x e y, obtendo corpos-de-prova com $0,8 \pm 0,1 \text{ mm}^2$ de área adesiva ($n = 20$). Os corpos-de-prova foram fixados em dispositivo adaptado para o teste de microtração e tracionados com velocidade de 1 mm/min. em máquina de ensaio universal. A análise estatística mostrou que o tratamento com Rocatec (31,33 MPa) e Cojet (33,33 MPa) não diferiram entre si, sendo estatisticamente superiores ao microjateamento com Al_2O_3 (17,77 MPa).

No estudo de Friederich e Kern (2002) a maior durabilidade da união entre a cerâmica aluminizada densamente sinterizada Procera All Ceram (Nobel Biocare) e materiais resinosos ocorreu com o emprego do cimento resinoso Panavia 21 (Kuraray), que contém monômeros-fosfatados (MDP), associado ao jateamento da superfície da cerâmica. Todas as amostras deste grupo falharam de modo coesivo no cimento. Estes dados sugeriram que o cimento Panavia 21 pode apresentar união química a óxidos de alumínio por meio dos monômeros MDP. Já a deposição de sílica pelo sistema Rocatec (Espe) não gerou uma união estável com o cimento a base de Bis-GMA, sendo que a maioria das falhas de união foi do tipo adesiva.

Janda et al. (2003) avaliaram a resistência de união entre cimento resinoso e as cerâmicas Empress 2 (Ivoclar), In-Ceram Alumina (Vita), In-Ceram Zircônia (Vita) e Degussit Frialit (Frialit) empregando o sistema de tratamento de superfícies de cerâmicas PyrosilPen (SurA Instruments). Foram obtidas amostras de cada cerâmica com $2,0 \text{ cm}^2$. Cada material cerâmico foi dividido em três grupos de dez espécimes cada. Grupo 1 foi tratado com PyrosilPen por 2,5 segundos / cm^2 (s/ cm^2);

Grupo 2 por 5 s/cm²; e Grupo 3 por 10 s/cm². O grupo controle consistiu no condicionamento com ácido fluorídrico da cerâmica Empress II. Em seguida ao tratamento, o agente silano foi aplicado seguido do cimento resinoso Variolink II (Vivadent). Depois de 24 horas armazenados a seco, os espécimes foram termociclados em banho d'água com 5000 ciclos entre 5°C e 55°C antes do teste de resistência ao cisalhamento. Os melhores resultados foram obtidos com o PyrosilPen, por 5 s/cm². A análise em microscopia eletrônica de varredura indicou, para a cerâmica In-Ceram Alumina, 60% de falhas tipo adesiva e 40% de falhas do tipo coesiva em cimento.

Andreatta Filho et al. (2003) avaliaram o efeito da termociclagem na resistência adesiva entre cerâmica In-Ceram Alumina (Vita) e o cimento resinoso Panavia F (Kuraray). Para isso usaram blocos cerâmicos de 5,0 x 6,0 x 6,0 mm, sendo os mesmos acabados com lixas de granulação 120, 340, 600, 800 e 1.200 com irrigação constante. Uma das faces (6,0 x 6,0 mm) de cada bloco foi condicionada com Cojet-System (3M-Espe) e então cimentada, sob pressão de 750 g, com o cimento Panavia F. Uma face de mesma dimensão da resina composta Clearfil AP-X (Kuraray) foi obtida pela reprodução do bloco de cerâmica com um silicone por adição. O conjunto cerâmica / cimento / resina composta foi seccionado para a obtenção de palitos com área transversal de aproximadamente 1,0 mm², sendo os mesmos separados em 2 grupos (n = 10): Grupo 1 – armazenados por 7 dias em água deionizada a 36 ± 2°C; Grupo 2 – estes espécimes receberam 1500 ciclos de termociclagem em água entre 5°C e 55°C. Os corpos-de-prova foram fixados ao dispositivo de microtração com cianoacrilato, sendo o ensaio realizado em uma máquina de teste universal (EMIC) com velocidade de 0,5 mm/min. Não houve diferença estatisticamente significativa entre os resultados de resistência

adesiva nos espécimes armazenados por 7 dias (25,62 MPa) e termociclados (22,81 MPa).

A pesquisa de Borges et al. (2003) verificou o efeito de diferentes tratamentos de superfície na topografia das cerâmicas IPS Empress (Ivoclar), IPS Empress 2 (Ivoclar), Cergogold (Degussa), In-Ceram Alumina (Vita), In-Ceram Zirconia (Vita) e Procera All Ceram (Nobel Biocare). Cada cerâmica recebeu três tratamentos: Grupo 1 - sem tratamento adicional (grupo controle); Grupo 2 - jateamento com partículas de óxido de alumínio (50 μm); e Grupo 3 - ácido fluorídrico a 10% (20 segundos para IPS Empress 2; 60 segundos para IPS Empress e Cergogold; e 2 minutos para In-Ceram Alumina, In-Ceram Zirconia e Procera). Os autores relatam que o jateamento com Al_2O_3 nas superfícies da In-Ceram Alumina e In-Ceram Zirconia não modificou de forma significativa a topografia superficial, sendo semelhantes à superfície do grupo controle.

A proposta do estudo de Saygili e Sahmali (2003) foi avaliar a resistência de união entre os cimentos resinosos Panavia F (Kuraray) e Clearfil SE Bond (Kuraray) e as cerâmicas In-Ceram Alumina (Vita) e IPS Empress (Ivoclar) por meio do ensaio de cisalhamento. Para tanto confeccionaram cilindros (3,2 x 2,0 mm) dos materiais cimentantes sobre as superfícies das cerâmicas. Os tratamentos das superfícies cerâmicas foram as seguintes: Grupo 1 - sem tratamento adicional; Grupo 2 - asperização com pontas diamantadas; Grupo 3 - jateamento com Al_2O_3 com granulação de 50 μm ; Grupo 4 - condicionamento com ácido fluorídrico e jateamento com Al_2O_3 com granulação de 50 μm . Os resultados mostraram que, com o cimento Clearfil SE Bond, obtiveram-se os maiores valores de união (59,95 MPa) independentemente da cerâmica empregada. A média de resistência dos blocos de

In-Ceram cimentados com Panavia F foi de 25,89 MPa. E a cerâmica IPS Empress associada ao Panavia F obteve média de 10,31 MPa. Os autores observaram que a superfície das cerâmicas apresentou-se mais rugosa após o uso das pontas diamantadas. Os valores mais baixos foram encontrados com o tratamento com ácido fluorídrico. Ressaltaram também a importância da seleção criteriosa da técnica de tratamento da superfície associada ao agente de cimentação.

Por meio do ensaio de microtração, Soares (2003) estudou os sistemas de deposição de sílica Cojet (3M/Espe) e Rocatec (3M/Espe) na superfície cerâmica e comparou os resultados com jateamento de Al_2O_3 , considerando a união entre a cerâmica In-Ceram Alumina (Vita) e o cimento resinoso Panavia Fluoro Cement (Kuraray) que contém monômeros-fosfatados. Foram obtidos blocos cerâmicos e réplicas em resina composta, sendo essas cimentadas sobre os blocos cerâmicos. Após a cimentação, os blocos foram lavados com água e armazenados em água destilada a 37°C por sete dias. Por ocasião dos cortes, palitos com área de aproximadamente 0,6 mm² foram conseguidos. A resistência de união entre o cimento resinoso Panavia F e a cerâmica Procera AllCeram silicatizada pelos sistemas Rocatec ou Cojet foi maior que a resistência de união obtida com a cerâmica jateada com óxido de alumínio. Para os sistemas Rocatec e Cojet a predominância foi de falhas do tipo mista, mostrando áreas com remanescente de cimento e áreas com cerâmica exposta. Segundo o autor, uma maior resistência de união desses sistemas geraria uma falha direcionada ao cimento resinoso. Além disto, o autor relacionou áreas menores com uma melhor distribuição de tensões, indicando corpos-de-prova com área de 1,0 mm², devido à facilidade de obtenção e pela menor possibilidade do enfraquecimento do substrato.

Michida et al. (2003) avaliaram a resistência à microtração entre o cimento resinoso Panavia F (Kuraray) e a cerâmica In-Ceram Alumina (Vita) submetida a três tratamentos de superfície. Foram confeccionados 12 blocos da cerâmica e 12 blocos de resina composta Clearfil APX (Kuraray), ambos com dimensões de 6,0 mm x 6,0 mm x 5,0 mm. As superfícies dos blocos foram padronizadas com lixas d'água 600, 800 e 1200. Os blocos foram distribuídos em 3 grupos conforme os tratamentos de superfície: jateamento com Al_2O_3 100 μm ; sistema Rocatec (3M/Espe); sistema Cojet (3M/Espe). Após os tratamentos de superfície, os blocos cerâmicos foram cimentados aos de resina composta com o cimento resinoso sob carga de 750 g por 10 min. e fotopolimerizados por 40 segundos. O armazenamento dos espécimes foi à temperatura de 37°C durante 7 dias. Os conjuntos cerâmica / resina composta foram seccionados para a obtenção dos palitos com área de 0,6 mm² e 12,0 mm de comprimento. Os palitos foram fixados, com adesivo a base de cianoacrilato, ao dispositivo de microtração e submetidos à força de tração com velocidade de 0,5 mm/min na máquina de ensaio universal EMIC. O grupo tratado com Al_2O_3 apresentou os mais baixos valores de resistência de união (15,36 MPa), seguido do sistema Rocatec (30,98 MPa) e do sistema Cojet (31,25 MPa). Os tratamentos Rocatec e Cojet não diferiram estatisticamente entre si, porém ambos diferiram do tratamento com Al_2O_3 . Os autores concluíram que a resistência de união dos grupos em que a cerâmica foi silicatizada pelos sistemas Rocatec e Cojet foi maior do que o grupo tratado somente com Al_2O_3 . Os autores ainda afirmam, pela análise do modos de falha (classificados em adesiva, coesiva ou mista) em estereomicroscópio, que 100% das falhas foram do tipo adesiva na interface cimento resinoso / cerâmica.

Kiyan et al. (2007) estudaram a resistência à tração promovida por meio de diferentes tratamentos de superfície entre os sistemas In-Ceram Alumina (Vita) e

Empress 2 (Ivoclar) com o cimento resinoso RelyEX (3M). Foram confeccionadas amostras de cada sistema cerâmico, sendo distribuídas em três grupos ($n = 10$). Todos os grupos receberam um tratamento padrão pelo jateamento com óxido de alumínio 50 μm (Grupo 1). O Grupo 2 recebeu, após o procedimento padrão, jateamento com o sistema Rocatec (Espe); o Grupo 3 foi condicionado com ácido fluorídrico a 10% (2 minutos para a In-Ceram e 20 segundos a Empress 2). As superfícies tratadas receberam aplicação do agente silano e, na sequência, o cimento resinoso. As amostras foram armazenadas em água destilada a 37°C por 24 horas e termocicladas 1.100 vezes (5°C/55°C). Assim os espécimes foram levados a máquina de ensaio Instron, com velocidade de 0,5 mm/min. Para a cerâmica In-Ceram, os melhores resultados foram obtidos com o sistema Rocatec (20,40 MPa), com diferença significativa do grupo padrão (9,87 MPa), sendo que todos espécimes do grupo ácido falharam durante a termociclagem. Para a cerâmica Empress 2, o maior valor médio de resistência foi para o grupo que recebeu tratamento com ácido fluorídrico (14,49 MPa), também com diferença significativa quanto ao grupo padrão (12,01 MPa), sendo o tratamento com Rocatec o que proporcionou o menor valor.

2.2 Tratamento de substratos com Laser de Nd:YAG

O estudo de Li, Ren e Han (2000) avaliaram a resistência ao cisalhamento de resinas compostas unidas a superfície de cerâmica fedspática tratadas com laser Nd:YAG e com ácido fluorídrico a 8%. As amostras em cerâmica foram divididas em quatro grupos: Grupo 1 - condicionamento com ácido fluorídrico por 3 minutos;

Grupo 2, 3 e 4 - irradiação com laser de Nd:YAG por 1 minuto com três parâmetros de energia: 15 Hz, 40 mJ, 0,6 W; 15 Hz, 60 mJ, 0,9 W; e 15 Hz, 80 mJ, 1,2 W, respectivamente. O agente silano foi aplicado nas superfícies tratadas por 3 minutos. Na sequência, o sistema adesivo foi aplicado, fotopolimerizado e a resina composta foi inserida formando uma massa de resina de 3,0 x 3,0 x 2,0 mm. Os espécimes foram submetidos ao teste de cisalhamento em máquina de ensaio universal SWD-10, com velocidade de 1 mm/min. Não houve diferença significativa entre os grupos do laser com potência de 0,9 W (14,07 MPa), 1,2 W (11,22 MPa) e o grupo condicionado com ácido (13,47 MPa). Isto sugere que a irradiação das superfícies com laser de Nd:YAG, com energia entre esses valores, promove a mesma efetividade do condicionamento com ácido fluorídrico. A resistência aferida com o grupo do laser com intensidade de 0,6 W (8,61 MPa) foi significativamente menor que a resistência dos outros grupos testados. As observações em microscopia eletrônica de varredura mostraram que as superfícies das cerâmicas irradiadas com laser exibiram uma estrutura favorável à retenção mecânica entre resina e cerâmica. Os autores concluíram que o tratamento com laser de Nd:YAG pode substituir o método de condicionamento ácido no pré-tratamento de superfícies cerâmicas para adesão entre resinas compostas e cerâmicas, respeitando os parâmetros de energia.

Silveria et al. (2005), estudaram a união entre um cimento resinoso a base de MDP (Panavia F – Kuraray) e uma cerâmica aluminizada infiltrada por vidro (In-Ceram Alumina – Vita) por meio de dois ensaios mecânicos, microtração e microcisalhamento. O estudo empregou os seguintes tratamentos de superfície da cerâmica: a) óxido de alumínio; b) sistema rocatec e c) laser de Nd:YAG. Os resultados do experimento, para o ensaio de microtração, demonstraram de que o

tratamento com laser de Nd:YAG foi o meio mais efetivo de tratar a superfície cerâmica, promovendo os mais elevados valores de resistência de união. O tratamento com Rocatec apresentou valores intermediários e o tratamento com óxido de alumínio foi o que apresentou os mais baixos valores de resistência de união. O ensaio de microcisalhamento não foi capaz de demonstrar diferenças estatisticamente significantes entre os grupos estudados. Assim o ensaio de microtração foi considerado inapropriado para o estudo desta união adesiva. O estudo concluiu que o tratamento com laser de Nd:YAG é um tratamento efetivo no que diz respeito a resistência da união adesiva, e que estudos clínicos são importantes para conferir uma indicação clínica consistente.

2.3 Ensaio mecânicos de resistência de união

O estudo “Teste de resistência adesiva: o que isso significa?” foi publicado por Øilo (1993). O autor abordou as relações dos testes de resistência de união que podem estar provocando variações nos resultados e interpretações entre as pesquisas. Três condições experimentais foram consideradas influenciadoras na variabilidade: tipo de teste, qualidade do substrato e as condições de armazenagem. Para o teste de tração, o autor considerou como problema principal a manutenção do alinhamento das partes unidas durante o ensaio. O teste de cisalhamento foi tratado como crítico, pois com facilidade pode transformar-se em teste de dobramento ou clivagem. O autor concluiu que as variações de resistência obtidas entre os pesquisadores são muito grandes e que uma padronização das condições

experimentais (método de ensaio, preparação das amostras e armazenagem) são fundamentais para a interpretação e comparação dos estudos.

O estudo de Sano et al. (1994), verificou a relação entre a área de superfície de união e a resistência adesiva à tração. Inicialmente a superfície oclusal de molares humanos hígidos foi seccionada. Os materiais escolhidos para o estudo foram os seguintes: Clearfil Liner Bond 2 + Photo Clerafil A (Kuraray); Scotchbond MP + Z100 (3M); e Vitremer (3M). A resina composta ou ionômero de vidro (sem adesivo prévio), com 3,0 a 5,0 mm de altura, foi aplicado. Este conjunto foi seccionado paralelamente ao longo eixo do dente, obtendo-se vários espécimes que ainda foram desgastados na zona adesiva, formando uma curva ou estrangulamento (halterre). O formato da interface foi retangular com dimensões de 0,5 x 0,5 mm (área $\pm 0,25 \text{ mm}^2$) e 4,0 x 3,0 mm (área $\pm 12,0 \text{ mm}^2$). Para o ensaio, as amostras foram fixadas com adesivo cianoacrilato no dispositivo de ensaio Bencor Multi-T com velocidade de carregamento de 1 mm/min. Os resultados mostraram uma relação inversa entre a área de união e a resistência adesiva, associando altas resistências com áreas menores. Com o adesivo Clearfil Liner Bond 2, os espécimes com áreas maiores que $7,17 \text{ mm}^2$ tiveram falhas coesivas na dentina; os espécimes com áreas entre $7,17$ e $2,31 \text{ mm}^2$ exibiram falhas mistas; a maior parte dos espécimes com áreas menores que $2,31 \text{ mm}^2$ mostraram rompimento adesivo. Segundo os autores, esses eventos podem ser justificados pela maior quantidade de defeitos e maiores tensões em áreas maiores, promovendo valores menores de resistência. Os autores ainda citam no estudo a teoria de Griffith, cuja hipótese diz que a resistência à tração de materiais frágeis decresce com o aumento do tamanho da amostra. De acordo com os resultados, os autores inferiram que o emprego de espécimes com áreas adesivas entre $1,6$ e $1,8 \text{ mm}^2$ são adequados pelo fato de induzirem falhas adesivas

na união, e por serem mais exeqüíveis tecnicamente e proporcionarem menor variabilidade dos valores de resistência.

Arikawa et al. (1995) estudaram a deterioração das propriedades mecânicas de resinas compostas. Foram analisadas as propriedades de resistência à torção e a taxa de relaxamento de tensão para dezesseis resinas compostas com diferentes tamanhos e formas de carga inorgânica. O estudo teve como método a imersão dos compósitos em água destilada de zero a sessenta dias. A resistência à torção diminuiu para todos os compósitos testados quando se aumenta o tempo de imersão. Os compósitos com mais quantidade de carga inorgânica (65% em volume) mostraram uma grande queda de resistência quando comparados com os compósitos com menores quantidades de carga (40% em volume). As taxas de relaxamento de tensões aumentaram com o aumento do tempo de imersão em água. Os autores concluem que este fenômeno de diminuição das propriedades mecânicas da resina composta é causado pela degradação hidrolítica do agente silano.

Della Bona e Van Noort (1995) questionaram a validade dos testes de resistência ao cisalhamento entre resina composta e cerâmica feldspática por observarem maior incidência de fraturas coesivas do que adesivas. Amostras de cerâmica e resina composta com geometria e área adesiva idênticas foram confeccionadas. Constituíram-se três grupos: Grupo A – um cilindro de resina composta Prisma APH (Dentsply) foi fixado sobre uma base de cerâmica Vita VMK68 (Vita); Grupo B – colagem de um cilindro de cerâmica sobre outro de resina composta; Grupo C – um corpo-de-prova inteiro de resina composta (sem interface). Para o estudo, foi empregado o teste de cisalhamento e análise de elementos finitos

para analisar a distribuição de tensões na interface de união. Os resultados mostraram que os valores de resistência de união no Grupo A foram significativamente menores que os dos Grupos B e C, sendo estes semelhantes entre si. No Grupo A, ocorreram fraturas adesivas e coesivas na cerâmica em iguais proporções. As falhas no Grupo B foram 80% coesivas na resina composta, e no Grupo C, todas foram coesivas na base de resina composta. Na análise de elemento finito, o padrão de distribuição de tensões não foi homogêneo, desenvolvendo tensões máximas próximo do ponto de aplicação de carga. O estudo demonstrou a vulnerabilidade do ensaio de cisalhamento, visto que resultados diferentes foram obtidos em amostras com geometria e interface idênticas. Devido à incidência de muitas falhas coesivas no material de base e pela distribuição desigual de tensões, os autores interpretaram que a resistência de união foi governada pela resistência à tração dos materiais de base (resina composta e cerâmica), limitando a avaliação da resistência de união de dois materiais.

A análise tridimensional de elementos finitos foi aplicada por DeHoff, Anusavice e Wang (1995) para estudar o teste de cisalhamento, focando os seus efeitos sobre o módulo de elasticidade, a espessura do adesivo e o modo de aplicação de carga sobre a distribuição de tensões. O teste foi representado no programa ANSYS, e modelado como um cilindro de resina composta (4,0 mm de diâmetro e 1,0 mm de altura) unido a um substrato dentinário (6,0 mm de diâmetro e 1,0 mm de altura). A camada adesiva foi simulada em 0,05 mm e 0,1 mm de espessura. Como resultados, houve alta concentração de tensões de tração próximo à aplicação da carga. As tensões excederam a própria resistência coesiva da dentina, justificando as falhas coesivas neste substrato em ensaios de cisalhamento. As tensões de cisalhamento somente foram registradas a $\pm 0,3$ mm do ponto de

aplicação de carga na interface, tendo registro de tensões de compressão na extremidade oposta da aplicação da carga. Diante da distribuição não uniforme de tensões na interface adesiva em ensaios de cisalhamento, os autores inferiram que é pouco provável que esse método possa render informações confiáveis acerca de uma união. É provável que os valores de resistência de união deverão variar entre diferentes laboratórios de pesquisa devido a técnica do teste ser muito sensível.

Os ensaios de cisalhamento e tração da união entre cimentos adesivos e substrato dental, segundo normas da ISO (TR 110405), foram comparados por Kitasako et al. (1995). Sobre esses substratos foram aplicados o sistema adesivo e o cimento, utilizando uma matriz para delimitar a área adesiva. Especialmente para o teste de tração, um bloco de resina composta (4,0 mm de diâmetro por 15,0 mm de altura) foi fixado a uma argola e cimentado ao substrato. Os resultados apontaram maiores variações nos valores de resistência ao cisalhamento entre os grupos que no teste de tração. Os autores consideraram praticamente impossível evitar os excessos de cimento na interface e criticaram o teste de cisalhamento pela dificuldade em padronizar a posição do cinzel para carga, que produziu grande desvio-padrão dos resultados. Para o teste de tração, observaram problemas na aplicação de força perpendicular à união. Na análise do modo de falha nas amostras submetidas ao ensaio de tração, a resina mostrou uma tendência a permanecer fixada na periferia da área adesiva. No teste de cisalhamento, foi observado que a resina permanecia na interface em forma de meia-lua, com maior quantidade na porção oposta à aplicação de carga, insinuando uma distribuição irregular das tensões. Como conclusão os autores enfatizaram a necessidade da padronização das metodologias para que seja possível a comparação dos experimentos.

Silveira et al. (2005) compararam, com auxílio da microscopia eletrônica de varredura e óptica, os tipos de falhas que ocorrem após o teste de resistência de união à tração buscando estabelecer o percentual de concordância entre os achados. Trinta terceiros molares humanos extraídos foram embutidos em acrílico e a face oclusal desgastada até exposição dentinária. Os grupos foram assim constituídos (n = 10): SB - Single Bond (3M/Espe); SBMU – ScotchBond Multi Use (3M/Espe); ONE – One Coat Bond (Coltene). A área de 3,0 mm² foi delimitada sobre a dentina e um cone de resina composta Z250 (3M/Espe) com altura de 3,8 mm foi construído em dois incrementos fotoativados por luz halógena. Após armazenagem por 24 horas em água destilada a 37°C, os corpos-de-prova foram tracionados em uma máquina de ensaios EMIC DL2000. Três observadores calibrados analisaram as falhas de união em um microscópio óptico com aumento de 40x e no microscópio eletrônico de varredura com aumento de 80x, sendo os achados classificados como: falha adesiva, coesiva e mista. Segundo ANOVA, os valores de resistência de união não diferiram estatisticamente entre si: SB) 24,41 MPa; SBMU) 23,53 MPa; ONE) 20,11 MPa. Entre as falhas adesivas encontradas, 10% foram identificadas tanto em MEV quanto em microscopia óptica, para as coesivas 30% e as mistas 29%. Os autores concluíram que há um baixo percentual de concordância entre microscopia óptica e eletrônica de varredura quando o objetivo é avaliar a interface adesiva após o teste de resistência de união à tração.

3 PROPOSIÇÃO

Os objetivos deste estudo *in vitro* foram os seguintes:

- Avaliar o efeito dos diferentes tratamentos da superfície interna de uma cerâmica aluminizada na resistência de união entre a In-Ceram Alumina e dois cimentos resinosos.
- Avaliar a resistência à degradação da interface adesiva cerâmica/cimentos resinosos utilizando o hipoclorito de sódio 10% como meio de envelhecimento.

4 MATERIAL E MÉTODOS

4.1 Material

A descrição dos materiais, composição, fabricantes e modo de aplicação estão listados no Quadro 4.1.

	Materiais	Composição	Modo de Aplicação	Fabricante
Sistema para cimentação 1	Scotchbond Ceramic Primer	Fase única, pré-hidrolizado	1) aplicar e deixar em contato por 5 min, secar gentilmente com ar.	3M/Espe , Saint Paul, Minnesota, Estados unidos
	Relyx Unicem	Pó de vidro, sílica, hidróxido de cálcio, pigmento, pirimidina, iniciador, éster fosfórico metacrilato, dimetacrilato, acetato, estabilizante	2) Misturar o cimento e aplicar na superfície cerâmica	
Sistema para cimentação 2	Clearfil SE Bond Primer	10-Metacriloxydecil-dihidrogênio fosfato (MDP), 2-hidroxietil metacrilato (HEMA), dimetacrilato hidrofílico, dicanfóroquinona, tetra-amina aromática, água	1) misturar SE Bond Primer e Porcelain Bond Activator e aplicar sobre a superfície. 2) depois de 60s secar gentilmente com ar	(Kuraray Co. Ltd., Osaka, Japão)
	Clearfil Porcelain Bond Activator	3-trimetoxi sililpropil metacrilato, Dimetacrilato hidrofóbico aromático.		
	Panavia Fluoro Cement	Partículas inorgânicas (78%), MDP, dimetacrilatos, foto-iniciadores e iniciadores químicos	3) Misturar a pasta A e B, aplicar sobre a superfície	

Quadro 4.1 – Materiais, composição, fabricante e modo de aplicação

4.2 Preparo dos blocos cerâmicos

Sessenta e quatro blocos de In-Ceram Alumina [Al_2O_3 (82%), La_2O_3 (12%), SiO_2 (4.5%), CaO (0.8%), outros óxidos (0.7%) - VITA Zahnfabrik, Bad Sackingen, Alemanha], com dimensões de 10x10x6 mm foram confeccionados em acordo com as instruções do fabricante. Os blocos foram embebidos em resina acrílica deixando uma face do bloco descoberta para que os procedimentos de união pudessem ser realizados nesta superfície.

As superfícies superiores, correspondentes ao procedimento de união, receberam acabamento com lixas de carvão de silício nas granulações de 120, 340, 600, 800 e 1200, seqüencialmente, empregando uma politriz (DPU-10, Panambra, São Paulo, São Paulo, Brasil) com irrigação permanente. As superfícies polidas foram analisadas em lupa estereoscópica (Olympus, Tóquio, Japão) em aumento de 30 vezes para verificar a presença de poros que pudessem interferir no processo de união. Havendo tais irregularidades, a seqüência de lixas foi repetida integralmente.

Após a padronização da superfície, os blocos em cerâmica foram armazenados em água destilada à temperatura ambiente, por 24 horas, até que fossem realizados os tratamentos propostos no estudo.

4.3 Distribuição dos grupos experimentais

Dezesseis grupos experimentais foram formados, considerando os fatores de estudo: 1) tratamentos cerâmicos: Óxido de Alumínio, Rocatec, Laser de Nd:YAG e Laser de Nd:YAG mais Rocatec; 2) cimento resinoso: Panavia F e Relyx Unicem; e 3) método de envelhecimento: água por 24h e hipoclorito de sódio 10% por 12h.

Grupo	Tratamento	Cimento Resinoso	Envelhecimento
Grupo 1	Óxido de Alumínio	Panavia F	Imersão em água destilada por 24 h
Grupo 2	Rocatec		
Grupo 3	Laser		
Grupo 4	Laser + Rocatec		
Grupo 5	Óxido de Alumínio	Relyx Unicem	
Grupo 6	Rocatec		
Grupo 7	Laser		
Grupo 8	Laser + Rocatec		
Grupo 9	Óxido de Alumínio	Panavia F	Imersão em solução de NaOCl 10% por 12 h
Grupo 10	Rocatec		
Grupo 11	Laser		
Grupo 12	Laser + Rocatec		
Grupo 13	Óxido de Alumínio	Relyx Unicem	
Grupo 14	Rocatec		
Grupo 15	Laser		
Grupo 16	Laser + Rocatec		

Quadro 4.2 - Distribuição dos grupos experimentais (n=20)

Antes dos tratamentos de superfície, os blocos cerâmicos foram duplicados em resina composta (Filtek Z250, 3M ESPE, St. Paul, Estados unidos) usando um molde de silicone (Express, 3M/ESPE, St. Paul, Estados Unidos) afim de simular os procedimentos de cimentação e permitir a fixação dos blocos cerâmicos nos blocos de resina composta pré-polimerizada, com 6 mm de altura cada.

4.4 Tratamentos de superfície

Tratamento 1 - jateamento com partículas de óxido de alumínio de granulação de 110 μm (Microjato Removedor – Bio-art), com ângulo de incidência perpendicular e distância de 10,0 mm da superfície, durante 10 segundos com pressão de 70 libras, seguido de lavagem com jato ar / água por 5 segundos.

Tratamento 2 - após o jateamento com óxido de alumínio foi aplicado o Sistema Rocatec (Plus) que consiste no jateamento de partículas de sílica de 30 μm . Também foi utilizado um ângulo de incidência perpendicular, distância de 10,0 mm da superfície por 10 segundos, seguido de lavagem com jato ar / água por 5 segundos.

Tratamento 3 - após o jateamento com óxido de alumínio, pó de carbono (grafite em pó) foi aplicado sobre a superfície da cerâmica para, então, receber o tratamento com Laser de Nd:YAG (DEKA M.E.L.A., Calenzano, Italy). A fibra óptica (300 μm) permaneceu afastada 1,0 mm da superfície (sem contato superficial). O tempo de irradiação foi de aproximadamente 20 segundos, até que toda extensão do bloco

cerâmico fosse irradiada. Os parâmetros utilizados, obtidos a partir de um estudo piloto, foram: energia de 100 mJ por pulso, taxa de repetição de 20 Hz, com potência média de 2,0 W, gerando uma densidade de energia, por pulso, igual a 141,54 J/cm² (calculada pela fórmula $D = J / \pi \times r^2$, ou seja, $0,1J / 3,14 \times [0,015 \times 0,015] = 141,54$ J/cm²).

Tratamento 4 – associação, nesta ordem, do Tratamento 3 (Laser de Nd:YAG), seguido do Tratamento 2 (Rocatec).

4.5 Procedimentos Adesivos

Os dois diferentes cimentos foram aplicados seguindo as orientações de cada fabricante (Quadro 4.1). Depois, cada bloco cerâmico, respectivamente distribuído em função dos tratamentos da superfície interna, teve sua superfície silanizada com o agente silano indicado pelo fabricante (Quadro 4.1).

Cada material foi manipulado e aplicado por um mesmo operador previamente treinado. Cada bloco cerâmico foi cimentado ao bloco de resina composta correspondente sob pressão de 790 g, usando um cimento resinoso. O excesso do cimento foi removido com um pincel descartável e então fotoativado por 40s em cada lado do bloco, com irradiância de 500 mW/cm². Os grupos cimentados com Panavia F receberam a aplicação de uma camada de Oxygard sobre o cimento por um tempo de 10 minutos. Os blocos foram então lavados com spray de ar a água e armazenados em água, a 37°C por 24h.

4.6 Preparo dos corpos-de-prova

Cada bloco cerâmica/cimento/resina composta foi serialmente seccionado com disco diamantado a 3100 rpm (Isomet 4000, Buehler, Lake Bluff, IL, Estados Unidos) para se obter corpos-de-prova (palitos) com secção quadrangular, com lado de aproximadamente 1,0 mm (área de 1,0 mm²) (ANDREATTA FILHO et al., 2003; SHONO et al., 1997) e comprimento de 12,0 mm (Figura 5.7). A dimensão de cada corpo-de-prova foi mensurada com um paquímetro digital (Sylvae Ultra-Call, Li, Estados Unidos).

4.7 Protocolo de Envelhecimento com Hipoclorito de Sódio

Vinte corpos-de-prova de cada grupo foram armazenados em água destilada por 24h antes do ensaio de microtração e outros 20 espécimes foram imersos em solução de hipoclorito de sódio 10% por 12h, seguidos de lavagem em água corrente por 1h antes do ensaio de microtração. Este método de envelhecimento foi baseado em um estudo piloto para estabelecer os tempos de imersão suficientes (1h, 4h e 12h) para provocar dano na interface de união entre o cimento e a cerâmica.

4.8 Controle de qualidade dos corpos-de-prova

Todos os corpos-de-prova foram examinados em lupa estereoscópica (Olympus, Tóquio, Japão) em aumento de 30 vezes para verificar a presença de falhas de união, como formação de fenda interfacial, inclusão de bolhas, ou qualquer outro defeito relevante. Os corpos-de-prova defeituosos foram eliminados.

Para cada grupo do estudo foram selecionados 20 corpos-de-prova ($n = 20$).

4.9 Tracionamento dos corpos-de-prova

Os corpos-de-prova foram adaptados ao dispositivo de tracionamento Bencor Multi-T (Danville Engineering Co., CA, Estados Unidos) com adesivo de cianocrilato (Zapit, Dental Venture of America Inc., Corona, CA, Estados Unidos).

Figura 4.1 – Visão aproximada do corpo-de-prova fixado na matriz de tracionamento

Os corpos-de-prova foram então tracionados em uma máquina de ensaio universal Instron 4411 (Instron Corporation, Canton, MA, Estados Unidos). O equipamento foi programado para ação de tração com uma velocidade de 0,5 mm/min até ocorrer à ruptura do corpo-de-prova. Os valores de resistência de união foram calculados em MPa.

4.10 Avaliação dos modos de falha do ensaio de microtração

Após o rompimento da união, todos os corpos-de-prova foram observados em microscópio (Olympus SZ-CTV, Olympus, Tokyo, Japão) com aumento de 40x. Os modos de falha foram classificados em:

- Tipo I (adesiva): rompimento apenas na interface cimento / cerâmica;
- Tipo II (coesiva): rompimento da estrutura cerâmica ou no cimento resinoso;
- Tipo III (mista): presença de falha adesiva e falha coesiva em cimento e / ou cerâmica.

Dois corpos-de-prova representativos de cada grupo foram preparados para análise do modo de fratura predominante. Para tanto, foram metalizados com ouro e observados ao Microscópio Eletrônico de Varredura (Philips XL 30), em aumentos de 120x.

4.11 Análise da morfologia superficial em MEV

Oito blocos de In-Ceram Alumina adicionais foram confeccionados (5 mm²) para a análise qualitativa da topografia das superfícies cerâmicas, sendo assim submetidos aos 4 diferentes tratamentos propostos no estudo. Estes blocos foram também observados ao Microscópio Eletrônico de Varredura (Philips XL 30) em aumento de 1452x.

4.12 Análise da morfologia superficial em AFM

A morfologia da superfície da cerâmica foi determinada mediante o uso de um Microscópio de Força Atômica (AFM) através do modo *tapping*, que mantém o cantilever vibrante em constante amplitude e constante deflexão. O AFM utiliza uma agulha de Si₃N que é montada em um cantilever. A agulha no cantilever é modulada mediante excitação mecânica e um feixe laser é refletido atrás do cantilever, sobre um espelho. O laser oscila verticalmente e como resultado da vibração do cantilever o sinal do diodo emissor do laser é decodificado e filtrado.

O espécime é montado em um tubo piezoelétrico que movimenta tridimensionalmente a amostra com acurácia nanométrica.

Quatro blocos cerâmicos foram polidos metalograficamente com uma sequência de lixas de wcarbeto de silício até granulação #4000. Após o polimento os espécimes foram lavados em água e colocados em uma cuba ultrasônica durante 30

minutos. Cada bloco cerâmico então recebeu um dos 4 diferentes tratamentos de superfície. Os blocos foram seccionados em três novos blocos e posicionados um a um no suporte do AFM. Três campos de 20 x 20 μm foram selecionados em cada espécime para a tomada da imagem da superfície.

4.13 Análise Estatística

Os valores nominais de resistência de união, registrados em MPa, foram tabulados em planilhas e analisados por meio de estatísticas descritivas no programa SPSS (Statistical Package for Social Sciences, versão 14.0). A normalidade de distribuição foi verificada com o teste de Shapiro-Wilk e a prova de homogeneidade de variâncias pelo Contraste de Levene. Levando-se em conta os três fatores de estudo (cimento, tratamento de superfície e envelhecimento), os dados foram comparados por meio de Análise de Variância Multifatorial. Considerando um mesmo tipo de envelhecimento, os grupos foram comparados entre si por meio de teste post hoc de Student-Newman-Keuls, de forma a elucidar os efeitos dos fatores cimento e tratamento de superfície. O efeito do envelhecimento foi verificado comparando-se grupos de mesmo cimento e mesmo tratamento de superfície aos pares por meio do Teste T de Student.

5 RESULTADOS

A tabela 5.1 apresenta a média dos valores de resistência de união (MPa) e Desvio-Padrão para os grupos testados de acordo com os diferentes cimentos resinosos, tratamentos de superfície e método de envelhecimento.

Verificadas a normalidade e homogeneidade de distribuição da amostra, a Análise de Variância Multifatorial (ANOVA) demonstrou que os fatores de variação: tratamento de superfície ($F = 54.764$; $p < 0.0001$) e método de envelhecimento ($F = 77.875$; $p < 0.0001$) afetaram significativamente os resultados de resistência de união. Entretanto, o cimento resinoso ($F = 0.947$; $p = 0.331$) e a interação destes três fatores ($F = 0.824$; $p = 0.481$) não foram significativas.

Tabela 5.1. Média dos valores de resistência à microtração (MPa) em função do tratamento, envelhecimento e cimento

		Panavia F								RelyX Unicem							
		Ox Alumin		Rocatec		Laser		Laser+Rocatec		Ox Alumin		Rocatec		Laser		Laser+Rocatec	
		Média	DP	Média	DP	Média	DP	Média	DP	Média	DP	Média	DP	Média	DP	Média	DP
Envelhecimento	24h	27,71 ^{D,a}	6,3	35,67 ^{C,a}	5,13	42,49 ^{A,a}	6,8	37,41 ^{BC,a}	4,76	26,74 ^{D,a}	6,34	35,07 ^{C,a}	6,02	41,05 ^{AB,a}	7,71	33,85 ^{C,a}	6,03
	NaOCl	22,27 ^{C,b}	6,05	27,49 ^{BC,b}	8,83	32,24 ^{AB,b}	6,94	31,75 ^{AB,b}	7,77	22,77 ^{C,a}	7,37	27,84 ^{BC,b}	6,26	36,42 ^{A,b}	5,08	27,6 ^{BC,b}	5,8

*Para cada linha horizontal: valores com letras maiúsculas idênticas indicam diferenças não estatisticamente significantes ($p > 0.05$). Para cada coluna vertical: valores com letras minúsculas idênticas indicam diferenças não estatisticamente significantes entre os diferentes métodos de envelhecimento quando mantido o mesmo material e cimento ($p > 0.05$).

Figura 5.1 - Médias de resistência de união para cada grupo em função do tratamento cerâmico, envelhecimento e cimento. Cores escuras: 24h; cores claras: envelhecimento em NaOCl 10%

Considerando os grupos armazenados em água destilada por 24h, o tratamento com laser de Nd:YAG resultou nos mais altos valores de resistência de união. Os grupos tratados com Rocatec ou Laser associado ao Rocatec apresentaram valores similares, cujos valores nominais foram intermediários, seguidos dos grupos tratados com óxido de alumínio, que apresentaram os menores valores de resistência de união (Figura 5.1).

Com relação aos grupos submetidos ao envelhecimento com hipoclorito de sódio, o tratamento com laser de Nd:YAG apresentou os maiores valores de resistência de união. A associação do laser e Rocatec também resultou em valores de resistência de união comparáveis ao grupo tratado somente com laser de Nd:YAG quando o cimento Panavia F foi utilizado. Os cimentos resinosos testados apresentaram resultados semelhantes estatisticamente no que tange o método de

envelhecimento da amostra. A imersão em hipoclorito de sódio a 10% por 12h diminuiu significativamente os valores de resistência de união, exceto para o grupo jateado com óxido de alumínio e cimentado com Relyx Unicem.

5.1 Análise da topografia da cerâmica In-Ceram Alumina em MEV

As figuras abaixo ilustram as características topográficas da superfície da In-Ceram Alumina submetida aos diferentes tratamentos propostos: jateamento com Óxido de Alumínio (Figura 5.2); Sistema Rocatec (Figura 5.3); irradiação com laser de Nd:YAG (Figura 5.4); e irradiação com Laser de Nd:YAG associado ao Rocatec (Figura 5.5).

Figura 5.2 – Superfície da In-Ceram Alumina jateada com Óxido de Alumínio. (C) Cunhas

A In-Ceram Alumina tratada com óxido de alumínio apresentaram um padrão micro-morfológico com irregularidades uniformes em forma de cunhas provocadas pelo impacto das partículas de óxido de alumínio na superfície da cerâmica.

Figura 5.3 – Superfície da cerâmica In-Ceram Alumina tratada com Rocatec. (C) Cunhas

O jateamento com partículas de sílica, ou silicatização, do sistema Rocatec promoveu um padrão superficial com irregularidades em forma de cunhas e pequenas depressões dispersas.

Figura 5.4 – Superfície da cerâmica In-Ceram Alumina irradiada com Laser de Nd:YAG. (P) Poros, (G) Gotículas, (E) Elevações, (CR) Crateras

As superfícies irradiadas com laser de Nd:YAG apresentaram um padrão de retenção micromecânica com áreas de *melting*, com elevações, presença de crateras e poros heterogêneos e com pequenos grânulos ou gotículas de diferentes tamanhos, possivelmente causadas pela recristalização de respingos gerados durante a irradiação com laser de Nd:YAG.

Não foram observadas trincas em nenhum espécime submetido ao tratamento com laser de Nd:YAG.

Figura 5.5 – Superfície da cerâmica In-Ceram Alumina irradiada com Laser de Nd:YAG + Rocatec. (E) Elevações, (CR) Crateras, (C) Cunhas

A associação entre os tratamentos laser de Nd:YAG e Rocatec produziram uma superfície de padrão micromorfológico onde pode-se visualizar crateras (CR) ou aprofundamentos e elevações (E), porém com um padrão microretentivo menos pronunciado quando comparado ao tratamento com laser de Nd:YAG isoladamente. O jateamento com partículas de sílica provocou a remoção das irregularidades produzidas pela irradiação laser, tornando a superfície menos irregular. Porém com possível deposição de sílica, o que é importante no processo para união química. O *melting* produzido pelo laser parece ter sido removido pelo jateamento com a sílica. Não foram observadas trincas.

5.2 Análise da topografia da cerâmica In-Ceram Alumina em AFM

A análise em AFM permitiu uma observação complementar ilustrando aspectos tridimensionais das superfícies cerâmicas, assim como uma análise da profundidade das irregularidades provocadas pelos diferentes tratamentos.

As imagens em AFM representativas dos tratamentos estão apresentadas a seguir (Figuras 5.6 a 5.9).

Figura 5.6 – AFM da In-Ceram Alumina jateada com Óxido de Alumínio

A análise em AFM permite observar que o tratamento com óxido de alumínio provocou leves irregularidades na superfície da In-Ceram Alumina, com formas piramidais com ápice perpendicular a superfície.

Figura 5.7 – AFM da In-Ceram Alumina jateada com Rocatec

O grupo tratado com Rocatec apresentou formação de irregularidades heterogêneas com formas piramidais com ápices perpendiculares à superfície da cerâmica. As superfícies tratadas com óxido de alumínio ou Rocatec são semelhantes no que tange a formação de irregularidades superficiais.

Figura 5.8 – AFM da In-Ceram Alumina irradiada com Laser de Nd:YAG

A cerâmica In-Ceram tratada com Laser de Nd:YAG apresentou alterações importantes como depressões, elevações e irregularidades heterogêneas. O *melting* ou derretimento provocado pela ação do laser produz zonas com depressões e elevações com um padrão micro-retentivo que pode favorecer a união entre o cimento resinoso e a cerâmica.

Não foram identificadas trincas nos grupos tratados com laser de Nd:YAG.

Figura 5.9 – AFM da In-Ceram Alumina irradiada com Laser de Nd:YAG e jateada com Rocatec

A cerâmica In-Ceram tratada com Laser de Nd:YAG + Rocatec apresentou alterações com depressões, elevações e poucas áreas com irregularidades piramidais. As zonas de *melting* ou derretimento foram suavizadas, possivelmente pela ação do jateamento com partículas de sílica do sistema Rocatec. Também não foram observadas trincas na superfície da cerâmica.

5.3 Análise dos modos de fratura

Os modos de fratura foram observados em microscópio óptico com aumento de 40x (Figura 5.10). A relevância da análise dos modos de falha esteve na observação de que os grupos testados apresentaram predominantemente falha do tipo mista.

Os grupos submetidos ao envelhecimento em hipoclorito de sódio a 10% apresentaram maior número de falhas coesivas em cimento, relacionando-se com o possível enfraquecimento do cimento resinoso pela presença do hipoclorito.

Figura 5.10 - Distribuição dos modos de falha para o ensaio de microtração

6 DISCUSSÃO

A discussão será conduzida analisando inicialmente a influência dos tratamentos propostos para a cerâmica, a importância do tipo de cimento resinoso empregado e finalmente a efetividade do uso de hipoclorito de sódio como um método relevante para envelhecimento da amostra.

A observação genérica dos resultados da presente pesquisa permite inferir que a resistência de união é dependente do tratamento de superfície realizado e do método de envelhecimento proposto.

Primeiramente vale lembrar que o emprego de ácido hidrofúorídrico para o condicionamento interno de peças cerâmicas aluminizadas infiltradas por vidro, como a In-Ceram Alumina, não é um método eficaz. Estas cerâmicas possuem cerca de 15% de sílica. A sílica presente na superfície interna da cerâmica é removida pela ação do ácido hidrofúorídrico, reduzindo ainda mais a capacidade de união química entre a cerâmica e os cimentos. Nesta linha de raciocínio, a literatura vigente afirma que os métodos contendo condicionamento com ácido hidrofúorídrico não são suficientes para promover união aceitável à cerâmica In-Ceram Alumina (KERN; NEIKES; STRUB, 1991; PAPE; PFEIFFER; MARX, 1991; SAYGILI, SAHMALI, 2003; SORENSEN et al., 1991). Esses autores que reforçam a importância da seleção criteriosa da técnica de tratamento da superfície associada ao agente de cimentação. Entretanto, com relação aos tipos de tratamentos possíveis para as cerâmicas aluminizadas, até o presente momento há apenas um relato na literatura (MADANI et al., 2000) que demonstra que o condicionamento

com ácido fluorídrico numa concentração de 5% foi capaz de apresentar resultados similares aos encontrados com o jateamento com partículas de óxido de alumínio.

No presente estudo, os grupos tratados com óxido de alumínio apresentaram os mais baixos valores de resistência de união. Para os cimentos baseados em MDP, como o Panavia F, estes achados estão em acordo com estudos prévios (KIM et al., 2005; OZCAN; VALLITTU, 2003; SILVEIRA et al., 2005; VALANDRO et al., 2005; VALANDRO et al., 2007). Os grupos relacionados ao cimento Relyx Unicem mostraram o mesmo comportamento, porém não há estudos prévios com este cimento.

O uso da técnica de jateamento com partículas é um pré-requisito para se promover suficiente asperização das superfícies internas das cerâmicas odontológicas no intuito de melhorar a união entre as cerâmicas de infraestrutura e os cimentos. O jateamento com óxido de alumínio tem sido empregado usualmente para limpar e promover retenção micro-mecânica em cerâmicas (BORGES et al., 2003; FRIEDERICH; KERN, 2002; ISIDOR; STOKHOLM; RAVNHOLT, 1995; KERN; THOMPSON, 1994a; KERN; THOMPSON, 1995; MADANI et al., 2000; NEIKES; KERN; STRUB, 1992; SAYGILI; SAHMALI, 2003) e no presente estudo esta técnica de jateamento foi considerada o grupo controle por ser o procedimento preliminar realizado nas peças de In-Ceram Alumina nos laboratórios protéticos e por ser o procedimento inicial indicado antes do protocolo de cimentação adesiva de peças protéticas. Embora este jateamento remova partículas de impurezas da superfície, ele não é capaz de alterar a composição superficial da cerâmica In-Ceram Alumina.

Quando se trata do processo de silicatização, os resultados da presente pesquisa relacionados aos grupos tratados com o sistema Rocatec mostraram mais

altos valores de resistência de união quando comparados aos grupos tratados com óxido de alumínio. Estudos passados (KERN; THOMPSON, 1994a; KERN; THOMPSON, 1994b; KRAIVIXIEN-VONGPHANTUSET; PIETROBON; NATHANSON, 1992; MICHIDA et al., 2003; OZCAN; ALKUMR; GEMALMAZ, 2001; OZCAN; VALLITTU, 2003; SOARES, 2003) reportaram resultados similares com relação ao cimento Panavia F e o presente estudo confirma esta mesma tendência para o cimento Relyx Unicem. As diferenças encontradas entre os grupos tratados com óxido de alumínio isoladamente e Rocatec reforçam a importância da deposição de sílica na superfície da cerâmica In-Ceram Alumina. A união química entre cimento e cerâmica, viabilizada pela deposição de partículas de sílica superficialmente, permite uma união que vai além da retenção micromecânica (KERN; THOMPSON, 1995). Esta relação entre a deposição de sílica e os mais altos valores de resistência de união para cimentos resinosos também foi encontrada por Neikes, Kern e Strub (1992). Estes achados reforçam a superioridade do sistema Rocatec sobre o jateamento com óxido de alumínio, concordando o relato de Kraivixien-Vongphantuset, Pietrobon e Nathanson (1992).

Vale ressaltar os estudos de Kern e Thompson (1995) e de Isidor, Stokholm e Ravnholt (1995) que encontraram bons resultados para a união entre a In-Ceram Alumina para as combinações: jato de óxido de alumínio combinado ao cimento Panavia (com monômeros fostato); e sistema de silicatização (Rocatec ou Silicoater MD) combinado a cimentos a base de BIS-GMA. Isso demonstra que os monômeros fosfato do cimento Panavia promovem maior adesão à estrutura da In-Ceram Alumina, independente da presença da sílica depositada pelo sistema Rocatec. Os cimentos a base de BIS-GMA se mostraram também adequados para a adesão a esta cerâmica, porém foi dependente do uso do sistema Rocatec ou

Silicoater MD, que promoveram a deposição da camada de sílica sobre a superfície interna da cerâmica, melhorando a união entre a cerâmica e estes cimentos. No presente estudo, os cimentos empregados, mesmo tendo composições distintas, apresentaram comportamentos semelhantes. Isso pode ser explicado pelo procedimento de fixação em que foi aplicada uma carga de 790 g, durante 5 minutos, com o intuito de simular os procedimentos de cimentação *in vivo*. A pressão gerada por este método, que difere dos trabalhos supracitados, dificulta a comparação direta quando se tenta relacionar os cimentos empregados.

No intuito de proporcionar estabilidade química entre as cerâmicas e cimentos, o uso do agente silano tem sido empregado com a finalidade de unir quimicamente o componente vítreo das cerâmicas (óxido de silício [SiO₂]) e os cimentos resinosos. Durante o processo de interação do silano com o óxido de silício a superfície cerâmica torna-se hidrofóbica e organofílica, importante processo para favorecer o íntimo contato com os materiais resinosos. Por ser uma molécula bifuncional, o silano é capaz de se unir ao componente inorgânico (SiO₂) da cerâmica e ao componente orgânico (grupo metacrilato) dos materiais resinosos (JEDYNAKIEWICZ; MARTIN, 2001). Dessa forma, a utilização do agente silano é fundamental para melhorar a adesão entre as cerâmicas a base de SiO₂ e o cimentos (AIDA; HAYAKAWA; MIZUKAWA, 1995).

Dependendo do tipo de cerâmica empregada, o silano tem pouca ou nenhuma ação devido à redução ou ausência de óxido de silício, como é o exemplo das cerâmicas aluminizadas como a In-Ceram Alumina (82% de Al₂O₃). Essas cerâmicas são consideradas materiais ácido-resistentes, pois o ácido fluorídrico não

tem ação sobre a alumina predominante nestas superfícies (PAPE; PFEIFFER; MARX, 1991; SORENSEN et al., 1991).

Alguns métodos tentaram potencializar a união cimento/cerâmica através da deposição de silano na superfície da cerâmica, como o sistema Silicoater MD (KERN; THOMPSON 1994b) e o PyrosilPen (JANDA et al., 2003). Assim como a presente pesquisa, estes estudos compararam sistemas alternativos com o sistema Rocatec. Os autores concluíram que somente o sistema Rocatec foi capaz de estabilizar a união entre o cimento resinoso e a cerâmica.

O estudo de Janda et al. (2003) empregou o sistema que consiste na aplicação do silano com uma chama, para a maior impregnação do silano na superfície. Os autores encontraram um parâmetro adequado para aplicação do silano, usando um tempo de aplicação de 5 segundos por cm^2 . Este método não prosperou, visto a dificuldade de aplicação com um sistema de flambamento do silano e devido aos bons resultados encontrados com a aplicação dos silanos convencionais. Mesmo assim, este estudo colabora com a percepção da importância dos silanos para potencializar a união das cerâmicas e cimentos.

Kern e Thompson (1994a) sugeriram que a ação do silano em cerâmicas aluminizadas poderia acontecer por meio do processo de silicatização. O sistema Rocatec promove a silicatização pela deposição de uma camada ($0,1 \mu\text{m}$) de SiO_2 sobre a cerâmica aluminizada devido ao impacto das partículas na superfície. O sistema Rocatec, caracterizado por ser um sistema tribo-químico, é aceito cientificamente como um método convencional para o tratamento de cerâmicas aluminizadas. Isso porque o jateamento com partículas de sílica aumenta a concentração deste componente nas superfícies jateadas em 19,7% (KERN;

THOMPSON, 1994b). Esta deposição de sílica explica os melhores resultados encontrados na presente pesquisa para os grupos tratados com o sistema Rocatec quando comparados aos grupos tratados com óxido de alumínio. Esta tendência tem demonstrado a importância do processo de silicatização na melhora da união química entre as cerâmicas aluminizadas e os cimentos resinosos, e corrobora os achados do presente experimento.

O estudo de Kiyan et al. (2007), utilizando um método de envelhecimento por termociclagem, demonstrou que o sistema Rocatec, foi o sistema mais estável testado, promovendo assim os melhores valores de resistência de união, quando comparado ao jateamento com óxido de alumínio e condicionamento com ácido fluorídrico 10%. Quando comparamos estes resultados aos achados do presente estudo, considerando as distintas metodologias empregadas (ensaios mecânicos distintos: tração versus microtração), é possível verificar uma coerência nos padrões encontrados, em que os grupos tratados com o sistema Rocatec mantêm valores de resistência de união mais elevados que os grupos tratados com óxido de alumínio, mesmo após as metodologias de envelhecimento da amostra. Estes achados também concordam com o experimento *in vitro*, realizado por Ozcan, Alkumr e Gemalmaz (2001).

O sistema Cojet é um sistema semelhante ao Rocatec, porém empregando partículas de sílica de 30µm e um silano específico (ESPE-Sil). O estudo de Soares et al. (2002) demonstrou que o comportamento destes dois sistemas não diferem entre si, sendo ambos superiores ao jateamento com óxido de alumínio. O presente estudo identificou a mesma superioridade para os grupos tratados com Rocatec,

mesmo considerando que o estudo de Soares et al. (2002) não contemplou nenhum método de envelhecimento da amostra.

Mesmo com o emprego de sistemas adicionais para potencializar a união adesiva na cimentação de restaurações estéticas de In-Ceram Alumina, clinicamente ainda percebe-se a sensibilidade da técnica e dificuldade de uma união duradoura. O insucesso das peças de In-Ceram Alumina se dá pela falta de estabilidade da união entre o cimento e a cerâmica. Normalmente identifica-se que a peça cerâmica soltou-se do cimento, o qual se mantém unido a estrutura dental. Isso evidencia a problemática da união entre a In-Ceram Alumina e os cimentos para fixação protética.

No intuito de encontrar um método mais eficiente e que propiciasse uma união estável entre os cimentos e as peças de In-Ceram Alumina é que foi sugerido o uso do laser. O laser selecionado foi o laser de Nd:YAG e foi selecionado devido as suas características ópticas e seu potencial de modificar a estrutura de cerâmicas, quando associado a artifícios como corantes que pigmentam a superfície e permitem uma ação superficial do laser.

Assim, outro meio de tratar as cerâmicas é o laser de Nd:YAG em alta potência. Este laser já foi testado com parâmetros de 15 Hz e 60 mJ ou 80 mJ, em cerâmicas feldspáticas e apresentou resultados semelhantes aos encontrados com o condicionamento com ácido hidrofúorídrico, que é o tratamento padrão das cerâmicas feldspáticas (LI; REN; HAN, 2000). A eficácia do laser de Nd:YAG em superfícies de cerâmicas aluminizadas é adequado para promover um padrão micro-retentivo para a união com os cimentos (SILVEIRA et al., 2005). A respeito da irradiação com laser de Nd:YAG, é importante o uso de parâmetros eficazes e

reprodutíveis. Assim este estudo empregou a mesma fluência e método descritos para o tratamento da In-Ceram Alumina descritos por Silveira et al. (2005), o qual encontrou resultados favoráveis de resistência de união, justificando o uso do laser.

O laser precisa de uma densidade de energia mínima para promover modificações na superfície interna da cerâmica aluminizada. Este parâmetro mínimo foi estudado em um teste piloto realizado previamente ao estudo de Silveira et al. (2005) e está na ordem de aproximadamente 100 J/cm^2 . Também foi verificado que o parâmetro ideal é de cerca de 140 J/cm^2 .

No presente estudo o tratamento com laser de Nd:YAG promoveu os mais altos valores de resistência de união. Isto pode ser explicado pelas mudanças topográficas na superfície da In-Ceram Alumina irradiadas com laser de Nd:YAG, que mostraram um padrão de micro-morfológico favorável à união com os cimentos resinosos (Figura 5.4). O laser é emitido através de um condutor flexível (fibra óptica) e tem um comprimento de onda de 1064 nm. Esse comprimento de onda é absorvido por pigmentos chamados cromóforos (grafite em pó), permitindo a interação do laser com o tecido pigmentado. Estes resultados corroboram os achados de Silveira et al. (2005) que encontraram similares comportamentos quanto à resistência de união para grupos cimentados com o Panavia F quando o laser de Nd:YAG foi usado. Um importante aspecto encontrado no presente estudo é que a irradiação com laser também promove o mesmo comportamento para os grupos cimentados com o cimento Relyx Unicem. A ação do laser levou a formação de crateras, sulcos, poros e elevações. Assim, a superfície da In-Ceram Alumina irradiada com laser mostrou-se mais propícia à retenção micro-mecânica com os cimentos resinosos.

O último tratamento proposto foi a associação entre a irradiação com laser de Nd:YAG e o jateamento com sílica do sistema Rocatec. Considerando que o laser é efetivo para promover uma modificação da superfície interna da In-Ceram Alumina e que o Rocatec aumenta a resistência de união às expensas da união química, como foi descrito anteriormente e citado na revista da literatura que confirma esta sentença, se trabalhou com a hipótese de que a associação entre os dois tratamentos poderia potencializar a união entre a cerâmica e o cimento. Entretanto, os resultados deste experimento demonstraram que esta associação teve resultados similares ao tratamento com o Sistema Rocatec. Baseado na análise da Figura 5.5, pode ser sugerido que o jateamento com partículas de sílica de 30 micrometros pode provocar a remoção das irregularidades produzidas pela irradiação com o laser de Nd:YAG. Assim, os valores de resistência de união se equivalem aos valores encontrados para o grupo tratado com Rocatec devido ao padrão micro-retentivo similar.

Diferentes meios têm sido propostos para unir cerâmicas aluminizadas aos cimentos odontológicos. O método convencional e aceito é o emprego de agentes silano associados a cimentos resinosos contendo monômeros fosfato (MDP) (BLATZ et al., 2004). Este procedimento tem o objetivo de promover interação química potencializando a união. Estudos clássicos relataram apropriado comportamento de cimentos resinosos baseados em MDP para cimentação de cerâmicas aluminizadas (ATSU et al., 2006; BLATZ et al., 2004; KERN; WEGNER, 1998; AMARAL et al., 2006; VALANDRO et al., 2007). Os achados supracitados podem ser embasados pelos resultados do estudo de Friederich e Kern (2002), que demonstraram que o cimento Panavia 21, que contém MDP, pode apresentar união

química aos óxidos de alumínio presentes em cerâmicas de infra-estrutura como o Procera All Ceram (Nobel Biocare).

No que tange os cimentos a base de éster fosfórico metacrilato, como o Relyx Unicem, o qual é amplamente empregado por profissionais atualmente, ainda não foram realizados estudos neste sentido. Na presente pesquisa o agente silano foi empregado para todos os grupos, seguindo as instruções dos fabricantes, com a intenção de proporcionar união química além da união micromecânica. Os resultados foram coerentes com os achados de Kern e Thompson (1995) que encontraram bons resultados para os grupos que continham a cerâmica In-Ceram Alumina silanizada unida aos cimentos resinosos.

Os cimentos empregados no presente estudo: Panavia F e Relyx Unicem, mesmo com diferenças na composição e nos mecanismos de união, tiveram comportamentos similares, influenciados pelos tratamentos da superfície cerâmica e afetados negativamente pelo método de envelhecimento com hipoclorito de sódio, que resultou na diminuição dos valores de resistência de união.

Além da análise da resistência de união 24h após o procedimento de cimentação, a presente pesquisa investigou o comportamento da união após o desafio com potencial de degradação química da união entre a cerâmica InCeram Alumina e os cimentos resinosos.

Os métodos de armazenagem influenciam as interfaces adesivas, as quais são primeiramente afetadas pela sorção de água, degradação e contração de polimerização dos materiais resinosos (Valandro et al., 2007). Os meios de envelhecimento amplamente utilizados para armazenar os corpos-de-prova são a água por 24h (ATSU et al., 2006; KYIAN et al., 2007; SILVEIRA et al., 2005) ou

durante 7 dias (MICHIDA et al., 2003; VALANDRO et al., 2005) previamente aos ensaios mecânicos. No presente estudo o tempo de armazenagem foi 24h para permitir uma aproximação com o método empregado por Silveira et al. (2005) com relação aos desempenhos dos grupos estudados.

O método experimental de envelhecimento da amostra, pelo uso de hipoclorito de sódio a 10%, diminuiu significativamente os valores de resistência de união para os cimentos Panavia F e Relyx Unicem, independentemente do tratamento de superfície realizado. A resistência à degradação das interfaces das cerâmicas aluminizadas e dos cimentos resinosos é alta em condições analisadas em curto prazo, entretando as ligações entre os materiais tende a enfraquecer após a armazenagem em água ou outras condições de envelhecimento das amostras como a termociclagem, ciclagem mecânica ou desafios químicos.

No presente estudo, metade da amostra foi desafiada com um método experimental de envelhecimento, que foi testado previamente em interfaces dentina-resina (OSORIO et al., 2005; MONTICELLI et al., 2007; YAMAUTI et al., 2003) pela imersão dos corpos-de-prova em uma solução de hipoclorito de sódio a 10%. Este método não havia sido testado previamente em interfaces de união entre a cerâmica In-Ceram Alumina e cimentos. Após a análise do método experimental, foi possível inferir que o desafio químico reduziu os valores de resistência de união entre a cerâmica In-Ceram Alumina e os cimentos testados em aproximadamente 18% dos valores nominais de resistência de união. A redução dos valores de resistência de união após o desafio químico pode ser explicados por: 1) degradação do cimento presente na interface; 2) perda da estabilidade física do cimento resinoso, com deterioração das propriedades mecânicas como módulo de elasticidade, resistência,

dureza, que pode ser atribuído ao efeito de plastificação (BEATTY et al., 1993) que ocorre em materiais resinosos; 3) degradação das ligações químicas promovidas pelo agente silano pela hidrólise ou oxidação das ligações covalentes entre a cerâmica e o cimento. Esta degradação foi descrita por Arikawa et al. (1995) que relata que a adesão de partículas silanizadas à matriz de resinas compostas foi afetada pelo processo de hidrólise. O hipoclorito de sódio promove uma degradação do conteúdo orgânico que é tida como não específica e que resulta na remoção de componentes orgânicos da interface de união. Assim, cria-se a hipótese de que as ligações promovidas pelo agente silano, que são ligações orgânicas, podem ser afetadas pelo hipoclorito de sódio. A união entre cerâmicas e cimentos é suscetível a influências químicas, térmicas e mecânicas em condições intra-orais, e este é um processo complexo. O hipoclorito de sódio poderia acelerar o processo de hidrólise, pela oxidação das ligações e este pode ser um interessante método para analisar a resistência à degradação das interfaces de união.

Outro fator complementar aos estudos de resistência de união são as análises microscópicas das superfícies das cerâmicas. As superfícies da cerâmica In-Ceram Alumina, tratadas com os diferentes métodos propostos, podem ser observadas ao microscópio eletrônico de varredura (MEV), que ilustra a superfície com alta quantidade de detalhes, e em Microscópio de Força Atômica (AFM), que permite o foco em maior profundidade, gerando imagens tridimensionais dos espécimes. No presente estudo foram empregados os dois métodos de análise qualitativa para se poder fazer uma complementação das observações. É importante salientar que o método de análise das superfícies internas da cerâmica por meio de Microscópio de Força Atômica é uma inovação que permitirá posteriores

comparações com padrões de tratamento que venham a ser desenvolvidos no futuro.

Nesse estudo, a análise em MEV e AFM mostrou um padrão micro-morfológico semelhante da superfície da cerâmica tratada com oxido de alumínio ou com Rocatec (Figura 5.3 e Figura 5.4). Em ambos os tratamentos houve formação de rugosidades como cunhas pela ação do jateamento com partículas micrométricas. Esses achados concordam com o estudo de Borges et al. (2003) e Silveira et al. (2005), que relataram que o tratamento com jato de óxido de alumínio ou Rocatec não modificam de forma significativa a superfície da In-Ceram Alumina ou In-Ceram Zircônia.

É rotina a análise dos tipos de falha nos estudos de resistência de união. A classificação dos modos de falha dividida nas categorias: adesiva, coesiva e mista, foi estudada por vários autores (DELLA BONA; VAN NOORT, 1995; SHONO et al., 1997; PHRUKKANON; BURROW; TYAS, 1998). O emprego deste método de análise permitiu a confirmação do adequado andamento do estudo, considerando que a predominância de falhas do tipo mista remete a indução de tensões na interface de união cimento cerâmica, elucidando a resistência desta união. Entretanto, o estudo de Michida et al. (2003) relata 100% de falhas do tipo adesiva na interface entre o cimento resinoso e a cerâmica InCeram Alumina e o cimento Panavia F. Esta prevalência de falha do tipo adesiva pode estar relacionada ao tempo de armazenamento da amostra. O estudo de Michida et al. (2003) empregou 7 dias de armazenamento em água na temperatura de 37°C. Este tempo pode ser suficiente para promover hidrólise gerando o enfraquecimento da união, nas

condições testadas, provocando assim falhas do tipo adesiva para a totalidade dos espécimes estudados.

Os estudos *in vitro* tem uma validade interna grande, visto que há controle sobre muitas variáveis do estudo. A extrapolação destes dados para a clínica odontológica é uma questão difícil, porém há interesse de se tentar entender as utilizações clínicas dos achados. Assim, o presente estudo, *in vitro*, gerou informações importantes no que tange os tratamentos internos possíveis da cerâmica In-Ceram Alumina, destacando o laser de Nd:YAG como uma alternativa promissora clinicamente. Isso em função da facilidade do uso e do padrão microretentivo observado nas análises em microscopia. Outros trabalhos complementares, como trabalhos clínicos devem ser conduzidos com o intuito de verificar a longevidade das próteses fixas confeccionadas com as cerâmicas aluminizadas e os tratamentos com o laser de Nd:YAG, assim como a análise de longo prazo dos diferentes cimentos resinosos disponíveis no mercado.

7 CONCLUSÕES

Para o presente estudo, e considerando as limitações do estudo *in vitro*, as seguintes conclusões podem ser sugeridas:

- O laser de Nd:YAG foi o tratamento superficial mais efetivo, seguido do tratamento com Rocatec e Rocatec + Laser de Nd:YAG. O jateamento com Al_2O_3 promoveu os menores valores de resistência de união entre a cerâmica In-Ceram Alumina e o cimento resinoso;
- O método de envelhecimento com hipoclorito de sódio 10% degrada a interface de união entre o cimento resinoso e a cerâmica, podendo ser empregado como um método de envelhecimento rápido de uniões adesivas.

REFERÊNCIAS¹

Aida M, Hayakawa T, Mizukawa K. Adhesion of composite to porcelain with various surface conditions. *J Prosthet Dent* 1995;73:464–70.

Amaral R, Ozcan M, Bottino MA, Valandro LF. Microtensile bond strength of a resin cement to glass infiltrated zirconia-reinforced ceramic: the effect of surface conditioning. *Dent Mater* 2006;22(3):283-90.

Andreatta Filho OD, Bottino MA, Nishioka RS, Valandro LF, Leite FPP. Effect of Thermocycling on the bond strength of a glass-infiltrated ceramic and a resin luting cement. *J Appl Oral Sci* 2003;1:61-7.

Arikawa H, Kuwahata H, Seki H, Kanie T, Fujii K, Inoue K. Deterioration of mechanical properties of composite resins. *Dent Mater J* 1995;14(1):78-83.

Atsu SS, Kilicarslan MA, Kucukesmen HC, Aka PS. Effect of zirconium-oxide ceramic surface treatments on the bond strength to adhesive resin. *J Prosthet Dent* 2006;95(6):430-436.

Beatty MW, Swartz ML, Moore BK, Phillips RW, Roberts TA. Effect of crosslinking agent content, monomer functionality, and repeat unit chemistry on properties of unfilled resins. *J Biomed Mater Res* 1993;27(3):403-13.

Borges GA, Spohr AM, de Goes MF, Sobrinho LC, Chan DC. Effect of etching and airborne particle abrasion on the microstructure of different dental ceramics. *J Prosthet Dent* 2003; 89(5):479–88.

Blatz MB, Sadan A, Martin J, Lang B. In vitro evaluation of shear bond strengths of resin to densely-sintered high-purity zirconium-oxide ceramic after long-term storage and thermal cycling. *J Prosthet Dent* 2004;91(4):356-62.

DeHoff PH, Anusavice K J, Wang Z. Three-dimensional finite element analysis of the shear bond test. *Dent Mater* 1995;11:126-31.

Della Bona A, Van Noort R. Shear vs. tensile bond strength of resin composite bonded to ceramic. *J Dent Res* 1995;74:1591–6.

¹De acordo com Estilo Vancouver. Abreviatura de periódicos segundo base de dados MEDLINE

Friederich R, Kern M. Resin bond strength to densely sintered alumina ceramic. *Int. J Prosthodont* 2002;15:333–8.

Hummel M, Kern M. Durability of the resin bond strength to the alumina ceramic Procera. *Dent Mater* 2004;20(5):498-508.

Isidor F, Stokholm R, Ravnholt G. Tensile bond strength of resin luting cement to glass infiltrated porous aluminium oxide cores (In-Ceram). *Eur J Prosthodont Res Dent* 1995;3:199–202.

Janda R, Roulet JF, Wulf M, Tiller HJA new adhesive technology for all-ceramics. *Dent Mater* 2003;19:567–73.

Jedynakiewicz NM, Martin N. The effect of surface coating on the bond strength of machinable ceramics. *Biomaterials* 2001;22:749–52.

Kern M, Wegner SM. Bonding to zirconia ceramic: adhesion methods and their durability. *Dent Mater* 1998;14(1):64-71.

Kern M, Thompson VP. ESCA surface characterization of the alumina ceramic In-Ceram after various conditioning methods for resin bonding. [abstract 763] *J Dent Res* 1994a;73:197.

Kern M, Thompson VP. Sandblasting and silica coating of a glass-infiltrated alumina ceramic: volume loss, morphology, and changes in the surface composition. *J Prosthet Dent* 1994b;71:453–61.

Kern M, Thompson VP. Bonding to glass infiltrated alumina ceramic: adhesive methods and their durability. *J Prosthet Dent* 1995;73:240–9.

Kern M, Neikes MJ, Strub JR. Haftfestigkeit des Klebeverbundes auf In-Ceram nach unterschiedlicher oberflächenkonditionierung. *Dtsch Zahnärztl Z* 1991;46:758–61.

Kim BK, Bae HE, Shim JS, Lee KW. The influence of ceramic surface treatments on the tensile bond strength of composite resin to all-ceramic coping materials. *J Prosthet Dent* 2005;94(4):357-62.

Kiyan VH, Saraceni CHC, Silveira BL, Aranha ACC, Eduardo CP. The influence of internal surface treatments on tensile bond strength for two ceramic systems. *Oper Dent* 2007;32(5):455-63.

Kraivixien-Vongphantuset R, Pietrobon N, Nathanson D. Bond strength of resin cement to In-Ceram core material. [abstract 141] *J Dent Res* 1992;71:533.

Li R, Ren Y, Han J. Effects of pulsed Nd:YAG laser irradiation on shear bond strength of composite resin bonded to porcelain. *Hua Kou Qiang Yi Xue Za Zhi* 2000;18:377–9.

Madani M, Chu FC, McDonald AV, Smales RJ. Effects of surface treatments on shear bond strengths between a resin cement and an alumina core. *J Prosthet Dent* 2000 Jun;83(6):644–7.

Matinlinna JP, Heikkinen T, Ozcan M, Lassila LV, Vallittu PK. Evaluation of resin adhesion to zirconia ceramic using some organosilanes. *Dent Mater* 2006;22(9):824-31.

Michida SMA, Valandro LF, Yoshiga S, Andreatta Filho OD, Bottino MA. Effect of aluminous ceramic surface treatment on the microtensile bond strength. *J Appl Oral Sci* 2003;11:361–6.

Monticelli F, Osorio R, Pisani-Proenca J, Toledano M. Resistance to degradation of resin-dentin bonds using a one-step HEMA-free adhesive. *J Dent* 2007;35(2):181-6.

Neikes MJ, Kern M, Strub JR. Tensile bond strength of two silicoating (silicate/silanization) systems on the Al₂O₃–ceramic In-Ceram. [abstract 144] *J Dent Res* 1992;71:533.

Øilo G. Bond strength testing – what does it mean? *Int Dent J* 1993;43:492-8.

Osorio R, Toledano M, Osorio E, Aguilera FS, Tay F, Ferrari M. Effect of loading cycling and in vitro degradation on resin-dentin bonds using a self-etching primer. *J Biomed Mater Res* 2005;72:399-408.

Ozcan M, Alkumr UH, Gemalmaz D. The effect of surface treatment on the shear bond strength of luting cement to a glass-infiltrated alumina ceramic. *Int J Prosthodont* 2001;14:335–9.

Ozcan M, Vallittu PK. Effect of surface conditioning methods on the bond strength of luting cement to ceramics. *Dent Mater* 2003;19:725-31.

Pape FW, Pfeiffer P, Marx R. Haftfestigkeit von geätztem In-Ceram® an Zahnschmelz. *Zahnärztl Welt* 1991;100:450–53.

Phrukkanon S, Burrow MF, Tyas MJ. The influence of cross-sectional shape and surface area on the microtensile bond test. *Dent Mater* 1998;14:212–21.

Peumans M, Hikita K, De Munck J, Van Landuyt K, Poitevin A, Lambrechts P, et al. Bond durability of composite luting agents to ceramic when exposed to long-term thermocycling. *Oper Dent* 2007 Jul;32(4):372-79.

Sano H, Shono T, Sonoda H, Takatsu T, Ciucchi B, Carvalho R, Pashley DH. Relationship between surface area for adhesion and tensile bond strength - evaluation of a micro-tensile bond test. *Dent Mater* 1994;10:236-40.

Santerre JP, Shajii L, Leung BW. Relation of dental composite formulations to their degradation and the release of hydrolyzed polymeric-resin-derived products. *Crit Rev Oral Biol Med* 2001;12(2):136-51.

Saygili G, Sahmali S. Effect of ceramic surface treatment on the shear bond strengths of two resin luting agents to all-ceramic materials. *J Oral Rehabil* 2003;30:758–64.

Sen D, Poyrazoglu E, Tuncelli B, Goller G. Shear bond strength of resin luting cement to glass-infiltrated porous aluminum oxide cores. *J Prosthet Dent* 2000 Feb; 83(2):210–5.

Shono Y, Terashita M, Pashley EL, Brewer PD, Pashley DH. Effects of cross-sectional area on resin-enamel tensile bond strength. *Dent Mater* 1997;13:290-6.

Silveira BL, Paglia A, Burnett LH, Shinkai RS, Eduardo CP, Spohr AM. Micro-tensile bond strength between a resin cement and an aluminous ceramic treated with Nd:YAG laser, Rocatec System, or aluminum oxide sandblasting. *Photomed Laser Surg* 2005;23(6):543-8.

SOARES, L.F. Resistência de união entre um cimento resinoso e uma cerâmica aluminizada submetida a diferentes tratamentos de superfície [Dissertação de Mestrado]. São José dos Campos: Faculdade de Odontologia da Universidade Estadual de São Paulo; 2003.

Soares LF, Neisser MP, Mallmann A, Oyafuso DK, Carvalho MCA, Costa EMV, et al. Microtração de cerâmica aluminizada e cimento resinoso: efeito do tratamento da superfície cerâmica. [resumo Pa217] Pesqui Odontol Bras 2002; 16 (supl):149.

Sorensen JA, Engelman MJ, Torres TJ, Avera SP. Shear bond strength of composite resin to porcelain. Int J Prosthodont 1991; 4(1):17–23.

Valandro LF, Della Bona A, Bottino MA, Neisser MP. The effect of ceramic surface treatment on bonding to densely sintered alumina ceramic. J Prosthet Dent 2005;93:253-9.

Valandro LF, Ozcan M, Amaral R, Leite FP, Bottino MA. Microtensile bond strength of a resin cement to silica-coated and silanized In-Ceram Zirconia before and after aging. Int J Prosthodont 2007;20(1):70-2.

Yamauti M, Hashimoto M, Sano H, Ohno H, Carvalho RM, Kaga M, et al. Degradation of resin-dentin bonds using NaOCl storage. Dent Mater 2003;19:399-405.