



ESTUDO DA RESISTÊNCIA ADESIVA ENTRE UM CIMENTO RESINOSO E TRÊS SISTEMAS CERÂMICOS ODONTOLÓGICOS: EFEITO DO TRATAMENTO DA SUPERFÍCIE CERÂMICA

L. F. Valandro²; M. C. Bottino¹; A. Della Bona³;

A. H. A. Bressiani¹; J. C. Bressiani¹; M. A. Bottino²

¹Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares - IPEN

²Faculdade de Odontologia de São José dos Campos - UNESP

³Universidade de Passo Fundo - Faculdade de Odontologia - UPF

mbottino@ipen.br

RESUMO

Cerâmicas à base de alumina e/ou zircônia têm se destacado na odontologia por apresentarem excelente biocompatibilidade e boas propriedades mecânicas. A adesão desses materiais aos cimentos resinosos é mais difícil se comparada às cerâmicas odontológicas convencionais, com maior teor de fase vítrea. Alguns tratamentos de superfície têm sido indicados para melhorar essa adesão. Neste trabalho foi avaliado o efeito do tratamento de superfície de três cerâmicas, na resistência adesiva com um cimento resinoso, pelo teste de microtração. Blocos cerâmicos (5x6x8mm) foram polidos, jateados com pó de Al₂O₃ ou sistema CoJet (silicatização) e colados com cimento resinoso a blocos de resina (5x6x8mm). Após cimentação os blocos cerâmica-resina foram armazenados em água destilada e seccionados, obtendo-se amostras com 0,6±0,1mm² de área adesiva, que foram submetidas a ensaio de microtração. Os dados de resistência adesiva revelam que a silicatização proporciona os melhores valores de adesão entre as cerâmicas e o cimento utilizado.

Palavras Chave: alumina, zircônia, tratamento de superfície, resistência adesiva.

Introdução

As restaurações puramente cerâmicas, livres de materiais metálicos, surgiram com o aumento no conteúdo de alumina incorporado às cerâmicas convencionais à base de feldspato ⁽¹⁾, proporcionando melhoria nas propriedades mecânicas e permitindo sua utilização em restaurações de dentes posteriores.



O sistema cerâmico comercial *In-Ceram Alumina* ⁽²⁾ apresenta em sua formulação 80% peso de alumina e infiltração de aluminossilicato de lantânio (20% peso). A cerâmica *ProCera AllCeram* é um material à base de alumina (99.9% peso) sinterizado com alta densidade ⁽³⁾. O *In-Ceram Zirconia* é constituído de alumina (67% peso), zircônia (13% peso) e segunda fase vítrea infiltrada (20% peso), similarmente à *In-Ceram Alumina*. Esses materiais cerâmicos possuem composições diferentes, mas são todos resistentes ao ataque por ácido fluorídrico (HF), passo essencial na cimentação de materiais cerâmicos à estrutura dental ^(4,5,6).

Alguns estudos abordam o mecanismo de adesão das cerâmicas feldspáticas a cimentos resinosos, por meio da criação de retenções micromecânicas provocadas na superfície cerâmica com auxílio do ácido fluorídrico, seguida da aplicação de um agente de união, silano ^(7,8,9). Este procedimento produz uma ligação química entre a resina e a sílica presente no material cerâmico. O ataque por ácido e a silanização aumentam a energia de superfície do substrato cerâmico, melhorando a molhabilidade e diminuindo o ângulo de contato entre a superfície cerâmica e o cimento resinoso ⁽¹⁰⁾. O agente de união, silano, apresenta um caráter bifuncional permitindo a adesão entre a sílica presente na cerâmica feldspática e a matriz resinosa do cimento, por meio de ligações siloxanas ⁽¹¹⁾.

Inúmeros trabalhos relatam que o tratamento da superfície cerâmica com sílica, a silicatização, parece ser um dos métodos mais eficazes para promover a adesão de cerâmicas resistentes ao ácido fluorídrico aos cimentos resinosos ^(5,12,13). Entretanto, ainda existem dúvidas sobre a eficiência dos métodos de tratamento de superfície de cerâmicas ácido-resistentes, pois estas possuem grande diversidade de composição química e características microestruturais.

O objetivo deste trabalho é estudar tratamentos superficiais, com e sem sílica, em cerâmicas resistentes ao ataque ácido, visando o aumento da resistência adesiva entre a cerâmica e um cimento resinoso, e analisar a influência do tipo de cerâmica na resistência adesiva.

Materiais e Métodos

Dez blocos (5x6x8 mm³) de cerâmicas *In-Ceram Alumina* (AL-VITA Zahnfabrik, Alemanha), *In-Ceram Zirconia* (ZR-VITA Zahnfabrik, Alemanha), e



Procera AllCeram (PR-Nobel Biocare, Suécia) foram produzidos em laboratório, ou no caso desta última, fornecido pelo fabricante.

As superfícies cerâmicas foram polidas (Labpol 8-12, Extec, EUA), com auxílio de lixas metalográficas, até 1200 mesh. Blocos similares foram produzidos em resina composta (W3D Master, Wilcos, RJ, Brasil – lote # 010/03), utilizando-se molde de silicone (Elite HD, Itália, lote # B01.01.B), sendo que para cada bloco cerâmico foi confeccionado um bloco de resina (RC).

Os blocos cerâmicos (AL, ZR, e PR) foram divididos em dois grupos e submetidos a um dos seguintes tratamentos de superfície:

- JAT - jateamento com partículas de óxido de alumínio (110 μm) nas seguintes condições: perpendicularmente e a 1 cm da superfície cerâmica, por 15 s e pressão de 2.8 bars ^(2,6,12,13).
- COJ - jateamento com partículas de óxido de alumínio (30 μm), modificadas por sílica (Sistema CoJet, 3M-ESPE, EUA; lote #116459), seguindo o mesmo procedimento de aplicação adotado no grupo JAT. Em seguida, as superfícies foram silanizadas, isto é, foram recobertas por uma película de um agente de união silano (ESPE-Sil) aguardando-se 5 minutos para a secagem ⁽¹⁴⁾.

As superfícies das amostras foram observadas por microscopia eletrônica de varredura (MEV) (JEOL–JSM–T330A, Jeol, Japão), para análise de mudanças na topografia.

Após os tratamentos de superfície nos diferentes materiais, cada bloco cerâmico foi colado a um bloco de resina por meio de um cimento resinoso (Panavia F, Kuraray CO., Japão, lote # 107AF), de acordo com as recomendações dos fabricantes. O conjunto cerâmica-cimento-resina foi submetido ^(2,6,12,13) a uma carga vertical de 750 g. O cimento resinoso foi ativado por luz halógena por 40 s em cada lado do bloco ⁽¹⁵⁾. Feito isso, foi aplicada uma camada do material Oxyguard (barreira em gel inibidora de oxidação) sobre o cimento resinoso, aguardando-se 10 minutos antes da remoção da carga. Os blocos foram finalmente enxaguados com spray ar-água e armazenados em água destilada a 37° C, por 1 semana (Figura 1A).

Os blocos foram fixados a uma base metálica, e seccionados utilizando-se disco de corte de diamante em baixa velocidade (lote #7016, KG Sorensen, Barueri, Brasil), sob constante refrigeração (Figura 1B).

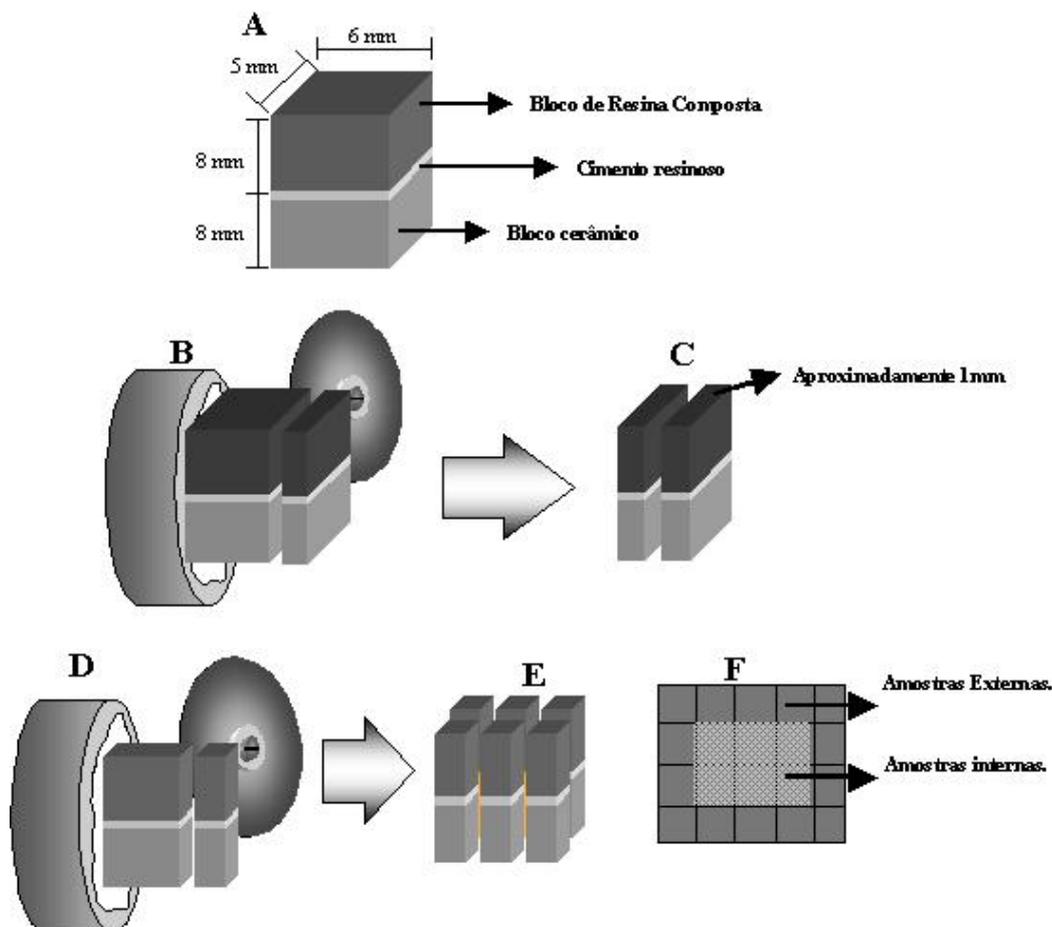


Figura 1. Bloco cerâmico e de resina composta cimentados (A). Secção do bloco fixado à máquina de corte (B). Fatias internas (C) a serem utilizadas no preparo das amostras (D) para o ensaio de microtração (E e F).

O primeiro corte, de aproximadamente 1 mm, foi descartado, devido a possibilidade de haver excesso ou falta de cimento na interface, fatores que podem influenciar os resultados de resistência ⁽¹⁶⁾ (Figura 1F). Dois cortes com espessura de 0.8 ± 0.1 mm foram obtidos por bloco (Figura 1C). As fatias, giradas em 90° , foram novamente coladas a uma base metálica (Figura 1D) e as amostras mais externas também foram desprezadas, pelas razões descritas acima. Seis amostras em forma de barras, com aproximadamente $0,6 \text{ mm}^2$ de área adesiva, foram obtidas de cada bloco ^(15,24,25), sendo utilizados 5 blocos ($n = 30$) (Figuras 1E e 1F).

Cada amostra foi colada com cianoacrilato paralelamente ao eixo de um dispositivo adaptado para o teste de microtração, para minimizar forças de torção durante o teste mecânico (Figura 2A e 2B). O dispositivo foi fixado a uma máquina de ensaio universal (EMIC DL-1000, EMIC, São José dos Pinhais, Brasil) e o teste realizado a uma velocidade de 1 mm.min⁻¹, até a fratura da amostra ⁽¹⁷⁾.

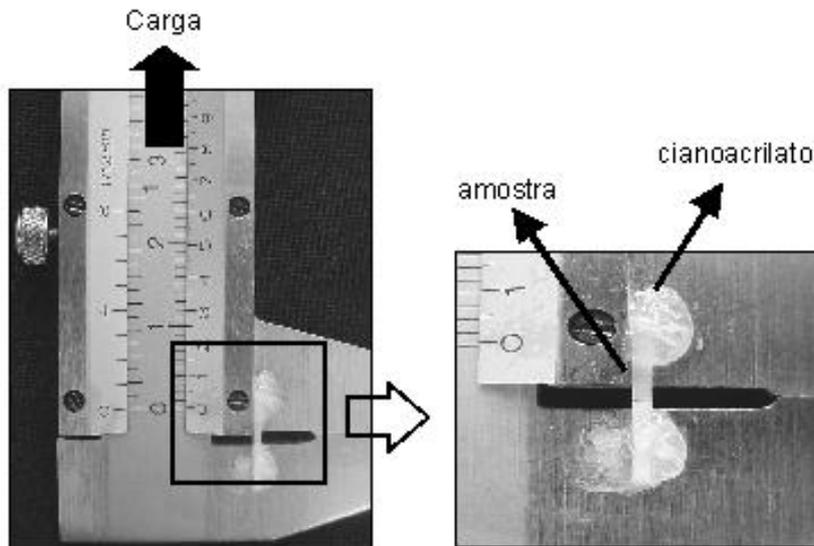


Figura 2: Dispositivo adaptado para o teste de resistência adesiva pelo ensaio de microtração.

Os valores de resistência adesiva foram calculados pela relação: $\sigma = C/A$, sendo: C , carga no momento da falha e A , a área adesiva. Os resultados foram submetidos a análise de variância ANOVA (dois fatores), e ao teste de Tukey ($\alpha \leq 0.05$).

As superfícies das amostras ensaiadas foram observadas por microscopia óptica (Zeiss MC 80 DX, Zeiss, Alemanha) para determinação do tipo de falha.

Resultados

Os valores médios de resistência adesiva e desvio padrão dos seis grupos testados são apresentados na Tabela 1. O grupo AL-COJ apresenta valor médio de resistência adesiva estatisticamente maior do que os outros grupos. Os valores médios de resistência adesiva dos grupos AL-JAT, ZR-JAT e PR-COJ não são considerados estatisticamente diferentes. A silicatização das superfícies cerâmicas utilizando-se o sistema CoJet (COJ) proporciona maiores valores médios de



resistência adesiva, comparativamente ao jateamento com óxido de alumínio, em todos os materiais analisados.

Tabela 1. Valores médios de resistência adesiva e desvio padrão dos grupos.

Grupos	σ^* (MPa) (DP)
1- AL-JAT	17,3 ^b (2,6)
2- AL-COJ	31,2 ^d (4,3)
3- ZR-JAT	15,1 ^{ab} (5,3)
4- ZR-COJ	26,8 ^c (7,4)
5- PR-JAT	12,7 ^a (2,6)
6- PR-COJ	18,5 ^b (4,7)

* Letras diferentes indicam diferenças estatística entre grupos ($\alpha \leq 0.05$).

Os valores médios de resistência adesiva para os dois tratamentos de superfície empregados estão listados na Tabela 2. Considerando o fator tratamento de superfície, a silicatização das superfícies cerâmicas utilizando-se o sistema CoJet (COJ) proporciona maiores valores médios de resistência adesiva, se comparados aos obtidos pelo jateamento com óxido de alumínio.

Tabela 2. Valores médios de resistência adesiva e desvio padrão, considerando o fator tratamento de superfície.

Tratamento	σ^* (MPa) (DP)
JAT	15,05 ^a (4,2)
COJ	25,51 ^b (7,7)

* Letras diferentes indicam diferenças estatística entre grupos ($\alpha \leq 0.05$).

Os valores médios de resistência adesiva para os três sistemas cerâmicos avaliados (Tabela 3) mostram que os sistemas *In-Ceram Alumina* (AL) e *Zirconia* (ZR) apresentaram valores de resistência adesiva similares e estatisticamente superiores ao valor médio encontrado para o *Procera* (PR).

Tabela 3. Valores médios de resistência adesiva e desvio padrão, considerando o fator cerâmica.

Cerâmica	σ^* (MPa) (DP)
AL	24,26 ^a (7,9)
ZR	20,98 ^a (8,7)
PR	15,61 ^b (4,8)

*Letras diferentes indicam diferenças estatística entre grupos ($\alpha \leq 0.05$).

O jateamento com CoJet-Sand (Figuras 3B, 3D, e 3F) propicia a deposição de sílica sobre as superfícies das três cerâmicas, dando origem a superfícies com topografia diferente das observadas nas amostras jateadas com partículas de óxido de alumínio 110 μm (Figuras 3A, 3C, e 3E).

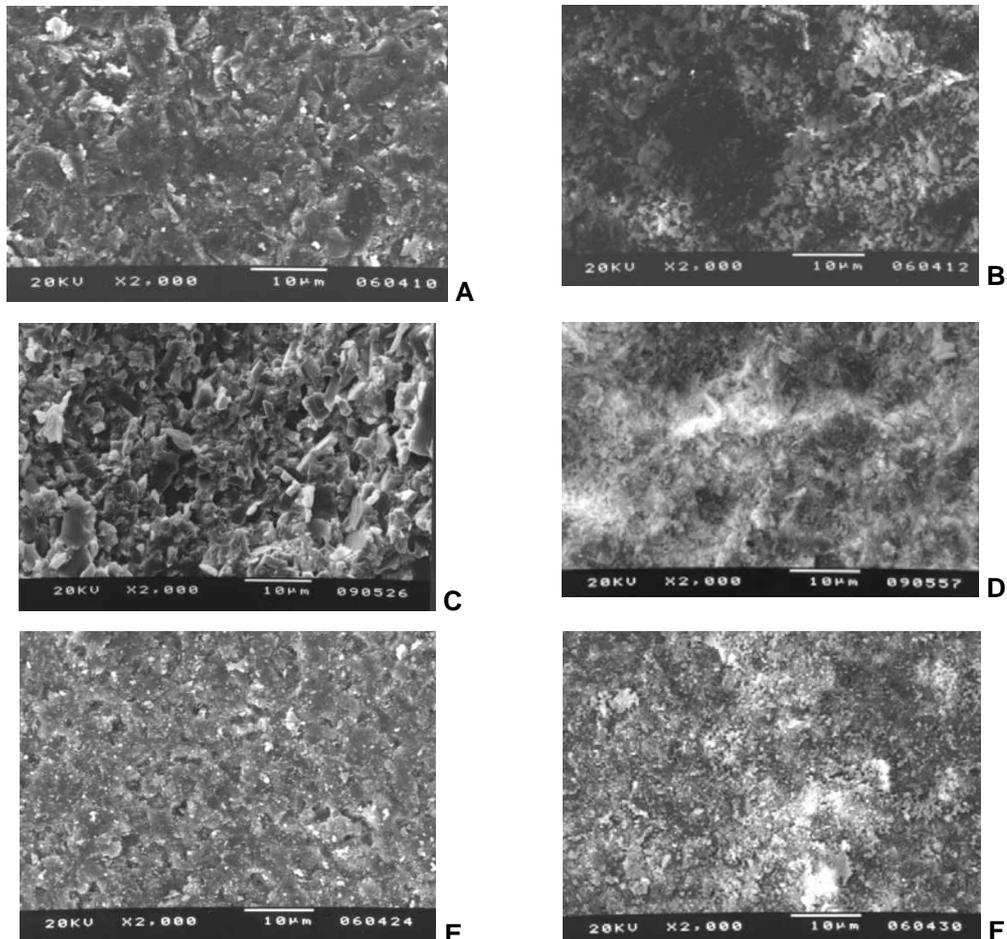


Figura 3 – Micrografias eletrônicas de varredura de superfícies cerâmicas tratadas: *In-Ceram Alumina* (AL): **A** – JAT; **B** – COJ; *In-Ceram Zirconia* (ZR): **C** – JAT; **D** – COJ e *Procera AllCeram* (PR): **E** – JAT; **F** – COJ.

As superfícies fraturadas foram observadas por microscopia óptica de luz. Independentemente do grupo analisado, todas fraturas coesivas ocorreram na interface adesiva.

Discussão

O objetivo da realização de testes de resistência adesiva é observar o comportamento das interfaces adesivas mediante a aplicação de determinada carga.



Testes de cisalhamento têm sido colocados em discussão por desenvolverem tensões não homogêneas na interface adesiva, gerando maior tensão no substrato do que na interface. Este fenômeno impede a correta medida da resistência adesiva da interface, limitando o aprimoramento nos sistemas de adesão, já que, em geral, a falha tem início em um dos substratos, e não na zona adesiva ^(18,19). Análises do tipo de fratura, baseadas em princípios fractográficos, minimizam o risco de interpretação errônea dos dados ^(17,19,20).

Apesar dos testes convencionais de tração também apresentarem limitações, como: dificuldade do alinhamento da amostra e tendência a uma distribuição heterogênea do cimento na interface adesiva ⁽²¹⁾, este tipo de teste é bastante utilizado por proporcionar informações da resistência adesiva global ^(17,22). Em contrapartida, o teste de microtração permite alinhamento mais apropriado das amostras e a distribuição de tensões é mais homogênea ^(23,24). Levando-se em consideração que neste trabalho todas as amostras apresentaram falhas na zona adesiva, os valores médios de resistência adesiva no ensaio de tração foram considerados representativos para todos os materiais avaliados.

O grupo de amostras AL-COJ alcançou o maior valor médio de resistência adesiva seguido pelo grupo ZR-COJ, Tabela 1. O valor médio de resistência adesiva do grupo PR-COJ foi estatisticamente inferior aos outros dois grupos tratados com sílica (COJ), mas não apresenta diferença estatística quando comparados aos grupos AL-JAT e ZR-JAT. Estes resultados podem ser explicados pelos seguintes fatores: [1] ligação química entre a sílica depositada na superfície cerâmica e o cimento resinoso, auxiliada pelo agente de união silano ⁽²⁵⁾; [2] existência de ligação química entre o monômero (10-MDP, 10 óxido metacrilóildecildiidrogeno fosfato), presente no cimento resinoso, e os óxidos de alumínio e zircônio das cerâmicas ⁽⁶⁾; e [3] a presença de uma fase vítrea nos dois sistemas *In-Ceram*, *Alumina* (AL) e *Zirconia* (ZR), auxilia o recobrimento por sílica e dessa forma, aumenta os valores de resistência adesiva.

As cerâmicas AL e ZR apresentam valores médios de resistência adesiva maiores do que a cerâmica *Procera AllCeram* (PR), independentemente do tratamento de superfície, (Tabela 3). A cerâmica AL apresenta comportamento diferente da cerâmica PR, apesar dos dois materiais serem à base de alumina. Estes resultados concordam com a idéia de que existe uma maior resistência



adesiva entre o cimento resinoso e as cerâmicas aluminizadas infiltradas por vidro submetidas à sistemas de silicatização ⁽²⁾, sugerindo que a presença de uma fase vítrea na cerâmicas auxilia no processo de recobrimento superficial com sílica.

A microestrutura sem poros da cerâmica Procera AllCeram impede que ocorra uma união confiável a cimentos que não contenham monômeros (10-MDP), quando esta é tratada por métodos convencionais, como o ataque químico com ácido fluorídrico ⁽⁵⁾. Entretanto, Friederich & Kern ⁽¹¹⁾ obtiveram valores elevados de resistência adesiva quando do uso de um cimento contendo tais monômeros. A validade deste procedimento foi comprovada neste trabalho. No entanto, os valores obtidos ainda são inferiores aos verificados para cerâmicas infiltradas com material vítreo.

A capacidade de adesão dos agentes de união silano à sílica está bem estabelecida para as cerâmicas ácido-sensíveis, como as feldspáticas, leucíticas e de dissilicato de lítio. O silano reage com a sílica presente na estrutura da cerâmica e com os grupos metacrilatos do material resinoso ⁽²⁶⁾. Esta adesão sílica-silano também ocorre em cerâmicas ácido-resistentes, quando o processo de silicatização é utilizado na superfície da cerâmica ⁽²⁵⁾.

Este estudo demonstra que, independente da cerâmica estudada, o sistema (CoJet) proporciona valores de resistência adesiva estatisticamente superiores àqueles obtidos pelo jateamento das superfícies cerâmicas com partículas de Al₂O₃. A caracterização microestrutural das superfícies cerâmicas tratadas sugere que o sistema CoJet (Figuras 3B, 3D e 3F) promove uma deposição de sílica na superfície cerâmica, diferentemente das amostras jateadas com partículas de Al₂O₃ (Figuras 3A, 3C e 3E), corroborando com os resultados encontrados por Kern & Thompson ⁽²⁷⁾. Estes autores observaram um aumento no conteúdo de sílica na superfície da cerâmica In-Ceram após tratamento com sistema Rocatec-Plus, sugerindo que o tratamento de superfície poderia melhorar a resistência adesiva ao cimento resinoso, verificado posteriormente em outros trabalhos ⁽²⁾.

O processo de silicatização (COJ) proporcionou, para todas as cerâmicas estudadas, maior adesão entre as superfícies cerâmicas e o cimento resinoso, pois a sílica depositada auxilia nas ligações químicas formadas.



Conclusão

Este estudo demonstrou que a silicatização desempenha um importante papel na promoção de uma maior resistência adesiva das cerâmicas resistentes a ácidos, em especial para aquelas que contêm fase vítrea, como o In-Ceram (AL) e o In-Ceram (ZR).

Agradecimentos

À Fapesp, e a Wilcos do Brasil pela doação do material.

BOND STRENGTH OF A RESIN CEMENT TO THREE CERAMIC SYSTEMS: EFFECT OF CERAMIC SURFACE TREATMENT

ABSTRACT

Alumina and zirconia based ceramics have been used in dentistry due to their excellent biocompatibility and good mechanical properties. The adhesion of this ceramics to the resin cements is much more difficult comparing to conventional ceramics that possess a high content of glassy phase. In this way, several surface treatments have been indicated to improve the adhesion between ceramic-resin cement. In this study it was evaluated the effect of ceramic surface treatment on bond strength of a resin cement and three ceramic systems. A microtensile test was employed for this purpose. The ceramic blocks (5x6x8mm) were polished, sandblasted with Al₂O₃ particles or with Cojet Sytem (silicatization) and bonded to resin blocks (5x6x8mm) using a resin cement. After cementation procedure the blocks were stored in distilled water and finally cut to produce bar specimens with a bonding area of approximately 0.6 mm² which were loaded to failure under microtensile test. The data revealed that silicatization provides the best bond strength values among the ceramics and resin cement.

Keywords: Alumina, Zirconia, ceramic surface treatment, bond strength.



Referências

1. M. Andersson, A. Odén. *Acta Odontol Scand* 51, (1993) 59.
2. W. Awliya, A. Odén, P. Yaman, J.B. Dennison, M.E. Razzoog. *Acta Odontol Scand* 56, (1998) 9.
3. K.K. Chen, Y. Shono, T. Ogawa, Y. Kozono, M. Terashita. *Dent Mater* 20, (2001) 315.
4. P.H. DeHoff, K.J. Anusavice, Z. Wang. *Dent Mater* 11, (1995) 126.
5. Della Bona, R. Van Noort. *J Dent Res* 74, (1995) 1591.
6. R.M. Foxton, P.N.R. Pereira, M. Nakajima, J. Tagami, H. Miura. *J Adhesive Dent* 4, (2002) 49.
7. S. Canay, N. Hersek, A. Ertan. *J Oral Rehabil* 28, (2001) 95.
8. Della Bona, K. J. Anusavice, J. A. Hood. *Int J Prosthodont* 15, (2002) 248.
9. S. Debnatha, S. L. Wunder, J. I. McCool, G. R. Baran. *Dent Mater* 19, (2003) 441.
10. R. Frankenberger, N. Krämer, J. Sindel. *Oper Dent* 25, (2000) 209.
11. R. Friederich, M. Kern. *Int J Prosthodont* 15, (2002) 333.
12. T. Hooshmand, R. Van Noort, A. Keshvad. *Dent Mater* 18, (2002) 179.
13. F. Isidor, R. Stokholm, G. Ravnholt. *Eur J Prosthodont Res Dent* 3, (1995) 199.
14. N.M. Jedyakiewicz, N. Martin. *Biomaterials* 22, (2001) 749.
15. M. Kern, V.P. Thompson. *J Prosthet Dent* 73, (1995) 240.
16. M. Kern, V.P. Thompson. *J Dent Res* 73 (sp iss) (1994) 197. (Abstract 763)
17. M. Kern, V.P. Thompson. *J Prosthet Dent* 71, (1994) 453.
18. M. Kern, S.M. Wegner. *Dent Mater* 14, (1998) 64.
19. J.W. McLean, T.H. Hughes. *Br Dent J* 19, (1965) 251.
20. J.J. Mecholsky Jr. *Dent Mater* 11, (1995) 113.
21. S. Phoenix, C. Shen. *Int J Prosthodont* 8, (1995) 187.
22. S. Phrukkanon, M.F. Burrow, M.J. Tyas. *Dent Mater* 14, (1998) 212.
23. H. Sano, Y. Shono, H. Sonoda, T. Takatsu, B. Ciucchi, R. Carvalho, D.H. Pashley. *Dent Mater* 10, (1994) 236.
24. K.J.M. Söderholm, S.W. Shang. *J Dent Res* 72, (1993) 1050.
25. R. Van Noort, G. Cardew, I.C. Howard, S. Noroozi. *J Dent Res* 70, (1991) 889.
26. S.M. Wegner, W. Gerdes, M. Kern. *Int J Prosthodont* 15, (2002) 267.
27. S.M. Wegner, M. Kern. *J Adhesive Dent* 2, (2000) 139.