

TRABALHO DE CONCLUSÃO DE CURSO

**Condicionamento com ácido fluorídrico em cerâmica:
como e por quê?**

Renan Dias Carvalho



**UNIVERSIDADE FEDERAL DE SANTA CATARINA
CURSO DE GRADUAÇÃO EM ODONTOLOGIA**

Renan Dias Carvalho

**CONDICIONAMENTO COM ÁCIDO FLUORÍDRICO EM CERÂMICA: COMO E
POR QUÊ?**

Trabalho apresentado à Universidade Federal de Santa Catarina, como requisito para a conclusão do Curso de Graduação em Odontologia.

Orientadora: Prof^ª. Dr^ª. Renata Gondo Machado.

Co-orientadora: C.D. Maynara Schlickmann de Freitas.

Florianópolis

2016

Renan Dias Carvalho

**CONDICIONAMENTO COM ÁCIDO FLUORÍDRICO EM CERÂMICA: COMO E
POR QUÊ?**

Este Trabalho de Conclusão de Curso foi julgado adequado para a obtenção do título de cirurgião-dentista e aprovado em sua forma final pelo Departamento de Odontologia da Universidade Federal de Santa Catarina.

Florianópolis, 17 de outubro de 2016.

Banca Examinadora:

Prof^a. Dr^a. Renata Gondo Machado, UFSC

Orientadora

CD. Shizuma Shibata, UFSC

Membro

CD. Carolina Mayumi Cavalcanti Taguchi, UFSC

Membro

Dedico este trabalho ao meus amados
pais Jairo e Lúcia, por abdicarem de
muitos sonhos de suas vidas em função
dos seus filhos. A vocês minha eterna
gratidão.

AGRADECIMENTOS

À minha orientadora, Prof^ª. Dr^ª. Renata Gondo Machado, por ser uma pessoa maravilhosa comigo desde nossa primeira reunião, nunca medindo esforços para me orientar, ajudar e ensinar. Agradeço por ter me dado o privilégio de ser seu orientado e ter a oportunidade de conviver com uma pessoa tão extraordinária e amável, um exemplo não só de profissional, mas de alguém em quem eu me espelho e levarei sempre comigo. Por fim, agradeço pela nossa amizade, por todas as nossas conversas, pelos conselhos e pela paciência com meus erros e dificuldades. A você, minha eterna admiração e gratidão.

Agradeço aos meus pais, Jairo Aparecido de Carvalho e Lúcia de Fátima Dias Carvalho, minha razão de viver. Apesar da distância, vocês sempre estiveram comigo e sempre acreditaram em mim. Obrigado pelos valores ensinados, pela educação que me deram e por não pouparem esforços para que eu realizasse esse sonho. Palavras não seriam suficientes para demonstrar a gratidão que tenho por vocês. Vocês serão sempre minha fonte de inspiração e motivação.

A minha irmã Manuela Dias Carvalho. Agradeço por nunca se negar a estender a mão a mim, sempre me motivando, me elogiando e me dando força para que eu chegasse até aqui. Mesmo longe, você poderá sempre contar comigo para qualquer situação.

A minha namorada Mariana Alves Felipe, o melhor presente que essa universidade poderia ter me dado. Você é a razão por eu querer sempre dar o melhor de mim. Obrigado por estar comigo em todos os momentos, me motivar, incentivar e ser essa pessoa tão companheira, amorosa e com esse coração do tamanho do mundo. Também agradeço a toda a sua família, especialmente sua mãe, Nesterli Alves Garcia, por me tratar sempre como um filho.

Meus sinceros agradecimentos a minha co-orientadora Maynara Schlickmann de Freitas, por ter conseguido o material para que esse trabalho se tornasse viável e se dispor ajudar naquilo que fosse necessário.

Agradeço a Me. Carolina Mayumi Cavalcanti Taguchi, por todo o auxílio imprescindível e por ter compartilhado seus conhecimentos, de forma a contribuir com a riqueza do trabalho. Agradeço também por prontamente ter aceitado realizar a análise estatística do trabalho, realizando-a com muita competência.

Ao Prof. Dr. Shizuma Shibata, pela amizade, por ter me ajudado com os materiais e por ter aceitado o convite em ser membro da banca examinadora. Agradeço também ao seu irmão, Ulysses Tokio Shibata, pela disponibilidade e ajuda.

A amiga Luiza Guerra, por estar sempre disposta a me ajudar, e sempre com um bom humor contagiante. Agradeço também pelo estímulo e incentivo que você sempre me deu.

A todos os meus amigos que o curso de Odontologia permitiu criar e o fez muito mais agradável. Obrigado por terem feito o diferencial para tornar meus dias melhores. Em especial a minha dupla e grande amigo Caio, por ter compartilhado tantos momentos, sempre crescendo juntos.

Agradeço a toda equipe de dentística da UFSC (mestrandos, doutorandos e professores) pela dedicação, comprometimento e por sempre me receberem de braços abertos. Vocês são um diferencial nesta Universidade.

À Katina Roumbedakis, por ter sido fundamental na ajuda e na obtenção das imagens no MEV.

Agradeço também a Universidade Federal de Santa Catarina, por me proporcionar durante toda esta jornada o conhecimento, a experiência e todos os momentos que mudaram minha vida.

Por fim, agradeço a Deus, por sempre me iluminar, guiando meus passos e escolhas.

*“O maior inimigo do conhecimento não é a
ignorância, mas a ilusão do
conhecimento”. (Stephen Hawking)*

Carvalho, R.D. Condicionamento com ácido fluorídrico em cerâmica: como e por quê? [Trabalho de Conclusão de Curso]. Florianópolis: Curso de Graduação em Odontologia da UFSC; 2016.

RESUMO

O objetivo deste trabalho foi avaliar a influência do ácido fluorídrico em diferentes concentrações e tempos de aplicação na resistência de união de cerâmicas de dissilicato de lítio (IPS e.max CAD, Ivoclar Vivadent, Shaan, Liechtenstein). Foram confeccionados 16 espécimes de cerâmicas de dissilicato de lítio, e divididos em grupos de acordo com o protocolo de aplicação do ácido fluorídrico: A – ácido fluorídrico 5% por 20s; grupo B – ácido fluorídrico 5% por 60s; grupo C – ácido fluorídrico 10% por 20s; grupo D – ácido fluorídrico 10% por 60s. Todos os blocos foram silanizados após o condicionamento ácido e enxágue, e então receberam a aplicação de uma camada de adesivo. Para o ensaio de microcisalhamento, seis cilindros de cimento resinoso foram confeccionados sobre a superfície de cada amostra cerâmica condicionada. Após esta etapa, as amostras foram submetidas ao teste de microcisalhamento em uma máquina de ensaio universal. Os resultados foram analisados por meio dos testes Anova Two Way e post hoc de Sidak. As caracterizações dos padrões de condicionamento foram conduzidas pela análise em MEV com duas amostras representativas de cada grupo, além de duas amostras controle (sem condicionamento). Para as concentrações 5% e 10%, não houve diferença estatística significativa na resistência de união para os diferentes tempos de condicionamento. Já para os diferentes tempos de tratamento com ácido fluorídrico, houve diferença estatística quando o condicionamento foi realizado por 60 s, obtendo uma maior resistência de união com o ácido fluorídrico 10%. As imagens em MEV evidenciaram o aumento do grau de dissolução da matriz vítrea e exposição dos cristais de dissilicato de lítio, sendo que no grupo D, os espécimes apresentaram uma superfície com “crateras”, micro defeitos e fendas. Conclui-se que o mais indicado seria realizar o condicionamento com ácido fluorídrico na concentração de 5% por 20 segundos, onde há menor risco pelo ácido, menor tempo clínico de aplicação e menor risco de fragilidade da cerâmica.

Palavras-chave: Cerâmica. Ácido fluorídrico. Resistência ao cisalhamento.

Carvalho, R.D. Hydrofluoric acid etching in ceramic: how and why? [Trabalho de Conclusão de Curso]. Florianópolis: Curso de Graduação em Odontologia da UFSC; 2015.

ABSTRACT

The aim of this study was to evaluate the influence of hydrofluoric acid in different concentrations and application times on bond strength of lithium disilicate ceramic (IPS e.max CAD, Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein). Sixteen specimens were made of lithium disilicate ceramic, and divided into groups according to the application technique of hydrofluoric acid: A - 5% hydrofluoric acid for 20s; Group B - Hydrofluoric acid 5% for 60s; Group C - 10% hydrofluoric acid for 20s; Group D - hydrofluoric acid 10% for 60s. The surfaces were covered by hydrofluoric acid gel according to the concentration and time previously set for each group and subgroup. All blocks were silanized after etching and received the application of an adhesive layer. For the microshear bond test, six cylinders resin cement were built on the conditioned surface of each ceramic sample. After this step, the samples were subjected to the microshear bond test on a universal testing machine. The results were analyzed by the test of Anova Two Way and post hoc Sidak. Characterization of conditioning patterns were conducted by SEM analysis with two samples representative of each group, plus two control samples (without etching). For the 5% and 10% concentrations, there was no statistically significant difference between the different conditioning times. However, for the different times of hydrofluoric acid treatment, there a statistical difference between the concentrations when the conditioning was carried out for 60 s, getting a superior bond strength with hydrofluoric acid 10%. The SEM images showed an increase of the degree of dissolution of the glass matrix and exposure of lithium disilicate crystals, and after conditioning for 60s, with HF acid at 10%, the specimens had a surface with "craters" defects and micro cracks. It was concluded that the most appropriate would be to perform etching with hydrofluoric acid at 5% for 20 seconds, resulting in a less risk by acid, less clinical application time and less risk of ceramic fragility.

Keywords: Ceramic. Hydrofluoric acid. Microshear test.

LISTA DE FIGURAS

| | |
|--|-----------|
| Figura 1. Blocos da cerâmica e.max CAD | 37 |
| Figura 2. Inserção da resina acrílica no cilindro de pvc..... | 39 |
| Figura 3. Amostra pronta para receber o tratamento de superfície. | 39 |
| Figura 4. Condicionamento ácido da amostra. | 40 |
| Figura 5. A: Cortagem dos tubos Tygon. B: Posicionamento dos tubos..... | 41 |
| Figura 6. A: Inserção da pasta base do cimento Variolink Venner. B. Fotopolimerização do cimento..... | 42 |
| Figura 7. Cilindros de cimento sobre a superfície da cerâmica embutida no cilindro de PVC..... | 42 |
| Figura 8. Execução do teste de microcislamento. | 43 |
| Figura 9. Imagens resultantes do condicionamento com ácido fluorídrico na superfície da cerâmica (IPS e.max Press) para as concentrações 5% por 20 segundos, 5% por 60 segundos, 10% por 20 segundos, 10% por 60 segundos (A, B, C, D, respectivamente) no aumento de 500x em microscopia eletrônica de varredura..... | 46 |
| Figura 10. Imagens resultantes do condicionamento com ácido fluorídrico na superfície da cerâmica (IPS e.max Press) para as concentrações 5% por 20 segundos, 5% por 60 segundos, 10% por 20 segundos, 10% por 60 segundos (A, B, C, D, respectivamente) no aumento de 850x em microscopia eletrônica de varredura..... | 47 |
| Figura 11. Imagens resultantes do condicionamento com ácido fluorídrico na superfície da cerâmica (IPS e.max Press) para as concentrações 5% por 20 segundos, 5% por 60 segundos, 10% por 20 segundos, 10% por 60 segundos (A, B, C, D, respectivamente) no aumento de 2000x em microscopia eletrônica de varredura.... | 47 |
| Figura 12. Imagens denotando a diferença entre amostras controle e o grupo 4 (HF 10% - 60s). Em A e B, imagens resultantes do aumento de 850x do grupo controle e do grupo 4, respectivamente. Em C e D, imagens resultantes do aumento de 2.000x do grupo controle e do grupo 4 respectivamente. | 49 |

LISTA DE TABELAS

| | |
|--|-----------|
| Tabela 1. Análise descritiva dos dados (valor máximo, valor mínimo, média e desvio padrão)..... | 44 |
| Tabela 2. Valores do teste de normalidade dos resíduos e teste de homogeneidade das variâncias | 44 |
| Tabela 3. Valores de média de resistência de união ao microcisalhamento para as variáveis concentração e tempo..... | 45 |

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

S - SEGUNDOS

MEV - MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA

HF - ÁCIDO FLUORÍDRICO

UFSC –UNIVERSIDADE FEDERAL DE SANTA CATARINA

Mpa – MEGAPASCAL

SUMÁRIO

| | | |
|----------|--|-----------|
| 1 | INTRODUÇÃO | 25 |
| 2 | REVISÃO DE LITERATURA..... | 27 |
| 2.1 | CERÂMICAS | 27 |
| 2.2 | TRATAMENTOS DE SUPERFÍCIE | 28 |
| 2.3. | TRATAMENTOS DE SUPERFÍCIE COM ÁCIDO FLUORÍDRICO..... | 32 |
| 3 | OBJETIVOS | 36 |
| 3.1 | OBJETIVO GERAL..... | 36 |
| 3.2 | OBJETIVOS ESPECÍFICOS | 36 |
| 4 | MATERIAIS E MÉTODOS..... | 37 |
| 4.1 | DISTRIBUIÇÃO DOS GRUPOS..... | 37 |
| 4.2 | CONFECÇÃO DOS ESPÉCIMES | 38 |
| 4.3 | TRATAMENTO DE SUPERFÍCIE DAS CERÂMICAS..... | 38 |
| 4.4 | PROTOCOLO DE CIMENTAÇÃO | 40 |
| 4.5 | TESTE DE MICROCISALHAMENTO | 42 |
| 5 | RESULTADOS | 44 |
| 5.1 | RESISTÊNCIA DE UNIÃO AO MICROCISALHAMENTO | 44 |
| 5.2 | ANÁLISE DAS IMAGENS DE SUPERFÍCIE | 45 |
| 6 | DISCUSSÃO | 49 |
| 7 | CONCLUSÕES | 52 |
| | REFERÊNCIAS..... | 53 |

1 INTRODUÇÃO

As Cerâmicas dentárias, com uma série de características intrínsecas desejáveis, apresentam-se como um dos principais materiais na ciência e na arte da reconstrução dentária (KINA, 2007). Amplamente utilizadas em restaurações dentárias anteriores e posteriores, devido à excelência do resultado estético proporcionado ao reproduzir a coloração semelhante de dentes naturais, possuindo estabilidade de cor a longo prazo e resistência ao desgaste (NAGAI et al., 2005). Outro atributo importante está no fato de serem excelentes isolantes, com baixa condutividade e difusividade térmica e elétrica. Entretanto, devido ao seu comportamento pouco plástico e com propriedades tensionais precárias, o mecanismo de adesão torna-se um fator essencial no sucesso clínico e na longevidade desses materiais, passíveis de se utilizar em regiões de suporte de carga ou estresse mastigatório (KINA, 2007).

A qualidade, a longevidade e o reparo de restaurações indiretas dependem dos mecanismos adesivos que são, em parte, controlados pelo tratamento de superfície. Por ser conhecida como um processo dinâmico, a adesão é dependente da constituição do substrato, da morfologia superficial, da concentração do ácido fluorídrico e do tempo do mesmo utilizado no tratamento de superfície (DELLA BONA et al, 2002; ADDISON et al., 2007).

Embora numerosos estudos estabeleceram o aumento na força de ligação do cimento resinoso obtido pelo condicionamento com ácido fluorídrico como pré-tratamento antes da cimentação, Addison e colaboradores (2007) relataram que este condicionamento poderia ter um efeito de enfraquecimento sobre o material. Isto devido as modificações ocorridas na superfície em função do tempo de condicionamento e concentração de ácido fluorídrico.

Diferentes combinações têm sido relatadas na literatura entre os períodos de condicionamento e concentração de ácido na resistência de união, na rugosidade e na resistência flexural (ADDISON et al, 2007; ZOGHEIB et al., 2011; VENTURINI, 2014). No entanto, diferentes cerâmicas podem ser mais ou menos sensíveis ao ácido fluorídrico, permanecendo a controvérsia em relação a concentração ideal para

alcançar uma melhor ligação ao cimento resinoso e assim, prevenindo efeitos deletérios sobre a resistência de cerâmica.

Uma vez que a efetividade do procedimento adesivo pode influenciar o prognóstico de uma restauração estética e o mesmo é dependente de um correto tratamento de superfície previamente realizado, é de suma importância identificar o método mais confiável para tal. Compreendendo que cada material se comporta de maneira diferente diante de tratamentos distintos, o objetivo deste estudo foi avaliar a influência da concentração e do tempo de aplicação do ácido fluorídrico na resistência de união a cerâmica de dissilicato de lítio.

2 REVISÃO DE LITERATURA

2.1 CERÂMICAS

Desde que foi introduzido como material odontológico pela primeira vez em 1774, na França, pelo químico Alex Duchateou e pelo dentista Nicholas Dubois de Chemant, sendo utilizada com sucesso na fabricação de prótese total, as cerâmicas representam dentre os materiais restaurados a melhor opção na busca de uma cópia fiel e mimética dos elementos dentários (KINA, 2007).

Um grande fator de relevância clínica das cerâmicas é a sua classificação quanto a sensibilidade da superfície. Possuindo um grande conteúdo de sílica, as cerâmicas condicionáveis ou ácido sensíveis são materiais compostos por cristais de feldspato, leucita, alumina, mica ou dissilicato de lítio, em que a matriz vítrea é degradada na presença do ácido fluorídrico. O menor percentual de fase cristalina em comparação com as cerâmicas ricas em óxidos metálicos atribui às cerâmicas condicionáveis um grau maior de translucidez, estética e reduzida resistência à fratura, sendo as mesmas indicadas para facetas, lente de contato, fragmento cerâmico, inlays, onlays e coroas anteriores (DELLA BONA; MECHOLSKY; ANUSAVICE, 2004; AMOROSO et al., 2012). Cerâmicas ácido-resistentes, ou não condicionáveis, são cerâmicas que não são afetadas pelo tratamento de superfície com ácido fluorídrico por apresentarem baixo ou nenhum conteúdo de sílica, conseqüentemente sofrem pouca ou nenhuma degradação superficial na presença do ácido fluorídrico. São elas as cerâmicas aluminizadas (reforçadas por óxido de alumínio) e sistemas cerâmicos de zircônia, tendo como indicação principal coroas unitárias anteriores e posteriores e próteses fixas anteriores e posteriores devido às suas características de alta resistência flexural. (AMOROSO et al., 2012)

A porcelana feldspática é definida como um vidro, composta por feldspato de potássio ($K_2O \cdot Al_2O_3 \cdot 6SiO_2$) e pequenas adições de quartzo (SiO_2), sendo que em altas temperaturas, o feldspato decompõe-se numa fase vítrea com estrutura amorfa e numa fase cristalina constituída de leucita ($KAlSi_2O_6$ ou $K_2O \cdot Al_2O_3 \cdot 4SiO_2$). Pode ser classificada de acordo com sua temperatura de fusão em: porcelana de alta fusão (>1300 °C), média fusão (1101-1300 °C), baixa fusão (850-1100 °C) e ultrabaixa fusão (650-850 °C) (CRAIG; POWERS, 2004). Sua indicação visa à confecção de coroas de

jaqueta de diversos tipos (camada de opaco, corpo de dentina, dentina gengival, *overlay* de esmalte e esmalte incisal), restaurações metalocerâmicas e totalmente cerâmicas com baixo conteúdo de leucita (coroas, inlays, onlays e facetas laminadas). As cerâmicas vítreas são translúcidas, apresentando reflexão de luz muito próxima à estrutura dental, denotando desta forma excelente qualidade ótica favorecendo as restaurações estéticas (AMOROSO, 2004).

Para melhorar alguns aspectos das cerâmicas vítreas, alguns sistemas cerâmicos foram criados utilizando cristais de leucita (ex. IPS Empress I) e cristais de dissilicato de lítio (ex. IPS e.max e IPS Empress II – Ivoclar vivadent) (GOMES ET AL., 2008). Os sistemas cerâmicos de dissilicato de lítio, de forma geral, possuem em sua concentração 60% a 70% de cristais de dissilicato de lítio incorporados na matriz vítrea da cerâmica, conferindo maior resistência flexural (400Mpa) quando comparados as outras cerâmicas vítreas, além da combinação com a adesividade ao substrato cerâmico, o que favorece a indicação para resolução estética de casos envolvendo coroas totais, laminados cerâmicos e fragmentos cerâmicos. (AMOROSO, 2004).

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

2.2 TRATAMENTOS DE SUPERFÍCIE

A ausência de tratamentos de superfície resulta em uma pobre adesão entre as cerâmicas ricas em sílica e os materiais resinosos. Na tentativa de potencializar essa união, a produção de uma superfície interna porosa e microretentiva através do condicionamento ácido foi sugerida para a cimentação adesiva de facetas de porcelana em 1983 (Horn, 1983). O condicionamento ácido da superfície das cerâmicas vítreas promove ainda outras vantagens como dissolução da fase rica em sílica, o que resulta no aumento da área de contato, da molhabilidade e da energia livre de superfície do substrato (DELLA BONA; SHEN; ANUSAVICE, 2004).

Em 1988, Lacy et al. (1988) estudaram o efeito do tratamento de superfície da porcelana na resistência ao cisalhamento entre um sistema adesivo (SocthBond), resina composta (P-30) e a porcelana Will-Ceram. 60 espécimes foram divididos em 6 grupos (n=10), constituídos respectivamente por: (a) abrasão com pontas diamantadas; (b)

aplicação de silano; (c) aplicação de flúor acidulado 1,23% durante 10 minutos; (d) idem ao grupo C, com posterior aplicação de silano; (e) condicionamento com ácido fluorídrico 9,5% durante 4 minutos; (f) idem ao grupo E, com posterior aplicação de silano. Como conclusão, os autores afirmam que a utilização do ácido fluorídrico previamente a utilização do silano é o método mais eficaz no tratamento de superfície de cerâmicas.

Após três anos, Sorensen et al. (1991), avaliaram o efeito do tratamento de superfície de 9 tipos de cerâmicas em relação à resistência de cisalhamento da união com resina composta. Para cada tipo de cerâmica, foram utilizadas 40 amostras, divididas em 4 grupos experimentais de 10 elementos, e submeteu-se aos seguintes tratamentos: (a) nenhum – grupo controle, (b) silano, (c) ácido fluorídrico 20% durante 3 minutos e (d) ácido fluorídrico 20% durante 3 minutos + silano. Os resultados indicaram que o condicionamento com ácido fluorídrico aumentou significativamente a força de união para todas as porcelanas feldspáticas. Os autores chegaram à conclusão de que o condicionamento e a posterior silanização aumenta consideravelmente a fiabilidade da ligação entre a cerâmica e o compósito.

No ano de 1995, Roulet; Söderholm; Longmate estudaram a influência da composição de cerâmicas e de métodos de tratamento de superfície na união com cimento resinoso. Foram utilizados três tipos de cerâmicas vítreas (Dicor, Miragee Vitabloc), recebendo três diferentes tratamentos de superfície (desgaste com abrasivo de carboneto de silício [Silicon Carbide 600], jateamento com óxido de alumínio, condicionamento com ácido fluorídrico 10% ou bifluoreto de amônia 10%); utilizando três diferentes tipos de silano (γ-methacryloxypropyltrimethoxysilane [MPS], MPS + paratoluidine, vinyltrichlorosilane) sob dois tratamentos térmicos (20 ° C durante 60 segundos, e 100 ° C durante 60 segundos) e em duas diferentes condições de armazenamento (24 horas em ambiente seco e um ano em ambiente aquoso a 37 ° C), totalizando 108 diferentes combinações. Para cada combinação, 5 espécimes de cada combinação foi realizada, e 540 amostras foram avaliadas por resistência ao cisalhamento. Após a análise de variância, utilizada para determinar os principais efeitos e suas possíveis interações, os resultados apresentaram o tratamento com ácido fluorídrico como o procedimento mais eficaz para manter e melhorar a adesividade entre cerâmica e a resina, permanecendo constante após 1 ano. Nas amostras jateadas e nas polidas, houve um decréscimo de 50 e 75%, respectivamente, na força de adesão

após 1 ano. O fator de maior influência foi, aparentemente, a imbricação mecânica, aumentando e conservando a integridade da adesão entre cerâmica e o cimento resinoso. Os autores não apresentaram suas conclusões.

Ainda no mesmo ano, Phoenix e Shen (1995) determinaram os efeitos de diferentes tratamentos de superfície da porcelana feldspática com o uso de microscopia eletrônica de varredura (MEV). Foram confeccionados 65 blocos (14 mm x 6 mm x 3 mm) de porcelana feldspática (WillCeram, Shade A-3, Williams Dental). Então, os blocos foram lixados com lixa 120-SiC sob refrigeração para aproximar as características de superfície produzidas pelos procedimentos clínicos de asperização, e limpos com água destilada seguido, por um banho ultrassônico de 10 min em etanol. Feito essa limpeza inicial, os espécimes foram submetidos a 5 diferentes tipos de tratamento de superfície (n=13): G1) controle (sem tratamento); G2) jateamento com óxido de alumínio 50 μm 0.24 MPa (35 psi); G3) condicionamento com gel de bifluoreto de amônio por 1 min (DICOR etching gel, Dentsply International); G4) condicionamento com flúor fosfato acidulado por 10 min (Nupro APF, Johnson & Johnson Consumer Products, New Brunswick, NJ); G5) condicionamento com ácido hidrófluorídrico 9.5% por 4 minutos (Ultradent Porcelain Etch, Ultradent Products, South Jordan, UT). Após o tratamento de superfície, os espécimes foram lavados com água destilada por 1 min e secos com secador para então determinar os ângulos de contato dinâmico e caracterizar a morfologia de superfície com o uso de MEV. Os valores médios dos ângulos de contato foram (em graus): 63.8 ± 2.7 (sem tratamento); 39.4 ± 2.0 (bifluoreto de amônio); 29.1 ± 2.9 (jateamento); 24.9 ± 1.7 (flúor fosfato acidulado) e 16.5 ± 1.2 (ácido fluorídrico). Após a análise, verificou-se que todos os grupos avaliados foram estatisticamente diferentes entre si ($p < 0.05$). Com o uso do MEV verificou-se que o menor ângulo de contato estava relacionado com superfícies mais irregulares devido à presença de sulcos mais largos e profundos. Os autores concluíram que o condicionamento com ácido fluorídrico é o método mais eficaz na criação de irregularidades de superfície o que potencializaria a força de união resina/cerâmica. Todavia, os autores advertem o efeito danoso dos precipitados (produzidos pelos condicionadores químicos) sobre a união resina/cerâmica e as falhas clínicas. Ainda, métodos efetivos e seguros de remover esses precipitados bem como métodos alternativos ao ácido fluorídrico e menos perigosos devem ser investigados.

Nove anos depois, Varjão et al. (2004), realizaram uma revisão de literatura com o objetivo de buscar informações a respeito dos tratamentos de superfície em determinados tipos de cerâmicas existentes previamente a cimentação adesiva de peças protéticas. Levando em consideração os trabalhos levantados na literatura, os autores puderam tirar as seguintes conclusões: nas cerâmicas com alto conteúdo de sílica, o tratamento com jateamento ou ácido fluorídrico, seguido da aplicação de silano, demonstraram resultados satisfatórios. Já nos sistemas cerâmicos In-Ceram e Procera ALL-Ceram os melhores resultados foram obtidos com o uso de jateamento (tratamento mecânico), e uso do sistema de sialinização Roacatec (tratamento químico).

Após um ano, Kim et al. (2005) avaliaram o efeito do tratamento da superfície em diferentes tipos de cerâmicas quando unidas em resina composta. Trinta espécimes (10 x 10 x 2 mm) foram fabricados para cada tipo de cerâmica, sendo elas dissilicato de lítio (IPS – Empress 2), alumina (In-Ceram Alumina) e zircônia (Zi-Ceram [Z]). A cerâmica feldspática (Duceram Plus) foi usada como grupo controle. Cada material foi dividido em 3 grupos adicionais, para que 3 diferentes tipos de tratamento de superfície fossem realizados, sendo: jateamento com óxido de alumínio (partículas de 50 µm) sob pressão de 40 psi por 5 segundos, jateamento com óxido de alumínio (partículas de 50 µm) sob pressão de 40 psi por 5 segundos e posterior condicionamento com ácido fluorídrico 4% por 5 minutos e jateamento com óxido de alumínio modificado com silano (partículas de 30 µm). Após os processos, foi aplicado silano e adesivo em todas as amostras para posterior fotopolimerização nos cilindros de resina composta. Como conclusão, os autores salientam melhores resultados em cerâmicas de alumina e zircônia quando tratadas com jateamento com óxido de alumínio modificado com silano, já nas cerâmicas de dissilicato de lítio, melhores resultados são obtidos quando a mesma é tratada com jateamento de óxido de alumínio e posterior condicionamento com ácido fluorídrico 4%.

Passados quatro anos, Soares, et al (2009) realizaram um trabalho de revisão de literatura para determinar o melhor tratamento de superfície para os sistemas cerâmicos reforçados por cristais de leucita (IPS Empress), cerâmicas reforçadas por dissilicato de lítio IPSEmpress 2 (Ivoclar-Vivadent, Liechtenstein), cerâmicas reforçadas por alumina (In-Ceram Alumina - Vita Zahnfabrik, Alemanha e Procera All-Ceram - Nobel Biocare, Suécia) e cerâmicas reforçadas por zircônia (In-Ceram Zirconia - Vita Zahnfabrik, Alemanha) para união com cimentos resinosos. Apesar de os resultados

de resistência de união reportados pela literatura não serem diretamente comparáveis devido às diferenças nas metodologias experimentais utilizadas, pode ser concluído que as cerâmicas ácido sensíveis (prensadas e reforçadas por leucita ou dissilicato de lítio) são facilmente tratadas por condicionamento com ácido hidrófluorídrico seguido por silanização.

2.3. TRATAMENTOS DE SUPERFÍCIE COM ÁCIDO FLUORÍDRICO

Devido à dificuldade na escolha de um tratamento de superfície que seja adequado para os diferentes sistemas cerâmicos disponíveis, Garone (2006), confeccionou 81 corpos de prova, sendo elas cerâmicas feldspática (Noritake, Noritake Co), cerâmicas reforçadas por cristais de leucita (IPS Empress, Ivoclar/Vivadent), e cerâmicas reforçadas por dissilicátio de lítio (IPS Empress 2, Ivoclar/Vivadent). Os espécimes foram confeccionados em forma de pastilhas unidas a uma resina composta. Antes de serem unidas, as superfícies das porcelanas foram tratadas com ácido fluorídrico de três diferentes maneiras (Ácido fluorídrico a 10% por 2 minutos, ácido fluorídrico a 5% por 1 minuto e ácido fluorídrico a 5% por 20 segundos), concluindo que para porcelana Noritake, a concentração do ácido e o tempo empregado não influenciaram nos resultados. A porcelana IPS Empress obteve melhores resultados quando condicionada com ácido fluorídrico a 5% por 1 minuto e a 10% por 2 minutos. A porcelana IPS Empress 2 apresentou melhores resultados quando condicionada com ácido fluorídrico a 5% por 1 minuto e apresentou piores resultados quando condicionada com ácido fluorídrico a 10% por 2 minutos. O autor concluiu que o melhor tratamento indicado para esses três tipos diferentes de porcelana é o condicionamento com ácido fluorídrico a 5% durante 1 minuto.

Um ano depois, Addison et al. (2007), realizaram um trabalho para avaliar o impacto a resistência à flexão bi-axial da concentração e do tempo do condicionamento de cerâmicas feldspáticas com ácido fluorídrico. Trinta espécimes de porcelana feldspática (Vitadur-Alpha) em forma de disco foram confeccionadas (15 mm de diâmetro, 0,9 mm de espessura). Para avaliar o impacto da concentração de ácido fluorídrico e o tempo de condicionamento das porcelanas, os espécimes foram divididos de forma aleatória em dez diferentes grupos (n=3), sendo o grupo A controle, grupos B, C, D condicionados com ácido fluorídrico 5% por 45, 90 e 180 segundos

respectivamente, grupos E, F e G com ácido fluorídrico 10% por 45, 90 e 180 segundos respectivamente, e grupos H, I e J por também 45, 90 e 180 segundos respectivamente utilizando condicionamento com ácido fluorídrico na concentração de 20%. Um perfilômetro de contato foi utilizado para caracterizar a rugosidade superficial (R_a) dos discos cerâmicos após a exposição ao jateamento com as partículas de alumina. Redução na resistência à flexão bi-axial foi verificada comparando-se o grupo controle com os grupos submetidos ao condicionamento com ácido fluorídrico. Os tempos de condicionamento 45, 90 e 180 segundos não influenciaram significativamente na resistência bi-axial das amostras. O grupo H (20% ácido fluorídrico por 45 segundos) promoveu decréscimo na média da resistência bi-axial quando comparada às outras concentrações, 5 e 10%, no mesmo período. Os grupos condicionados por 90 segundos nas concentrações 5 e 10% não apresentaram diferenças estatística significativa na resistência bi-axial, porém quando condicionadas na concentração de 20%, houve decréscimo na resistência bi-axial. Nenhuma diferença estatística significativa foi observada no grupo condicionado por 180 segundos nas concentrações de 5, 10 e 20%. A perfilometria demonstrou aumento na rugosidade superficial após condicionamento com ácido fluorídrico e aumento na rugosidade associado ao aumento da concentração de ácido fluorídrico. Os autores concluíram que houve redução significativa na resistência bi-axial da cerâmica feldspática em função da ação do ácido fluorídrico e que modificações da natureza das falhas intrínsecas das cerâmicas é em função do tempo de condicionamento e concentração do ácido fluorídrico, porém nenhum protocolo ideal em relação a concentração e tempo foi estabelecido.

Em 2007, Kukiattrakoon *et al* avaliaram a influência dos tempos de condicionamento do gel de flúor fosfato acidulado (APF) na resistência de união ao cisalhamento em uma cerâmica com alto conteúdo de leucita (Empress 1). Cento e vinte amostras cerâmicas foram confeccionadas com 12mm diâmetro x 1.5 espessura e separadas em 12 grupos (n=10): Grupo C: grupo controle, não houve tratamento superficial da cerâmica; Grupo APF 1 à APF 10: tempo de condicionamento com APF 1,23% em intervalos de 1 minuto para cada grupo, variando de 1 minuto a 10 minutos; Grupo HF: condicionado com ácido fluorídrico 9,6% por 4 minutos. Todas as amostras receberam a aplicação do silano (Monobond-S, Ivoclar Vivadent). Em seguida foi aplicado o sistema adesivo Scotchbond MP (3M ESPE) unidos à resina composta Z250 (3M ESPE), armazenados em 100% de umidade por 24 horas a 37°C, após foram submetidos ao ensaio de resistência de união ao cisalhamento. Os dados foram submetidos à Análises de Variância de 1 fator e ao teste de Tukey. Os resultados mostraram que o grupo controle apresentou os menores valores de

resistência de união: 7,61MPa. O grupo ácido fluorídrico produziu a maior média de resistência de união ao cisalhamento: 17,64 MPa. Os valores de resistência de união para os grupos condicionados com o APF 1,23% obtiveram resultados crescentes de acordo com o aumento do tempo de condicionamento, sendo que para os grupos APF7-APF10 não diferiu estatisticamente do grupo condicionado com ácido fluorídrico. Os autores concluíram que os valores de resistência de união dos grupos APF7-APF10 não diferiram significativamente do grupo condicionado com ácido fluorídrico 9,6% por 4 minutos.

Gomes et al. (2008) realizaram uma revisão de literatura contendo 48 artigos científicos, cujo um dos objetivos era enfatizar as principais características e limitações das porcelanas odontológicas. Os autores evidenciavam a eficácia no condicionamento com ácido fluorídrico e jateamento com óxido de alumínio em cerâmicas feldspáticas, cerâmicas vítreas (DICOR) e cerâmicas à base de dissilicáto de lítio (IPS EMPRESS). Entretanto, cerâmicas que apresentam como componente principal os óxidos de alumínio e zircônio (InCeram, Procera, Cercon e LAVA), o condicionamento com ácido fluorídrico e jateamento com partículas de óxido de alumínio não se mostra eficiente. Nenhuma conclusão sobre específica foi reportada.

Após três anos Zogheib et al (2011) realizaram um estudo com a finalidade de avaliar o efeito de diferentes tempos de condicionamento com ácido fluorídrico na rugosidade de superfície e resistência flexural de uma cerâmica à base de disilicato de lítio (IPS e.max CAD; Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein). Espécimes cerâmicos em forma de barra (16 mm x 2 mm x 2 mm) foram produzidos a partir de blocos cerâmicos. Todos os espécimes foram polidos e limpos em banho de ultrassom em água destilada. Os espécimes foram aleatoriamente divididos em 5 grupos (n=15). Grupo A (controle) sem tratamento. Grupos B-E condicionamento com ácido fluorídrico 4,9% (HF) por 4 diferentes períodos de condicionamento: 20 s, 60 s, 90 s e 180 s, respectivamente. As superfícies condicionadas foram observadas sob microscopia eletrônica de varredura. Perfilometria de superfície foi utilizada para examinar a rugosidade das superfícies condicionadas, e os espécimes foram carregados até a falha pelo teste de flexão três pontos. Os valores foram analisados usando ANOVA um fator e teste de Tukey ($\alpha=0,05$). Todos os períodos de condicionamento produziram superfícies significativamente mais rugosas do que o grupo controle ($p<0,05$), sendo os mesmos aumentados com o tempo de condicionamento. O condicionamento com ácido fluorídrico reduziu significativamente os valores médios de resistência à flexão conforme o tempo de condicionamento aumentou. Os achados deste estudo mostraram que o

aumento do tempo de condicionamento ácido influenciou a rugosidade de superfície e resistência flexural de uma cerâmica à base de disilicato de lítio confirmando a hipótese do mesmo.

Três anos mais tarde, Venturini (2014) avaliou o efeito de diferentes concentrações de ácido fluorídrico (HF) na durabilidade da resistência adesiva entre uma cerâmica feldspática e um cimento resinoso, bem como o impacto sobre a rugosidade e resistência à flexão desta cerâmica. Vinte e cinco blocos cerâmicos (VitaBlocks Mark II) (12 x 10 x 2.4 mm) foram produzidos para a análise do ângulo de contato, 40 blocos cerâmicos (12 x 10 x 4 mm) para resistência de união à microtração (MTBS) e 150 espécimes em forma de barra de cerâmica (14 x 4 x 1,2 mm) para avaliar rugosidade e resistência à flexão. Os espécimes foram divididos aleatoriamente em 5 grupos, excluindo o grupo controle para MTBS: SC (controle) - sem tratamento da superfície cerâmica; condicionamento com ácido HF 1% (HF1), 3% (HF3), 5% (HF5) ou 10% (HF10) por 60 s. As medidas de ângulo de contato foram realizadas no Goniômetro e o teste MTBS em uma máquina de ensaio universal, sendo metade dos espécimes de cada bloco testados imediatamente e a outra metade submetida à armazenagem/termociclagem. Todas as amostras em forma de barra foram analisadas em um rugosímetro e carregadas até a falha usando um teste de flexão de três pontos. O autor concluiu que a cerâmica testada pode ser condicionada com ácido fluorídrico nas concentrações de 3%, 5% e 10%, as quais promoveram resistência adesiva estável e alterações topográficas relevantes para a união cimento/cerâmica. Também foi observado que a resistência mecânica da cerâmica testada não altera em função do condicionamento com diferentes concentrações de ácido fluorídrico, porém o condicionamento ácido parece ter um efeito de enfraquecimento sobre a superfície cerâmica, se comparado com o grupo não tratado.

3 OBJETIVOS

3.1 OBJETIVO GERAL

Avaliar a resistência de união ao microcisalhamento e o padrão de condicionamento da cerâmica a base de dissilicato de lítio tratada com diferentes concentrações e tempos de aplicação do ácido fluorídrico.

3.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Avaliar as concentrações de 5% e 10% do ácido fluorídrico no condicionamento de superfície da cerâmica de dissilicato de lítio.
- Avaliar os tempos de 20s e 60s no condicionamento de superfície com ácido fluorídrico.
- Avaliar os efeitos do condicionamento com ácido fluorídrico nas superfícies da cerâmica de dissilicato de lítio.

4 MATERIAIS E MÉTODOS

4.1 DISTRIBUIÇÃO DOS GRUPOS

Para a realização do experimento foram selecionadas cerâmicas de dissilicato de lítio pré cristalizadas (IPS e.max CAD, Ivoclar Vivadent, Shaan, Liechtenstein).

Os espécimes foram padronizados com tamanhos de 10 mm de diâmetro e 2mm de espessura. Para a cerâmica, foram confeccionados 16 amostras, de acordo com as recomendações do fabricante.

No experimento, as cerâmicas foram condicionadas usando duas concentrações de ácido fluorídrico distintas, sendo ácido fluorídrico 5% (BM4, Florianópolis, Santa Catarina, Brasil) e ácido fluorídrico 10% (BM4, Florianópolis, Santa Catarina, Brasil).

Os espécimes foram divididos em 04 grupos de acordo com o tratamento da superfície da cerâmica:

- grupo A – condicionamento com ácido fluorídrico 5% pelo período de 20s;
- grupo B – condicionamento com ácido fluorídrico 5% pelo período de 60s;
- grupo C – condicionamento com ácido fluorídrico 10% pelo período de 20s;
- grupo D – condicionamento com ácido fluorídrico 10% pelo período de 60s;



Figura 1. Blocos da cerâmica e.max CAD

4.2 CONFEÇÃO DOS ESPÉCIMES

Foram obtidas 16 pastilhas cerâmicas a partir de blocos de cerâmica de dissilicato de lítio pré cristalizadas (IPS e.max CAD, Ivoclar Vivadent, Shaan, Liechtenstein) e destinadas às restaurações do tipo CAD/CAM.

Inicialmente os blocos foram adaptados a uma máquina de cortes de precisão (Isomet 1000 Buehler, Lake Bluff, IL, EUA) utilizando um disco diamantado (Buehler, Lake Bluff, IL, EUA). Os blocos foram cortados perpendicularmente ao seu longo eixo, com irrigação a uma velocidade de 200RPM e peso de 100g. Foram utilizados 4 blocos, e de cada bloco obteve-se 4 pastilhas de 2mm de espessura. As mesmas foram levadas ao forno (Programat P310, Ivoclar Vivadent, Shaan, Liechtenstein) para total sinterização.

Para facilitar a manipulação, as pastilhas cerâmicas foram incluídos em cilindros de PVC de 25 mm de diâmetro com uma luz de 20 mm de diâmetro com resina acrílica autopolimerizável. Os discos foram posicionados sobre uma fita dupla-face (3M ESPE, St. Paul, MN, USA) no centro de cilindros de PVC (Tigre, Joinville, SC, Brasil) e a resina acrílica auto-polimerizável (Clássico, São Paulo, SP, Brasil) foi vertida sobre os discos cerâmicos, preenchendo toda extensão do cilindro.

A superfície exposta dos discos cerâmicos foi polida metalograficamente com lixas seqüenciais de Carbetto de Silício em granulação decrescente #600, #800 e #1200 (Acqua Flex-Norton, São Paulo, SP, Brasil) em uma politriz (Panambra Struers DP-10, Panambra, São Paulo, SP, Brasil) sob irrigação constante.

4.3 TRATAMENTO DE SUPERFÍCIE DAS CERÂMICAS

A superfície dos discos cerâmicos foram então cobertas com o gel de ácido fluorídrico de acordo com o tempo e a concentração estipulada previamente para cada grupo. Após o condicionamento, foi realizada a limpeza da superfície com enxágue em água por 60s.

Duas amostras representativas de cada grupo, além de duas amostras controle (sem nenhum condicionamento), foram levadas à análise microscópica para avaliação da topografia de superfície. As superfícies das cerâmicas foram cobertas com liga de ouro-paládio e analisadas no microscópio eletrônico de varredura (MEV Philips XL-30,

Philips Eletronic Corp) a uma voltagem de aceleração de 8 Kv, com os aumentos de 500x, 850x e 2.000x.



Figura 2. Inserção da resina acrílica no cilindro de pvc.

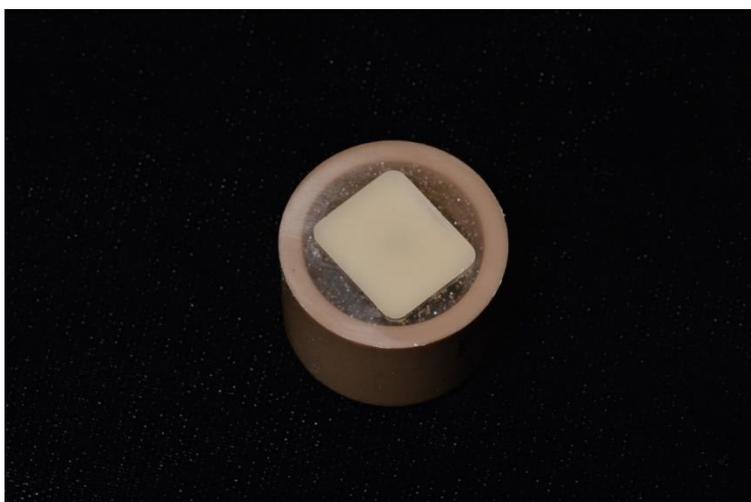


Figura 3. Amostra pronta para receber o tratamento de superfície.

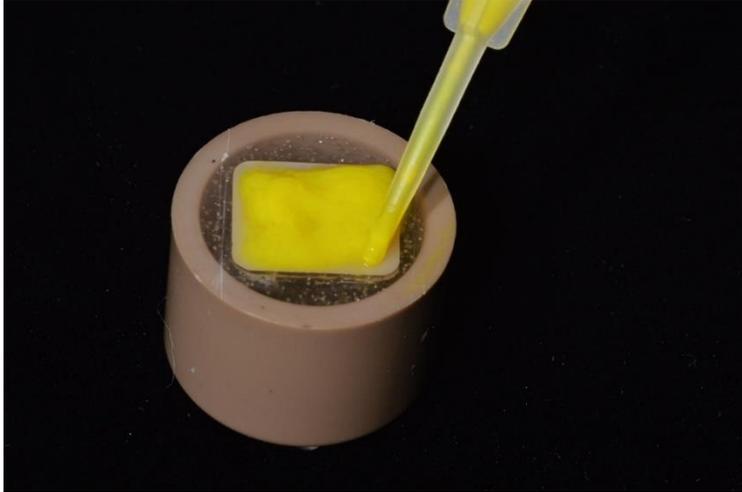


Figura 4. Condicionamento ácido da amostra.

4.4 PROTOCOLO DE CIMENTAÇÃO

Após a limpeza, sobre as pastilhas foi posicionada uma fita dupla-face e ácido resistente, com seis orifícios de diâmetro de 1mm, confeccionados com um perfurador de lençol de borracha para delimitar a área adesiva e evitar o extravasamento do agente de cimentação

Uma camada de silano (RelyX Ceramic Primer, 3M ESPE) foi aplicado com auxílio de um pincel descartável por 15 segundos e deixado em repouso para a reação do silano com o substrato cerâmico, em temperatura ambiente, por 1 minuto. Em seguida, jato de ar foi aplicado perpendicularmente à superfície da amostra até a total evaporação do solvente. Posteriormente, também com auxílio de um pincel descartável, aplicou-se uma camada do adesivo sobre a superfície das amostras (Scotchbond MultiPurpose, 3M ESPE, ST. Paul, MN, EUA), que foi fotoativado por 20 segundos com o aparelho LED Radium-cal (SDI Limited, Melbourne, Austrália).

A padronização da distância de enxague e secagem foi feita através de jatos de ar à uma distância de 5 cm em 60s e 120s respectivamente e os tempos foram controlados com o auxílio de um cronômetro (VOLLO, Cotia, SP, Brasil).

Em seguida, em cada orifício foi posicionado um tubo flexível Tygon (Saint-Gobain Performance Plastics – Courbevoie, França), previamente cortado no tamanho de 1mm com auxílio de lâmina de bistura nº 11 (MedGoldman – São José, Santa Catarina). Dentro de cada tubo, a pasta base do cimento resinoso Variolink Venner (Ivoclar Vivadent) foi inserida, e uma matriz de poliéster foi posicionada sobre a matriz preenchida com o cimento resinoso Variolink Venner com a finalidade de padronizar a altura dos cilindros confeccionados com o cimento resinoso. A fotoativação foi realizada por 40 segundos com o aparelho LED Radium-cal (SDI Limited, Melbourne, Austrália).

As matrizes foram cuidadosamente removidas com o auxílio de uma lâmina de bisturi nº11. Este procedimento teve como objetivo não gerar tensão na interface cerâmica/cimento resinoso, antes do ensaio de resistência de união ao microcisalhamento. Dessa forma, seis cilindros foram confeccionados para cada bloco cerâmico, totalizando 24 cilindros para cada grupo avaliado. Os cilindros que apresentaram irregularidades ou outros defeitos na união foram descartados.

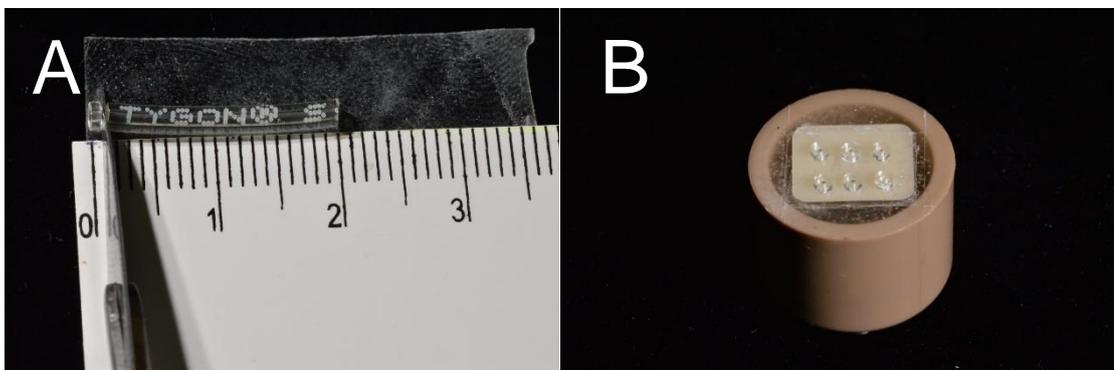


Figura 5.A: cortagem dos tubos Tygon. B: Posicionamento dos tubos.

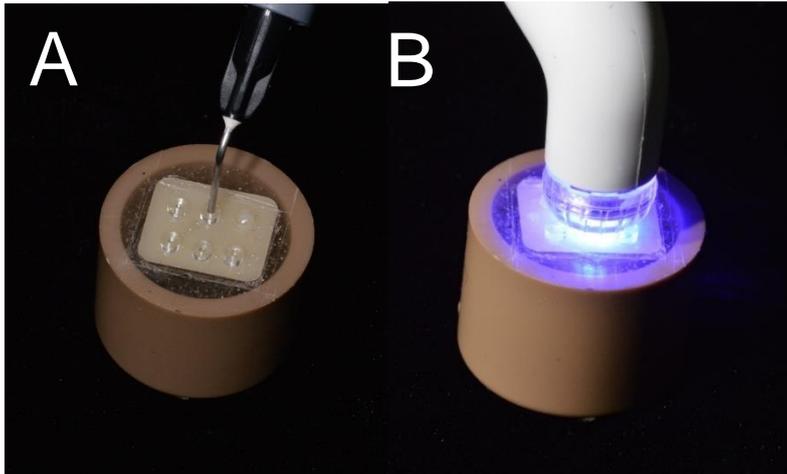


Figura 6.A: Inserção da pasta base do cimento Variolink Venner. B. Fotopolimerização do cimento.

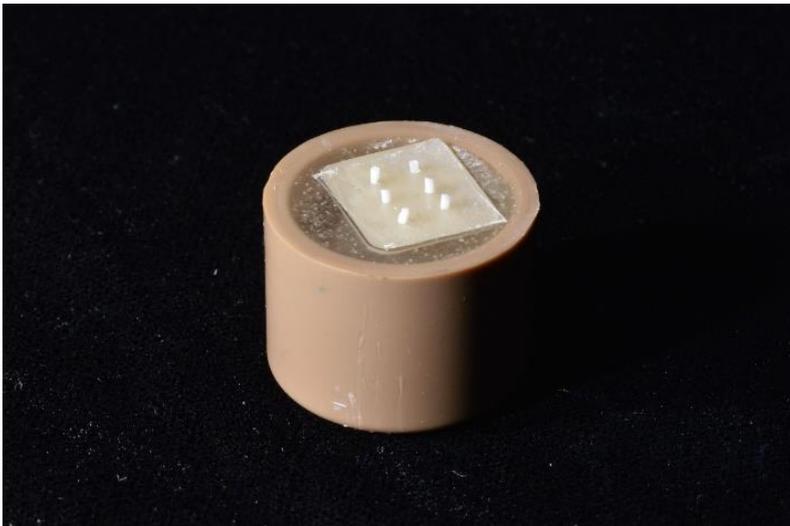


Figura 7. Cilindros de cimento sobre a superfície da cerâmica embutida no cilindro de PVC.

4.5 TESTE DE MICROCISALHAMENTO

No teste de microcisalhamento, os corpos de prova incluídos nos discos de PVC foram posicionados em um dispositivo metálico na parte inferior da máquina de testes Instron, Modelo 4444 (Instron, Canton, MA, USA), de modo que a lâmina de aço ficasse mais paralela e mais próxima possível da área adesiva. A lâmina de aço utilizada possui uma edentação, fazendo com que o contato com o corpo de prova contornasse a

interface adesiva, melhorando a distribuição das tensões. A força de microcisalhamento foi aplicada a uma velocidade de 0,5mm/min usando uma célula de carga de 2KN até que ocorresse a falha. Os valores de falha de união da cerâmica com o material de cimentação foram anotados em Newton e convertidos a MegaPascal. Os dados foram analisados por meio dos testes Shapiro-Wilk, Levene, Anova TWO WAY e Sidak.



Figura 8. Execução do teste de microcisalhamento.

5 RESULTADOS

5.1 RESISTÊNCIA DE UNIÃO AO MICROCISALHAMENTO

O presente artigo teve por objetivo avaliar a resistência de união ao microcisolamento da cerâmica à base de dissilicato de lítico tratada com diferentes concentrações de ácido fluorídrico (5% e 10%) e diferentes tempos de condicionamento (20 s e 60 s).

Os dados a serem analisados estão descritos na Tabela 1. Por meio dos testes Shapiro-Wilk e Levene, observou-se que os dados apresentavam normalidade e homogeneidade (Tabela 2).

Tabela 1. Análise descritiva dos dados (valor máximo, valor mínimo, média e desvio padrão)

| Grupo | Máximo | Mínimo | Média | Desvio padrão |
|-------|--------|--------|-------|---------------|
| G1 | 18,73 | 6,57 | 13,13 | 4,79 |
| G2 | 18,82 | 4,70 | 11,71 | 5,52 |
| G3 | 24,90 | 11,27 | 16,30 | 5,09 |
| G4 | 25,30 | 16,08 | 20,12 | 2,94 |

Tabela 2. Valores do teste de normalidade dos resíduos e teste de homogeneidade das variâncias

| | Sig |
|--------------------------|-------|
| Normalidade Shapiro-Wilk | 0,082 |
| Homogeneidade de Levene | 0,062 |

Buscando avaliar a interação entre as variáveis concentração e tempo na resistência de união ao microcisolamento, realizou-se o teste ANOVA de dois fatores. Para tal foram desenhadas as seguintes hipóteses:

- H0 (hipótese nula) – NÃO há interação entre as variáveis avaliadas.
- H1 (hipótese alternativa) – há interação entre as variáveis avaliadas.

Por meio do teste ANOVA Two Way, observou-se que há interação significativa entre as variáveis avaliadas ($p < 0,05$), rejeitando a hipótese nula. Desta forma, realizou-se o teste post hoc de Sidak (Tabela 3).

Tabela 3. Valores de média de resistência de união ao microcisalhamento para as variáveis concentração e tempo

| Concentração | Tempo | |
|--------------|---------------------|---------------------|
| | 20 s | 60 s |
| 5% | 13,13 ^{Aa} | 11,71 ^{Aa} |
| 10% | 16,30 ^{Aa} | 20,12 ^{Ba} |

*médias seguidas de letras MAIÚSCULAS iguais nas colunas não diferem estatisticamente pelo teste Sidak ($p>0,05$).

*médias seguidas de letras MINÚSCULAS iguais nas linhas não diferem estatisticamente pelo teste Sidak ($p>0,05$).

O teste de Sidak demonstrou que não houve diferença estatística significativa para os diferentes tempos de condicionamento ($p=0,504$ e $p=0,077$, respectivamente) em cada concentração avaliada. Houve diferença estatística entre as duas concentrações quando o condicionamento foi realizado por 60s ($p<0,001$). Já quando o condicionamento foi realizado por 20 s, não houve diferença entre as concentrações aplicadas ($p=0,140$).

5.2 ANÁLISE DAS IMAGENS DE SUPERFÍCIE

As Figuras 9, 10 e 11 representam as imagens após o condicionamento com ácido fluorídrico nas concentrações de 5% por 20 segundos, 5% por 60 segundos, 10% por 20 segundos e 10% por 60 segundos em seus respectivos aumentos.

As imagens resultantes após o condicionamento com ácido fluorídrico evidenciaram o aumento do grau de dissolução da matriz vítrea e exposição dos cristais de dissilicato de lítio com o aumento das concentrações e tempo do ácido fluorídrico em contato com as cerâmicas. As Figuras 9A, 10A e 11A expõem uma discreta dissolução da matriz vítrea, referente ao uso do ácido na concentração de 5% por 20 segundos. Já as figuras equivalentes ao condicionamento com ácido na concentração de 5% por 60 segundos (9B, 10B, 11B) e 10% por 20 segundos (9C, 10C, 11C), exibem padrões semelhantes de dissolução da matriz vítrea. Por fim, as figuras 9D, 10D e 11D, apresentam dissolução da matriz de forma mais evidenciada, em consequência da maior concentração de ácido fluorídrico e do maior tempo em contato com o substrato cerâmico, produzindo alterações topográficas de forma

notável, como “crateras”, micro defeitos e fenda, sendo mais evidenciada na Figura 11D.

Já a figura 12, demonstra a diferença entre o não condicionamento e o condicionamento com ácido fluorídrico 10% por 60s. A imagem mostra a superfície da cerâmica intacta quando não se realiza condicionamento algum (imagens A e C), ao contrário do apresentado nas imagens B e D, onde apresentam a dissolução da matriz vítrea de forma evidente.

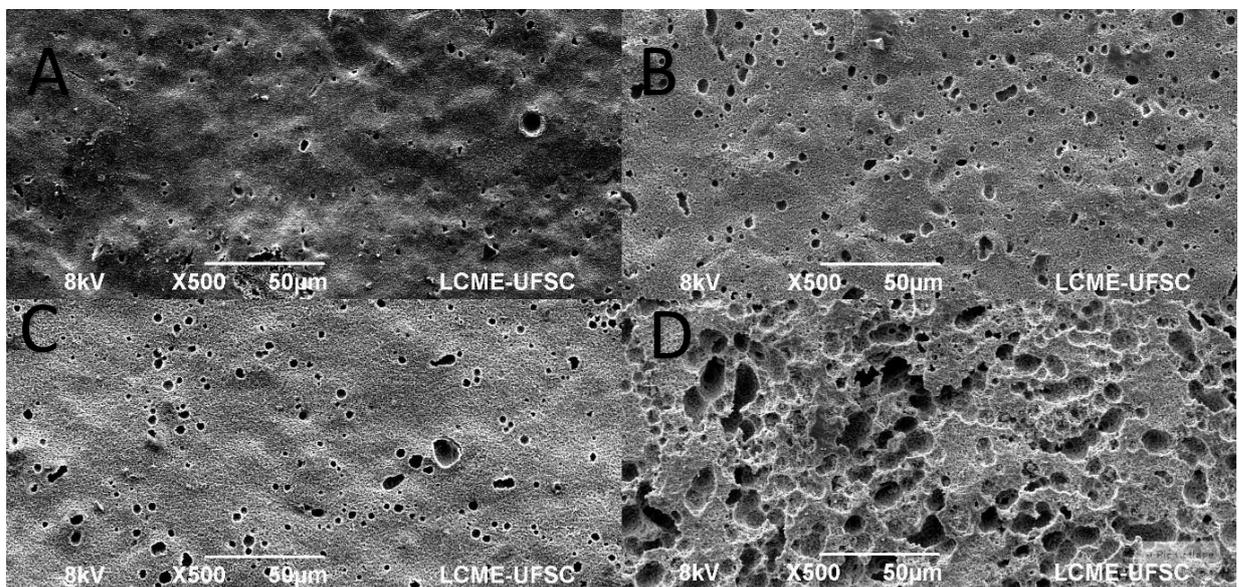


Figura 9. Imagens resultantes do condicionamento com ácido fluorídrico na superfície da cerâmica (IPS e.max Press) para as concentrações 5% por 20 segundos, 5% por 60 segundos, 10% por 20 segundos, 10% por 60 segundos (A, B, C, D, respectivamente) no aumento de 500x em microscopia eletrônica de varredura.

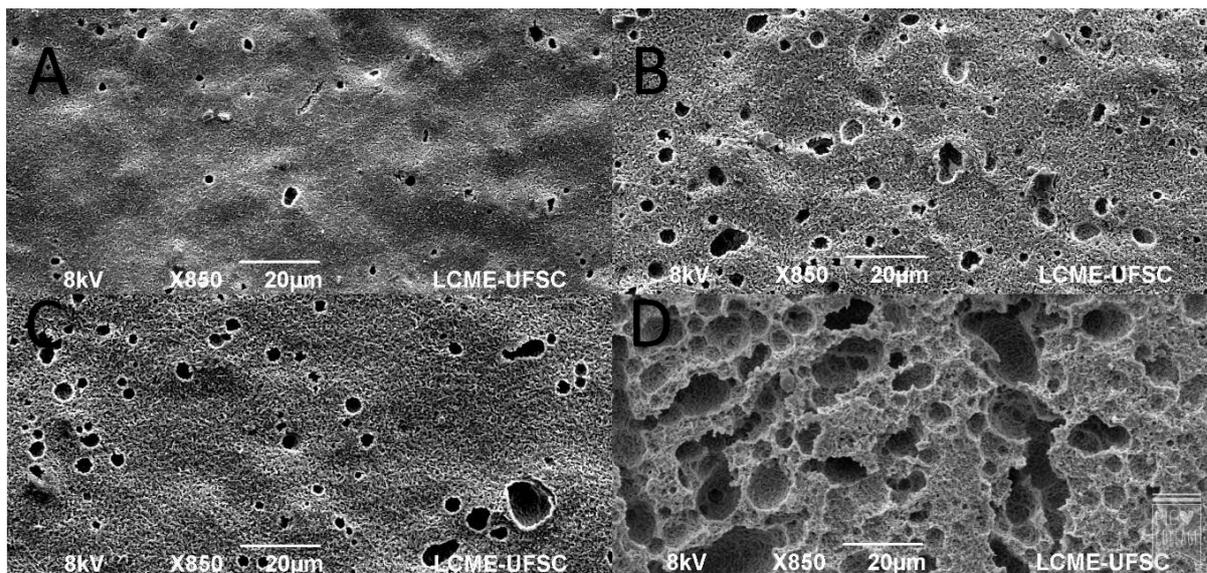


Figura 10. Imagens resultantes do condicionamento com ácido fluorídrico na superfície da cerâmica (IPS e.max Press) para as concentrações 5% por 20 segundos, 5% por 60 segundos, 10% por 20 segundos, 10% por 60 segundos (A, B, C, D, respectivamente) no aumento de 850x em microscopia eletrônica de varredura.

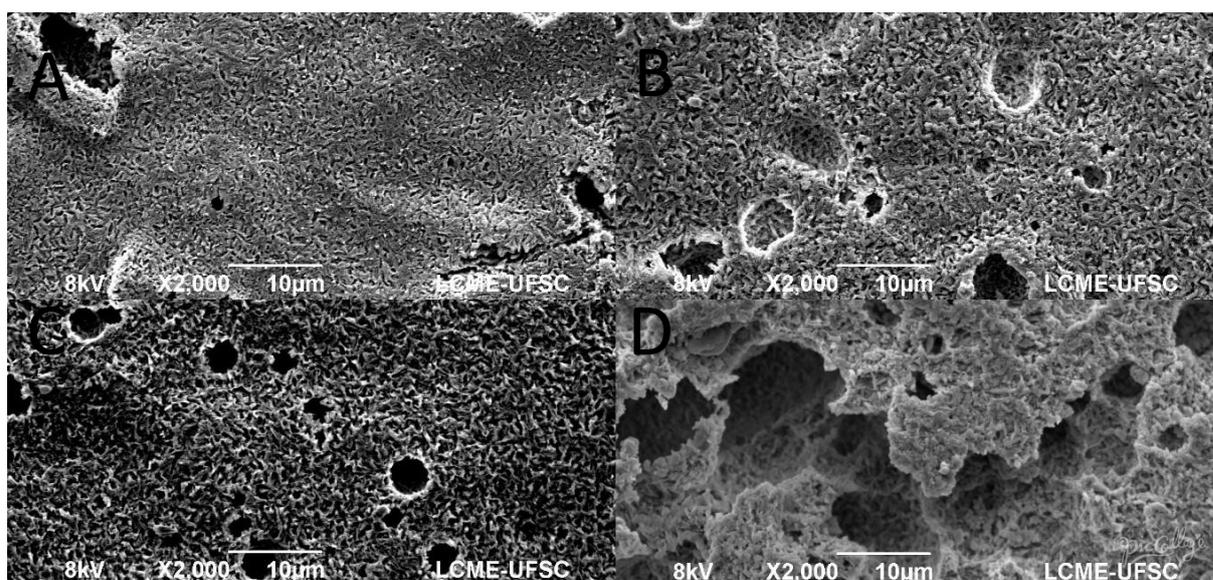


Figura 11. Imagens resultantes do condicionamento com ácido fluorídrico na superfície da cerâmica (IPS e.max Press) para as concentrações 5% por 20 segundos, 5% por 60 segundos, 10% por 20 segundos, 10% por 60 segundos (A, B, C, D, respectivamente) no aumento de 2000x em microscopia eletrônica de varredura.

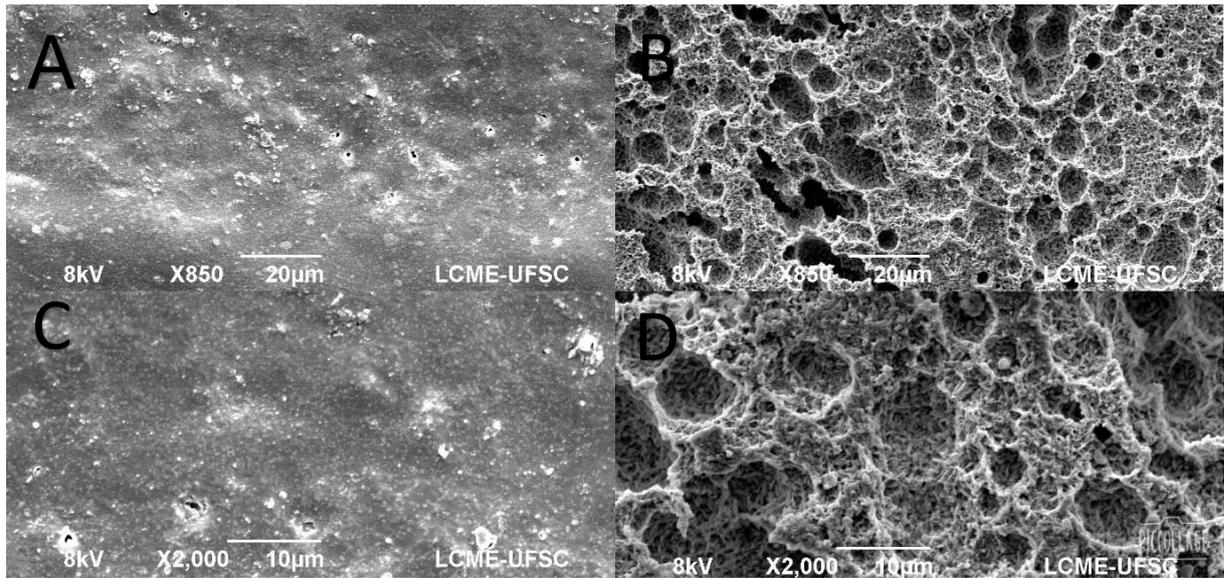


Figura 12. Imagens denotando a diferença entre amostras controle e o grupo 4 (HF 10% - 60s). Em A e B, imagens resultantes do aumento de 850x do grupo controle e do grupo 4, respectivamente. Em C e D, imagens resultantes do aumento de 2.000x do grupo controle e do grupo 4 respectivamente.

6 DISCUSSÃO

O condicionamento com ácido fluorídrico (HF) é recomendado para o tratamento da superfície de cerâmicas de dissilicato de lítio, por atuar na dissolução exclusiva da matriz vítrea, expondo os cristais de 0,5 a 4 μ m de comprimento e criando micro porosidades na estrutura, o que garante maior resistência de união e maior superfície de contato (DELLA BONA; ANUSAVICE; MECHOLSKY, 2004; SOARES et al., 2005; TORRES et al., 2009; KARA et al, 2012; GUARDA et al, 2013). Geralmente, o HF é utilizado em uma variação de concentração de 2,5% a 10%(CHEN, MATSUMURA, ATSUTA, 1998). O fabricante da cerâmica (Ivoclar, Vivadent) recomenda especificamente o condicionamento com uma concentração em torno de 5% durante 20s, entretanto, o que se verifica clinicamente é que muitos profissionais continuam condicionando por um maior tempo, provavelmente, pelos bons resultados obtidos com a cerâmica feldspática, e a disponibilidade no mercado de variações de concentração do ácido é reduzida.

Neste estudo, quando o condicionamento foi realizado por 20 s, não houve diferença na resistência de união promovida pelas diferentes concentrações aplicadas de ácido fluorídrico. Porém, houve diferença estatística entre as concentrações quando o condicionamento foi realizado por 60 s ($p < 0,001$), obtendo-se uma maior resistência de união com o ácido fluorídrico 10%.

Teoricamente, para maior resistência de união, o ideal seria a utilização do ácido na concentração de 10%, quando o condicionamento for realizado por 60s, devido ao maior embricamento mecânico influenciado pela rugosidade e irregularidade causada na estrutura cerâmica, como pode ser constatado nas imagens em MEV. Essa constatação corrobora com os estudos de Kukiattrakoon et al. (2007) e Sundfeld Neto (2014). A remoção da matriz vítrea entre os cristais finos e longos do dissilicato de lítio resulta em uma superfície altamente retentiva, sobre a qual a adesão resinosa frequentemente apresenta valores elevados (DELLA BONA; ANUSAVICE; MECHOLSKY, 2003; LUO et al., 2001). Para alguns autores (POSRITONG et al., 2013), as mudanças estruturais causadas pelo ácido HF em diferentes tempos de aplicação não afetam significativamente a resistência da cerâmica. Outros sugerem que tanto a concentração quanto o tempo de aplicação do ácido HF de alguma forma tem um efeito negativo na resistência de cerâmicas (ADDISON; MARQUIS; FLEMING, 2007; HOOSHMAND; PARVIZI; KESHVAD, 2008).

Entretanto, outros estudos comprovaram que tempos muito longos de condicionamento, provocam a perda de suporte dos cristais de dissilicato de lítio e, muitos deles, são levados durante o enxágue do ácido (LUO et al., 2001). Ao verificar essa alteração estrutural, é possível afirmar que se o tempo de condicionamento ácido for excedido, pode ocorrer forte e profunda degradação da cerâmica, enfraquecendo a sua estrutura (BRENTTEL et al., 2007; ZOGHEIB et al., 2011), conforme observado neste estudo. Nas análises em MEV, após o condicionamento durante 60s, com o ácido HF nas concentrações 5% e 10%, os espécimes apresentaram uma superfície com “crateras”, micro defeitos e fendas, que se formaram, possivelmente, porque grande parte da matriz vítrea foi dissolvida e alguns cristais sem suporte foram removidos. Estudos prévios também relataram que o condicionamento enfraquece o dissilicato de lítio e que a rugosidade da superfície está negativamente correlacionada com a resistência mecânica, promovendo a diminuição significativa da resistência flexural (ZOGHEIB et al., 2011; HOOSHMAND, PARVIZI, KESHVAD, 2008). Dessa forma, constatou-se a justificativa para a recomendação do fabricante e de vários estudos pelo tempo de condicionamento durante 20s (GUARDA et al., 2013), pela simplicidade e rapidez no processo.

Outros estudos devem ser realizados considerando o reforço promovido pela infiltração do cimento resinoso nas irregularidades criadas pelo tratamento de superfície e o fato de que a adesão pode melhorar a resistência a fratura das restaurações definitivas (POSRITONG et al., 2013; MENEES et al., 2014).

Em relação à concentração do ácido HF, como não houve diferença estatisticamente significativa na resistência de união promovida no tempo ideal de 20s, recomenda-se a utilização da concentração de 5%, para minimizar os danos a cerâmica enquanto preserva a resistência de união. Neste estudo, verificou-se que a concentração de 5% foi suficiente para promover dissolução da matriz vítrea, corroborando com outros autores, que observaram através de micrografias, um intervalo de 20s ser suficiente para remover uma porção significativa de matriz vítrea das cerâmicas (SUNDFELD, 2013; MENEES et al., 2014; POCHNOW, 2015).

O ácido HF trata-se de um material altamente volátil, tóxico aos tecidos orgânicos, que pode provocar lesões nos tecidos moles do paciente, mão do operador, olhos, e quando inalados ou ingeridos, podem causar injúrias no sistema respiratório ou digestivo, respectivamente, representando um risco à saúde. A gravidade da lesão

está ligada diretamente ao tempo de exposição e concentração do ácido (ÖZCAN et al., 2012). Muito embora não existam relatos de injúrias fatais e severas na literatura odontológica quanto à utilização desse ácido, (TRAKYAL et al., 2009), deve ser recomendado o uso do ácido na menor concentração de 5% justamente pelos fatores toxicológicos e biológicos, corroborando com a sugestão de Sundfeld Neto (2013), além de ser um processo seguro e mais simples. (LISE et al., 2015)

Como acredita-se que a maioria das falhas clínicas de restaurações de cerâmica resultam de tensões de cisalhamento (SHIMADA et al., 2002; PATTANAIK et al., 2011), utilizamos o ensaio de microcisalhamento para avaliar a resistência de união entre cimento resinoso e cerâmica. O fato do tamanho do espécime ser reduzido, faz com que a probabilidade de ocorrência de falhas coesivas seja menor, o que favorece a escolha por testes micro mecânicos. (LISE et al., 2015). Em adição, a distribuição de tensão na interface do material é uniforme por se tratar de uma área reduzida submetida ao ensaio, e o mesmo não gera tensões indesejáveis na interface de união durante o procedimento de preparo dos corpos de prova, o que já pode acontecer no ensaio de resistência de união à microtração (PANAHA et al., 2008). Alguns autores ainda afirmam que a confecção das amostras é simples e permite que múltiplas amostras, mesmo utilizando materiais frágeis, possam ser confeccionadas na mesma amostra cerâmica (SHIMADA et al., 2002).

Considera-se de modo conveniente, relatar que os valores encontrados em nosso trabalho devem ser interpretados sob rigorosa análise. Estudos in vitro, são realizados em condições secas e estáticas, não sendo expostos ao fluído oral, o que poderia causar hidrólise dos materiais e alterar as propriedades mecânicas da cerâmica (VENTURINI, 2014), além da mudança de temperatura e ph, o que possivelmente afetaria a resistência de união (PATTANAIK et al., 2011). Ensaio de resistência flexural, com e sem a cimentação cerâmica após o condicionamento com ácido fluorídrico, e ensaios de fadiga em ambiente úmido, podem auxiliar em um diagnóstico mais preciso na simulação mais real do comportamento deste material em meio oral.

7 CONCLUSÕES

Dentro das limitações deste estudo e respeitando a metodologia empregada foi possível concluir que o mais indicado seria realizar o condicionamento com ácido fluorídrico na concentração de 5% por 20 segundos, onde há menor risco pelo ácido, menor tempo clínico de aplicação e menor risco de fragilidade da cerâmica.

REFERÊNCIAS

ADDISON, O.; MARQUIS, P.M.; FLEMING, G.J. The impact of hydrofluoric acid surface treatments on the performance of a porcelain laminate restorative material.

Dent. Mater, v. 23, n.4, p. 461–468, 2007.

AMOROSO, A. P. et al. Cerâmicas odontológicas: propriedades, indicações e considerações clínicas. **Revista Odontológica de Araçatuba**, v.33, n.2, p. 19-25, 2012.

BRENTEL, A.S; ÖZCAN, M; VALANDRO, L.F; ALARÇA, L.G; AMARAL, R; BOTTINO, M.A. Microtensile bond strength of a resin cement to feldspathic ceramic after different etching and silanization regimens in dry and aged conditions. **Dent Mater**, v. 23, n. 11, p. 1323-1331, 2007.

CHEN JH, Matsumura H, & Atsuta M. Effect of different etching periods on the bond strength of a composite resin to a machinable porcelain. **Journal of Dentistry** 26(1) 53-58, 1998.

CRAIG, R.G; POWERS, J. **Materiais dentários restauradores**, 13ª Ed., Ed. Santos, S. Paulo, SP, c. 11, p. 275-293, 2004.

DELLA BONA, A.; ANUSAVICE, K.J.; HOOD, J.A. Effect of ceramic surface treatment on tensile bond strength to a resin cement. **Int. J. Prosthodont.** v.15, p. 248–255, 2002.

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

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

GARONE, G. M.; RUSSO, M. E. A.; NETTO, N. G. Força de união por tração de uma resina composta a três porcelanas dentais tratadas com ácido fluorídico. **Revista de Odontologia da Universidade Cidade de São Paulo**, v. 18, n. 1, p. 37–42, 2006.

GOMES, E. A. et al. Cerâmicas odontológicas: o estado atual. **Cerâmica**, v. 54, p. 319–325, 2008.

GUARDA, G.B. et al. Effects of surface treatments, thermocycling, and cyclic loading on the bond strength of a resin cement bonded to a lithium disilicate glass ceramic. **Operative Dentistry** 38(2) 208-217, 2013.

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

HOOSHMAND T, Parvizi S, Keshvad A. Effect of surface acidetching on the biaxial flexural strength of two hot pressed glass ceramics. **J Prosthodont**, v.17, p.415–9, 2008

LISE D.P. et. al. Microshear Bond Strength of Resin Cements to Lithium Disilicate Substrates as a Function of Surface Preparation. **Oper Dent.**, v. 40, n. 5, p. 524-32, 2015.

LUO, X.P. et al. AFM and SEM study of the effects of etching on IPS -Empress 2 dental ceramic. **Surface Science**, v. 491, n. 3, p. 388- 394, 2001.

KARA HB, DILBER E, KOC O, OZTURK AN, BULBUL M. Effect of different surface treatments on roughness of IPS Empress 2 ceramic. **Lasers Med Sci.**; v. 27. N.2, p. 267-272 2012.

KIM, B. K. et al. The influence of ceramic surface treatments on the tensile bond strength of composite resin to all-ceramic coping materials. **Journal of Prosthetic Dentistry**, v. 94, n. 4, p. 357–362, 2005.

KINA, S.; BRUGUERA, A. **Invisível - Restaurações estéticas cerâmicas**. 1. ed. Maringá: Dental Press Editora, c.4, p. 127-183, 2007.

KUKIATTRAKOON, B.; THAMMASITBOON, K. The effect of different etching times of acidulated phosphate fluoride gel on the shear bond strength of high-leucite ceramics bonded to composite resin. **J Prosthet Dent**; 98(1): 17-23, 2007.

LACY, A. M. et al. Effect of porcelain surface treatment on the bond to composite. **The Journal of Prosthetic Dentistry**, v. 60, n. 3, p. 288–291, 1988.

NETO SUNDFELD, D. **Resistência da união cerâmica-cimento resinoso e morfologia da superfície/interface de cerâmicas vítreas as condicionadas com diferentes concentrações de ácido fluorídrico**. Dissertação (Mestrado em Odontologia – Área de concentração Materiais Dentários) – Curso de Pós-Graduação em Odontologia, Universidade Estadual de Campinas, Piracicaba, 2013.

ÖZCAN, M.; ALLAHBEICKARAGHI; DÜNDAR, M. Possible hazardous effects of hydrofluoric acid and recommendations for treatment approach: a review. **Clin Oral Investig**, 16(1): 15-23, 2012.

PANAH, F.G.; REZAI, S.M. S.; AHMADIAN, L. The influence of ceramic surface treatments on the micro-shear bond strength of composite resin to IPS Empress 2. **J Prosthodont**, 17(5): 409-414, 2008.

PATTANAIK S, WADKAR A. Effect of etchant variability on shear bond strength of all ceramic restorations – an in vitro study. **J Indian Prosthodont Soc.**, 11(1): 55-62, 2011.

PHOENIX RD, SHEN C. Characterization of treated porcelain surfaces via dynamic contact angle analysis. **Int J Prosthodont**, v. 8, p. 187–94, 1995.

PROCHNOW, C. **Diferentes concentrações de ácido fluorídrico e seu efeito na resistência flexural de uma cerâmica vítrea à base de dissilicato de lítio**.

Dissertação (Mestrado em Odontologia – Área de concentração Ciências Odontológicas) – Curso de Pós-Graduação em Odontologia, Universidade Federal de Santa Maria, Santa Maria, 2015.

ROULET, J. F.; SÖDERHOLM, K. J.; LONGMATE, J. Effects of treatment and storage conditions on ceramic/composite bond strength. **Journal of dental research**, v. 74, n. 1, p. 381–387, 1995.

SHIMADA, Y; YAMAGUCHI, S; TAGAMI, J. Micro-shear bond strength of dual-cured resin cement to glass ceramics. **Dent Mater**. 2002; 18(5): 380-388.

SOARES, E. D. S. et al. Tratamento de superfície de cerâmica pura para cimentação com cimentos resinosos. **Revista de Odontologia da UNESP**, v. 38, n. 3, p. 154–6, 2009.

SORENSEN, J. A.; KANG, S. K.; AVERA, S. P. Porcelain-composite interface microleakage with various porcelain surface treatments. **Dental Materials**, v. 7, n. 2, p. 118–123, 1991.

TORRES SMP, BORGES GA, SPOHR AM, CURY AADB, YADAV S, PLATT JA. The effect of surface treatments on the micro-shear bond strength of a resin luting agent and four all-ceramic systems. **Oper Dent.**; v. 34, n. 4, p. 399-407, 2009.

TRAKYAL G, MALKONDU Ö, KAZAZOGLU E, ARUN T. Effects of different silanes and acid concentrations on bond strenght of brackets to porcelain surfaces. **Eur J Orthod.**; v.31, n.4, p. 402-406, 2009

VARJÃO, F. M. et al. Tratamento de superfície de restaurações estéticas indiretas para cimentação adesiva. **Rgo**, v 52, n. 3, p. 145-149, 2004.

VENTURINI, A. B. et al. Influence of hydrofluoric acid concentration on the flexural strength of a feldspathic ceramic. **Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials**, v. 48, p. 241–248, 2015.

ZOGHEIB, L. V. et al. Effect of hydrofluoric acid etching duration on the roughness and flexural strength of a lithium disilicate-based glass ceramic. **Brazilian Dental Journal**, v. 22, p. 45–50. 2011.