

**UNIVERSIDADE FEDERAL DE SANTA CATARINA
DEPARTAMENTO DE ODONTOLOGIA**

TRABALHO DE CONCLUSÃO DE CURSO

Nicole Hübbe Kühnen

**AVALIAÇÃO DO pH E CONCENTRAÇÃO DE ÁCIDO
FLUORÍDRICO CONDICIONADOR DE CERÂMICA
UTILIZADO EM ODONTOLOGIA**

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

Orientador: Prof. Guilherme Carpena Lopes, Dr.

Coorientadora: Prof^ª. Tatiane Andrade Maranhão, Dr^ª.

Florianópolis
2016

Nicole Hübbe Kühnen

**AVALIAÇÃO DO pH E CONCENTRAÇÃO DE ÁCIDO
FLUORÍDRICO CONDICIONADOR DE CERÂMICA
UTILIZADO EM ODONTOLOGIA**

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

Florianópolis, 18 de outubro de 2016.

Banca Examinadora:

Prof. Guilherme Carpena Lopes, Dr.
Orientador
Universidade Federal de Santa Catarina

Prof. Gilberto Müller Arcari, Dr.
Membro
Universidade Federal de Santa Catarina

Dr^a. Larissa Fernanda Pottmaier
Membro

Doutorando Juliano Carvalho Ramos
Suplente

Dedico este trabalho à minha família que
tanto me incentiva nos desafios da vida.

AGRADECIMENTOS

À **Universidade Federal de Santa Catarina** e ao corpo docente do curso de Odontologia, pela oportunidade de realizar a graduação e por todo o meu crescimento pessoal e profissional ao longo desses anos.

Aos **professores da Odontologia UFSC**, obrigada por todos os ensinamentos, incentivos e críticas durante a minha jornada acadêmica. Sempre lembrarei cada um de vocês com muito carinho.

À minha mãe, **Beatriz Balsini Hübbe**, por termos essa ligação de alma, por me entender apenas com um olhar. Você é o meu exemplo de mulher forte, cheia de virtudes, com um caráter ímpar e que bota a família sempre em primeiro plano. Obrigada amada mãe, pelo amor demonstrado diariamente, sem você o longo caminho não teria sido suportável. Você torna o mundo um lugar melhor! Espero um dia ser pelo menos metade da mulher que és.

Ao meu querido pai, **Itamar Kühnen**, você sempre soube ser o melhor pai do mundo. Tenho extrema gratidão pelo amor e exemplo de vida que és. Todos os seus sacrifícios tornaram esse sonho possível. Obrigada por acordar cedo comigo, pelos cafés da manhã, pelo companheirismo, pelos esportes e ser tão participativo em minha vida. Você me faz ter vontade de ser uma pessoa melhor a cada dia.

À minha querida irmã, **Dra. Camila Hübbe Kühnen**, por ser minha inspiração de vida, por ter me mostrado o caminho da Odontologia e ter me apoiado a segui-lo até o fim. Obrigada por ter me ensinado tanto ao longo dessa trajetória. Só nós sabemos o amor que sentimos uma pela outra. Estarei sempre ao seu lado. Você é o exemplo de profissional que almejo ser.

Aos meus queridos irmãos, **Matheus e Felipe**, pelo amor, companhia e amizade. Não teria sido tão divertido sem vocês. Obrigada por tornarem os meus dias mais alegres.

Ao meu namorado, **Álvaro Leal**, com quem amo compartilhar meus dias. Obrigada pela sua capacidade de me trazer paz, pelo seu apoio e por cuidar tão bem do nosso amor. Espero sonhar e comemorar muitas vitórias ao seu lado.

Ao meu orientador, **Prof. Dr. Guilherme Carpena Lopes**, por apresentar-me este trabalho e confiá-lo a mim. Agradeço pelos materiais disponibilizados e compreensão de minhas limitações. Obrigada por dedicar seu tempo para meu crescimento profissional enquanto fui sua aluna e orientanda.

À minha coorientadora, **Prof. Dra. Tatiane Andrade Maranhão**, por ter me apresentado o universo da química, por sempre disponibilizar seu tempo, seu conhecimento e por ter tornado esse trabalho possível. Você é uma pessoa incrível e uma profissional brilhante. Sua ajuda foi muito importante, eu serei eternamente grata.

Ao **Prof. Dr. Gilberto Muller Arcari**, pela alegria de viver, por ter me ensinado tanto nesse último ano e compartilhar sempre seus conhecimentos comigo. É uma honra tê-lo na banca examinadora.

Ao querido **Prof. Dr. Nelson Makowiecky**, pela inspiração e pelo exemplo de excelência pessoal e profissional. Obrigada pelo seu jeito único, por me ensinar tanto e por tornar os dias sempre mais alegres.

Aos doutorandos, **Juliano Carvalho Ramos e Larissa Fernanda Pottmaier**, por todo o ensinamento, preocupação, confiança e por estarem sempre tão presentes. Agradeço por todo o tempo dedicado a mim e ao presente trabalho. Agradeço pela oportunidade de conviver com pessoas tão inteligentes, dedicadas, amigas e dispostas a ajudar e a repassar seus conhecimentos.

À minha dupla, **Christopher Johann Voigt**, pela paciência, apoio, risadas e pelo sofrimento conjunto nos momentos de desespero ao longo do curso. Sorte de a faculdade ter nos unido ao longo desses anos para termos clínicas tão divertidas.

Aos meus queridos **pacientes**, por sempre confiarem em mim e por me permitirem todo o aprendizado adquirido.

A todos que estiveram comigo durante esses cinco anos e que contribuíram de alguma forma para a realização deste trabalho. OBRIGADA!

“Sonhe com o que você quiser. Vá para onde você queira ir. Seja o que você quer ser, porque você possui apenas uma vida e nela só temos uma chance de fazer aquilo que queremos. Tenha felicidade bastante para fazê-la doce. Dificuldade para fazê-la forte. Tristeza para fazê-la humana. E esperança suficiente para fazê-la feliz”.

(Clarice Lispector)

RESUMO

Este trabalho teve como objetivo medir o pH e determinar concentração de ácidos fluorídricos (HF) em condicionadores de cerâmica comerciais e manipulados utilizados para o tratamento de superfície de cerâmicas odontológicas. Foram selecionados 8 condicionadores comerciais, divididos em grupos conforme concentração descrita pelo fabricante: G1= 5% (IPS Ceramic Etching Gel, Ivoclar Vivadent); G2= 4.9% (Vita Ceramics Etch, VITA Zahnfabrik); G3= 5% (Condac Porcelana, FGM); G4= 9% (Porcelain Etch, Ultradent); G5= 9.6% (Premier Porcelain Etch Gel, Premier); G6= HF 9.5% (Bisco Porcelain Etchant, Bisco); G7= 10% (Condac Porcelana, FGM); e G8= 10% (Condicionador de Porcelana, Dentsply). Realizou-se a pesagem em uma balança semi-analítica. Então, foi medido o pH dos diferentes grupos em pHmetros (Quimis e Micronal). Utilizou-se a técnica da espectrometria (CONTRAA700), para determinar a concentração de HF. Foi realizada ainda a medição de pH e determinação da concentração de HF das amostras manipuladas 15%, 10% e 5% com e sem tampão no primeiro dia e após 10 dias do preparo para avaliar a estabilidade do HF. O pH e concentração medidos foram: G1=2.95,4.3%; G2=2.45,4.9%; G3=2.79,6%; G4=2.97,9.3%; G5= 2.95,10.7%; G6=2.91,10.1%; G7=2.84,14.7% e G8=2.45,11.3%. Percebeu-se que as concentrações apresentadas nos rótulos se aproximavam dos resultados calculados. Porém, considerando o desvio padrão das medidas, a única amostra que apresentou o resultado igual informado pelo fabricante foi o G2 (Vita Ceramics Etch). Com relação as amostras manipuladas os valores de pH foram: A1=2,75;A2=4,01;A3=2,77;A4=4,12;A5=2,84 e A6=3,85. As amostras que tiveram adição de tampão apresentaram aumento no pH. No primeiro dia os valores de concentração foram: A1=9,8%;A2=11,4%;A3=5,4%;A4=7,09%;A5=2,65% e A6=4,1% e após 10 dias: A1=11,6%;A2=14,4%;A3=5,9%;A4=7,74%;A5=2,6% e A6=4,5%. Os pHs dos grupos comerciais apresentaram média de 2,5 e a maioria dos condicionadores de cerâmica apresentaram concentrações de HF diferentes das informadas nos rótulos dos produtos. Em relação as amostras manipuladas sem tampão, foram similares aos valores obtidos anteriormente, porém com a adição do tampão, houve aumento do valor do pH. Já com relação à concentração das amostras manipuladas, as que tiveram adição de tampão também demonstraram uma maior estabilidade de ácido fluorídrico (HF).

Palavras-chave: *Ácido Fluorídrico, pH, Tampão*

ABSTRACT

This study aimed to measure the pH and determine concentration of hydrofluoric acid (HF) in commercial and manipulated ceramic conditioners used for surface treatment of dental ceramics. Were selected 8 commercial conditioners, divided into groups according to the concentration described by the manufacturer: G1 = 5% HF (IPS Ceramic Etching Gel, Ivoclar Vivadent); G2 = HF 4.9% (Vita Ceramics Etch, VITA Zahnfabrik); G3 = HF 5% (Condac Porcelana, FGM); G4 = HF 9% (Porcelain Etch, Ultradent); G5 = HF 9.6% (Premier Porcelain Etch Gel, Premier); G6 = HF 9.5% (Bisco Porcelain Etchant, Bisco); G7 = HF 10% (Condac Porcelana, FGM); and G8 = HF 10% (Porcelain Conditioner, Dentsply). The weighing was measured on a balance semi analytical. Then, the pH of different groups was measured in different pHmeters (Quimis and Micronal). Was used an spectrometer (CONTRAA700), to determine the concentration of HF. After, the pH was measured and was determined the HF concentrations of the manipulated samples 15%, 10% and 5% with buffered or not on the first day and after 10 days of preparation to evaluate the stability of the HF. The pH and concentration measured were: G1 = 2.95, 4.3%; G2 = 2.45, 4.9%; G3 = 2.79, 6%; G4 = 2.97, 9.3%; G5 = 2.95, 10.7%; G6 = 2.91, 10.1%; G7 = 2.84, 14.7%; G8 = 2.45; 11,3%. It was noticed that the concentrations shown on the labels approached the calculated results. However, considering the standard deviation of the measurements, the only one that showed the same result was reported by G2 (Vita Ceramics Etch). In the manipulated samples the pH values were: A1 = 2.75; A2 = 4.01; A3 = 2.77; A4 = 4.12; A5 and A6 = 2.84 = 3.85. The samples that had buffer added showed an increase in pH. On the first day the values of concentration were A1 = 9.8%; A2 = 11.4%; A3 = 5.4%; A4 = 7.09%; A5 and A6 = 2.65% = 4.1% and after 10 days: A1 = 11.6%; A2 = 14.4%; A3 = 5.9%; A4 = 7.74%; A5 and A6 = 2.6% = 4.5%. The pH of commercial groups had a mean of 2.5 and most ceramic conditioners showed different HF concentrations of displayed on product labels. The manipulated samples without buffer were similar to values obtained previously, but with the addition of the buffer was increase of the pH value. The concentration of the manipulated samples, with were also added buffer they showed increased stability HF.

Keywords : *hydrofluoric acid, pH, Buffer*

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 – Balança semi-analítica.....	34
Figura 2 – pHmetro Quimis.....	34
Figura 3 – pHmetro Micronal.....	34
Figura 4 – Espectrômetro de absorção atômica de alta resolução com fonte contínua (HR-CS AAS).....	35

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Condicionadores de cerâmica: Marcas comerciais, concentrações nos rótulos e países de origem.....	33
Tabela 2 – Equipamentos e modelos.....	33
Tabela 3 – Condicionadores cerâmicos manipulados e tampão utilizado.....	33
Tabela 4 – Medição do pH no pHmetro Quimis.....	37
Tabela 5 – Medição do pH no pHmetro Micronal.....	37
Tabela 6 – Quantificação utilizando a técnica da espectrometria.....	38
Tabela 7 – Valores de concentração de HF no rótulo do produto, média final quantificada e desvio padrão.....	39
Tabela 8 – Valores de pH medidos nas amostras manipuladas em meio tamponado.....	41
Tabela 9 – Valores de concentração inicial medidos nas amostras manipuladas.....	42
Tabela 10 – Valores de concentração das amostras manipuladas após 10 dias da medição inicial.....	42

LISTA DE GRÁFICOS

Gráfico 1 – Linearidade da relação concentração de flúor e absorbância.....	39
Gráfico 2 – Diferença da concentração de HF no primeiro dia e após dez dias do preparo.....	45

SUMÁRIO

1.INTRODUÇÃO	25
2. REVISÃO DE LITERATURA	27
3. OBJETIVOS	31
3.1 Objetivo Geral.....	31
3.2 Objetivos Específicos.....	31
4. MATERIAIS E MÉTODOS	33
4.1 MATERIAIS E EQUIPAMENTO UTILIZADOS.....	33
4.2 MÉTODOS.....	34
4.2.1 Seleção dos condicionadores de cerâmica e divisão em grupos.....	34
4.2.2 Medição do pH dos condicionadores de cerâmica.....	34
4.2.3 Quantificação de flúor nos condicionadores de cerâmica.....	35
4.2.4 Pesquisa do tampão para o ácido fluorídrico.....	35
4.2.5 Diluição das amostras de 15%.....	35
5.RESULTADOS	37
5.1 Medição de pH das marcas comerciais	37
5.2 Quantificação de flúor das marcas comerciais.....	38
5.3 Tamponamento das amostras manipuladas.....	40
5.4 Medição do pH das amostras manipuladas.....	41
5.5 Medição da concentração de flúor das amostras manipuladas.....	42
6.DISSCUSSÃO	43
7.CONCLUSÕES	47
8.REFERÊNCIAS	49

1 INTRODUÇÃO

Devido à evolução da odontologia nos últimos anos, um dos assuntos que ganhou mais destaque, que vem sendo muito estudado e que causou uma verdadeira revolução nesse campo, foi o uso das cerâmicas odontológicas. Sua primeira aplicação foi em 1770 por Duchateau e de Chemant, mas somente com os avanços mais recentes nas propriedades de resistência e estética é que começou a ser utilizado em larga escala pelos dentistas.

As cerâmicas costumam ser indicadas pelas suas ótimas características, como a sua capacidade de imitar a função e estética dos tecidos dentários, biocompatibilidade, estabilidade de cor, alta resistência mecânica, radiopacidade e baixa condutividade térmica (HOLAND *et al.*, 2000).

Todas essas características somadas aos avanços nos sistemas de adesão garantem uma maior previsibilidade e sucesso ao tratamento, encorajando cada vez mais dentistas e pacientes a utilizarem essa solução estética.

No entanto, esse material possui algumas características indesejáveis que impedem o uso irrestrito, podemos citar como exemplo a sua baixa tenacidade à fratura, a qual é menor do que a tenacidade dos metais. Assim, quando usadas em aplicações estruturais, como próteses fixas, apresentam grande risco de fratura. Outro fator negativo é o alto potencial de desgastar o esmalte do dente antagonista, principalmente quando está com a superfície rugosa e o paciente apresenta hábitos parafuncionais como bruxismo.

Como esse material possui uma alta complexidade tanto nas etapas clínicas quanto laboratoriais, ainda existem inúmeras dúvidas sobre o protocolo mais confiável para a adesão da cerâmica à estrutura dental.

Os materiais utilizados no protocolo atual que favorecem a adesão são o ácido fluorídrico (HF) e o silano através da elevação da energia de superfície e da capacidade de umedecimento, diminuindo assim o ângulo de contato entre o cimento resinoso e a peça cerâmica. Portanto, esses pré-tratamentos tornam a adesão mais eficiente, independente do cimento resinoso utilizado (LISE *et al.*, 2015).

O HF é uma substância tóxica e altamente corrosiva a qual pode causar graves lesões em contato com a pele e mucosa. Essa lesão varia diretamente com o tempo de exposição e concentração do ácido (KALAVACHARLA *et al.*, 2015).

Por estas razões sua manipulação requer bastante cuidado afim de evitar acidentes. Assim, um processo de condicionamento seguro e mais rápido seria desejável para simplificar o protocolo, pois mesmo ele sendo aplicado na cerâmica, em caso de acidente, sendo menos concentrado causaria menores danos ao tecido mole.

TRAKYAL *et al.* (2009) concluíram que o uso de HF 9,6% aumenta a força de adesão, porém não há uma diferença significativa com grupos usando HF a 5% e 9%. Dessa forma, poderia ser utilizado o HF 5%, visando minimizar a irritação tecidual sem diminuir a força de união.

A adesão depende também do número e do tamanho das irregularidades criadas na superfície da cerâmica, que tem sido associada com o tempo de condicionamento, formulação do ácido e diluição da solução do ácido (NAVES *et al.*, 2010). Com relação à formulação do ácido, se utiliza o HF sem tampão, o qual é responsável por não permitir grandes variações do pH, mantendo-o praticamente constante. Essa formulação sempre foi utilizada e tida como verdade universal.

Deste modo, este estudo tem o objetivo de avaliar a influência do tampão na estabilidade do HF, a variação do pH e concentração do ácido. A avaliação da estabilidade será através da determinação da concentração de HF através da espectrometria de absorção atômica de alta resolução no primeiro dia e 10 dias após o preparo. A medição do pH será através de pHmetro.

A hipótese testada é de que o HF sem tampão seria menos estável sofrendo maior variação de pH e concentração. Diante destes fatos já estudados, esse trabalho tem como objetivo propor um tampão, analisar o pH, concentração de HF de condicionadores de cerâmicas de diferentes marcas comerciais e manipulados e avaliar se o HF com solução tampão manteria o pH e concentração estáveis.

2 REVISÃO DE LITERATURA

Existem diferentes tipos de cerâmicas utilizadas atualmente, uma das que apresenta boas propriedades mecânicas é a de dissilicato de lítio. HOLLAND *et al.* (2000), através de um estudo comparando a microestrutura vitrocerâmica das cerâmicas reforçadas com leucita e com dissilicato de lítio, concluíram que a resistência à flexão do dissilicato de lítio é maior e apresenta menor tendência a fratura. Já com relação a outras propriedades como ocorrência de abrasão, durabilidade e propriedades ópticas como a translucidez, são similares em ambas.

Com relação à influência do processo de condicionamento ácido na resistência dos diferentes tipos de cerâmica, HOOSHMAN *et al.* (2007) concluíram que esse processo reduziu a resistência tanto das reforçadas por leucita quanto por dissilicato de lítio. Porém esse estudo teve suas limitações: só foram testados com HF 9% durante dois minutos, a resistência testada é diferente quando em boca devido a situação ambiental e cargas reais diferentes e essa resistência aumenta quando a cerâmica é cimentada na estrutura dental.

Existem alguns métodos para aumentar a adesão entre a estrutura dental e a cerâmica. Entre eles podemos citar o ácido fluorídrico, rugosidade da superfície com broca, jateamento por partículas de alumínio. Porém o estudo de MENEES *et al.* (2014) mostrou que no caso da abrasão por partículas de alumínio, as pressões acima de 100 kPa diminuem a resistência da cerâmica de dissilicato de lítio por criar áreas de estresse, por esse motivo não deve ser usado.

Segundo GUARDA *et al.* (2013), a superfície da cerâmica de dissilicato de lítio tratada com HF a 10 % apresentou maior valor de resistência quando comparado com as tratadas com abrasão por partículas de alumínio. DUZYOL *et al.* (2015) também realizaram testes que mostraram como resultado que o jateamento e rugosidade com broca não são adequados para a superfície de dissilicato de lítio. Os três estudos concluíram que o melhor tratamento de superfície para a cerâmica de dissilicato de lítio é o ácido fluorídrico, para limpar e criar irregularidades na superfície, pois a sua distribuição e alteração de superfície são melhores.

O tratamento da superfície da cerâmica com condicionamento ácido é um processo dinâmico e dependente da constituição do substrato, da topografia da superfície, da concentração do ácido e tempo de condicionamento (ADDISON *et al.*, 2007 ; DELLA BONA *et al.*, 2002). Por estas razões é importante saber o tempo de aplicação do

ácido, para obter a melhor retenção, sem promover o enfraquecimento da cerâmica.

Já foram realizados diversos estudos comparando diferentes tempos de condicionamento ácido e suas alterações na superfície. NAVES *et al.* (2010), ZOGHEIB *et al.* (2011) e XIAOPING *et al.* (2014) concluíram que a resistência diminui com o aumento no tempo de condicionamento ácido. Os estudos mostraram também que com o passar do tempo de condicionamento as irregularidades ficam mais profundas e maiores, tornando-as mais susceptíveis a falhas.

Porém o estudo de POSRITONG *et al.* (2013) chegaram a um resultado diferente com relação ao tempo de condicionamento do HF. Eles realizaram um estudo avaliando a superfície da cerâmica de dissilicato de lítio após o condicionamento com ácido fluorídrico em diferentes tempos (30s, 60s, 90s, 120s, 60s+60s) e concluíram que este não mostrou um efeito prejudicial sobre a resistência da cerâmica, independente do tempo de aplicação.

Além do tempo de condicionamento, outro importante fator a ser considerado é a porcentagem do ácido. VENTURINI *et al.* (2015) propuseram avaliar diferentes concentrações de HF (1%, 3%, 5% e 10%) e verificar o efeito na superfície e concluiu que as concentrações de 3%, 5% e 10% promoveram uma resistência de união estável e que maiores concentrações de ácido fluorídrico levam a uma alteração mais intensa da cerâmica feldspática, levando a falhas mecânicas e menores ângulos de contato.

NETO *et al.* (2015) concluíram que as variadas concentrações de HF influenciam na resistência de união da cerâmica de dissilicato de lítio, entretanto seus resultados mostraram que o uso de HF com concentração de 7,5% e 10% são mais confiáveis para formar irregularidades na superfície da cerâmica do que as concentrações mais elevadas ou mais baixas.

Para que o processo de adesão da cerâmica à estrutura dental seja bem sucedido, é necessário seguir um protocolo. Esse protocolo consiste em inicialmente aplicar ácido fluorídrico sobre a superfície da cerâmica. Como mostrou o estudo laboratorial de KALAVACHARLA *et al.* (2015), chegaram a conclusão que uma força de união ótima pode ser obtida pela exposição da cerâmica de dissilicato de lítio ao ácido fluorídrico 5% durante pelo menos 20 segundos. Após a realização do condicionamento ácido, o passo seguinte consiste na aplicação de um agente de acoplamento silano, uma demão durante 20 segundos seguido de secagem. Quanto ao silano o estudo concluiu que o seu uso aumentou a resistência ao teste, independente do uso ou concentração de HF.

Segundo o estudo, caso não utilize o silano, é indicado usar HF 9,5% durante 60 segundos para aumentar a união. Dessa forma concluiu que ambos melhoraram a união entre a estrutura dental e a cerâmica.

O próximo passo no protocolo de adesão consiste na cimentação, a qual pode ser realizada com cimento resinoso ou resina flow. XIAOPING *et al.* (2014) afirmaram que o cimento resinoso aplicado a uma superfície tratada corretamente com HF poderia aumentar resistência flexural da cerâmica de dissilicato de lítio. Já NAVES *et al.* (2010) e POSRITONG *et al.* (2013) concluíram que a resina flow também aumenta a resistência de união, pois infiltra nas irregularidades criadas após o condicionamento ácido.

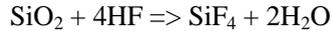
Recentemente um estudo guiado por BOTTINO *et al.* (2015) analisaram o processo de neutralização ácida. O HF altera a microestrutura da cerâmica, produzindo poros de diferentes tamanhos, dependendo da concentração do ácido. Assim quando se enxagua, os precipitados dificultam a ligação. Foi testado o uso de neutralizantes ácidos, acreditando que solucionaria os precipitados e evitaria o efeito contínuo do ácido. Assim, comparou diferentes superfícies e tratamentos e concluiu que a neutralização ácida não melhora a resistência de união e a estabilidade entre cimento resinoso e a cerâmica, mas também não prejudica essa aderência. Porém para esta união ocorrer é indispensável o uso de ácido fluorídrico.

A quantificação de ácido fluorídrico comumente é feita de maneira indireta, por meio do flúor. Existem diversas metodologias para quantificação de flúor sendo que espectrometria de absorção molecular de alta resolução com fonte contínua permite a determinação de flúor. A efetividade dessa técnica é comprovada por estudos como o de SILVANE MORÉS *et al.* (2011) que utilizaram essa técnica para determinar concentração de flúor em chá e comprovou a efetividade da técnica. O estudo de HEIKE GLEISNER *et al.* (2010) para determinar o flúor total e solúvel em creme dental, mostrou que a técnica é rápida e precisa para a determinação da concentração de flúor.

Ainda não existem estudos mostrando o efeito do ácido fluorídrico com e sem tampão na resistência de união da cerâmica. Os condicionadores cerâmicos usados clinicamente por cirurgiões dentistas geralmente não contém tampão em sua composição. Porém, existem marcas comerciais que apresentam tampão em seus produtos.

Os tampões são sistemas químicos com a capacidade de resistir a mudanças brusca no pH. Dessa forma, com a sua adição espera-se que não ocorra modificações significativas no pH, mantendo a concentração de HF constante nos condicionares cerâmicos tamponados.

A reação entre o material cerâmico e o HF é representada abaixo:



Sendo a concentração de HF sempre reposta devido à presença do sal de NH_4F , responsável pela reação de tamponamento descrita abaixo:



Assim, devido ao efeito do tampão de reestabelecer sempre o equilíbrio, o ataque à cerâmica seria minimizado.

3 OBJETIVOS

3.1 OBJETIVO GERAL

Avaliar o pH e a concentração de ácido fluorídrico presentes em condicionadores de cerâmicas comerciais e manipulados.

3.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

Medir o pH dos condicionadores de cerâmica a base de HF;

Determinar a concentração do HF presente nos condicionadores de cerâmica por meio da espectrometria de absorção molecular utilizando um espectrômetro de absorção atômica de alta resolução com fonte contínua;

Avaliar a eficácia do fluoreto de amônio como promissor sal para tampão;

Verificar a estabilidade do HF presente nos condicionadores de cerâmica por meio da adição do sal de fluoreto de amônio.

4 MATERIAIS E MÉTODOS

4.1 MATERIAIS E EQUIPAMENTOS UTILIZADOS

Tabela 1 – Condicionadores de cerâmica: Marcas comerciais, concentrações nos rótulos e países de origem.

Marca Comercial (HF)	HF (%)	País
IPS CERAMIC	5%	Liechtenstein
VITA CERAMICS ETCH	4.9%	Alemanha
CONDAC PORCELANA	5%	Brasil
ULTRADENT	9%	Estados Unidos
PREMIER PORCELAIN ETCHANT	9.6%	Estados Unidos
BISCO PORCELAIN ETCH	9.5%	Estados Unidos
CONDAC PORCELANA	10%	Brasil
DENTSPLY	10%	Brasil

Fonte: A autora,2016

Tabela 2 – Equipamentos e modelos.

Material	Modelo
pHmetro	Quimis
pHmetro	Micronal
Espectrômetro	CONTRAA700
Balança semi-analítica	Mettler Toledo Modelo: AG204

Fonte: A autora,2016.

Tabela 3 – Condicionadores cerâmicos manipulados e tampão utilizado.

Material	Composição	Quantidade
Ácido Fluorídrico	Ácido Fluorídrico sem tampão 15%	10mL
Tampão	Fluoreto de amônio	1g

Fonte: A autora,2016.

4.2 MÉTODOS

4.2.1 Seleção dos condicionadores de cerâmica e divisão em grupos.

Selecionou-se 8 condicionadores cerâmicos de diferentes marcas comerciais os quais foram divididos em grupos conforme concentração descrita pelo fabricante. Sendo G1= IPS Ceramic 5%, G2= Vita Ceramics Etch 4.9%, G3= Condac Porcelana 5%, G4= Ultradent 9%, G5= Premier Porcelain Etchant 9.6%, G6= Bisco Porcelain Etch 9.5%, G7= Condac Porcelana 10% e G8= Dentsply 10%.

4.2.2 Medição do pH dos condicionadores de cerâmica.

Para realizar as medições de pH foi necessária a calibragem prévia dos pHmetros (medidor de pH) por meio de soluções padrões em pHs de 4,0, 7,0 e 9,0 que dessa forma, estava pronto para uso. Massas de aproximadamente 0,15g de condicionadores cerâmicos foram pesadas em uma balança semi-analítica, e posteriormente foi adicionado 5mL de água para formar a solução. As amostras foram agitadas manualmente e colocadas em banho ultrassônico por 10 minutos até completa solubilização. Após preparadas, foram realizadas as medições de pH dos grupos nos pHmetros, que utilizam um eletrodo e um circuito potenciômetro.

Figura 1- Balança semi-analítica



Fonte: A autora,2016.

Figura 2 - pHmetro Quimis



Fonte: A autora,2016.

Figura 3 – pHmetro Micronal



Fonte: A autora,2016.

4.2.3 Quantificação de flúor nos condicionadores de cerâmica.

Para quantificação de flúor foi realizada a pesagem dos géis e em sequência foi feita a diluição na proporção de 1000 vezes. Utilizou-se o espectrômetro de absorção atômica de alta resolução com fonte contínua (HR-CS AAS) para determinar de maneira indireta a concentração de ácido fluorídrico das amostras, através da geração da molécula de flúor.

Figura 4 – Espectrômetro de absorção atômica de alta resolução com fonte contínua (HR-CS AAS)



Fonte: A autora, 2016.

4.2.4 Pesquisa do tampão para o HF

Um dos tampões mais conhecidos para o HF é utilizando o sal de fluoreto de amônio (NH_4F) também chamado de BOE (Buffered Oxide Etch) o qual é muito utilizado na indústria de semicondutores como um componente importante para tamponamento, por ser um material seletivo que irá reagir apenas com o silício. Outro fator importante levado em consideração, foi o fato de ser viável comercialmente e não tóxico, pois posteriormente a cerâmica será cimentada na cavidade oral. Pelas razões citadas acima, esse sal foi o selecionado para o tamponamento das amostras

4.2.5 Diluição das amostras de 15%

As amostras de concentração de 15% foram manipuladas por uma empresa terceirizada para que tivessem o mesmo padrão. Então, foram diluídas para 5% e 10% que são as concentrações encontradas no mercado comercial. Porém, levando em consideração os estudos anteriores que avaliaram a concentração de HF dos 8 grupos comerciais, que apresentaram diferença da concentração do rótulo e a calculada, optou-se por preparar 6 amostras: 15% (com e sem tampão), 10% (com e sem tampão) e 5% (com e sem tampão). Com as amostras prontas, foram realizadas as medições de pH e determinação da concentração de HF. Após 10 dias do preparo realizou-se novamente a determinação da concentração de HF das mesmas 6 amostras.

As amostras foram nomeadas da seguinte forma:

- A1)** 15% de concentração de ácido - SEM TAMPÃO
- A2)** 15% de concentração de ácido - COM TAMPÃO
- A3)** 10% de concentração de ácido - SEM TAMPÃO
- A4)** 10% de concentração de ácido - COM TAMPÃO
- A5)** 5% de concentração de ácido - SEM TAMPÃO
- A6)** 5% de concentração de ácido - COM TAMPÃO

5 RESULTADOS

5.1 MEDIÇÕES DE pH

Os resultados encontrados nas medições de pH nos pHmetros Quimis e Micronal estão dispostos nas Tabelas 1 e 2, respectivamente. É possível observar uma variação de pH nos diferentes Grupos e pHmetros.

Tabela 4: Medição do pH no pHmetro Quimis.

Grupos	Massa	Água	Medição
G1	0,1456g	5 mL	2,42
G2	0,1521g	5 mL	1,98
G3	0,1551g	5 mL	2,58
G4	0,1528g	5 mL	2,07
G5	0,1426g	5 mL	2,02
G6	0,1495g	5 mL	1,96
G7	0,1415g	5 mL	1,93
G8	0,1414g	5mL	2,37

Fonte: A autora, 2016.

Tabela 5: Medição do pH no pHmetro Micronal.

Grupos	Massa	Água	Medição
G1	0,1456g	5 mL	2,95
G2	0,1521g	5 mL	2,45
G3	0,1551g	5 mL	2,79
G4	0,1528g	5 mL	2,97
G5	0,1426g	5 mL	2,95
G6	0,1495g	5 mL	2,91
G7	0,1415g	5 mL	2,84
G8	0,1442g	5mL	2,45

Fonte: A autora, 2016.

Nos pHmetro Quimis e Micronal foram obtidos resultados muito parecidos, sem uma variação significativa. Porém, com o pHmetro Micronal os resultados foram mais próximos, a estabilização do pHmetro foi mais rápida e não ocorreu grandes variações do pH durante a medição.

Por este motivo, optou-se por utilizar os resultados do pHmetro Micronal para tentar simular o tampão na etapa seguinte do projeto proposto. A média considerada foi $\text{pH} = 2,5$.

5.2 QUANTIFICAÇÃO DE FLÚOR

A quantificação do HF nos géis foi realizada por uma metodologia já otimizada, que visa determinar o flúor do HF via molécula CaF por espectrometria de absorção molecular, utilizando um espectrômetro de absorção atômica de alta resolução com fonte contínua. A técnica já é bem consolidada na área de química analítica, a metodologia encontra-se publicada (MORÉS, S. *et al.*) sendo otimizada e adaptada para as amostras de géis condicionadores cerâmicos. Absorbância do F detectado através da molécula CaF foram medidas para padrões de F preparados a partir de HF PA e uma função linear pode ser estabelecida para determinação de F nas amostras de condicionadores cerâmicos. Foi possível verificar a existência de uma linearidade na função dada por: $y = a \cdot x + b$

Onde 'y' é a absorbância medida, 'a' o coeficiente angular da reta, 'x' a concentração do flúor e 'b' o coeficiente linear da função. Os resultados das medições utilizando a técnica espectrométrica estão na tabela a seguir:

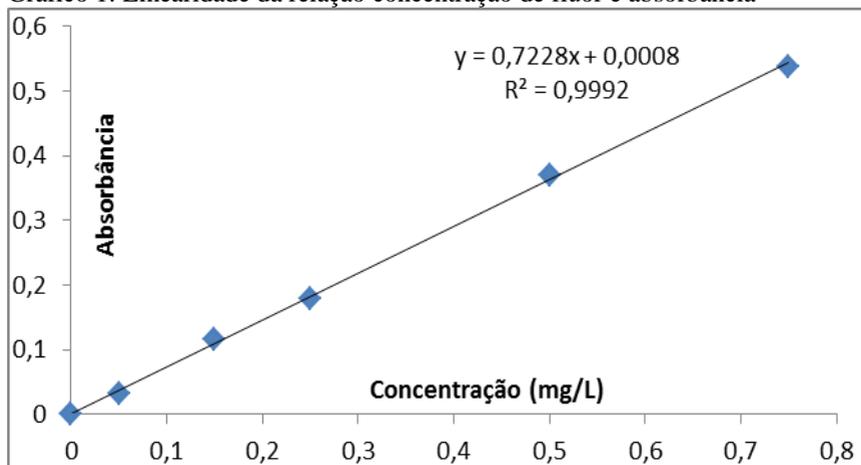
Tabela 6: Medições utilizando a técnica espectrométrica.

Concentração de F, mg/L	Abs.1	Abs.2	Abs.Média
0	0,05859	0,06054	0,05957
0,05	0,09515	0,08831	0,09173
0,15	0,17776	0,17238	0,17507
0,25	0,2345	0,24058	0,23754
0,5	0,4261	0,4335	0,4298
0,75	0,60655	0,58833	0,59744

Fonte: A autora, 2016.

Através desses resultados, comprovou-se a efetividade da técnica através do gráfico realizado baseado nos valores:

Gráfico 1: Linearidade da relação concentração de flúor e absorvância



Fonte: A autora, 2016.

A equação que relaciona a concentração de flúor com a absorvância foi eficiente ao verificar o coeficiente de correlação $R^2=0,9992$. E a equação encontrada é dada por:

$$y=0,7228x + 0,0008$$

$$ABS= 0,7228.Conc [F] + 0,0008$$

Através das medições da absorvância foi possível determinar a concentração de flúor e de ácido fluorídrico nas soluções presentes nos géis (G1 a G8). Com isso, determinou-se a porcentagem de ácido presente na amostra através de três medições diferentes, visando encontrar o desvio padrão e o valor mais próximo do real. Os valores encontrados com suas respectivas porcentagens e desvios estão demonstrados na tabela a seguir:

Tabela 7: Valores de concentração de HF no rótulo do produto, média final quantificada e desvio padrão.

Grupos	Marca Comercial	HF(%)	HF(%)	Desvio	Tampão	Lote	Data de Validade
		Rótulo	Quantificado				
G1	IPS CERAMIC	5%	4.3%	0,2	NÃO	S13497	set/16
G2	VITA CERAMICS ETCH	4.9%	4.9%	0,1	NÃO	42530	mai/17
G3	CONDAC PORCELANA	5%	6.0%	0,1	NÃO	8042015	abr/17
G4	ULTRADENT PREMIER	9%	9.3%	0,2	SIM	BBHKX	fev/20
G5	PORCELAIN ETCHANT BISCO	9.6%	10.7%	0,3	NÃO	PE4343-1	nov/16
G6	PORCELAIN ETCH	9.5%	10.1%	0,2	SIM	1500002557	mar/18
G7	CONDAC PORCELANA	10%	14.7%	0,6	NÃO	70415	abr/17
G8	DENTSPLY	10%	11,3%	0,1	NÃO	146312H	nov/17

Fonte: A autora, 2016.

Percebeu-se ao analisar as amostras, que há uma diferença nos resultados encontrados com os informados nos rótulos dos géis.

O G2, HF da marca comercial Vita Ceramics Etch foi o único que apresentou o resultado calculado igual ao do rótulo do produto. Os Grupos G1, G3, G4, G5, G6, G7 e G8 apresentaram resultados calculados diferentes dos apresentados no rótulo considerando o desvio de cada. O grupo G7 foi o que apresentou maior diferença entre o HF calculado e o apresentado no rótulo.

5.3 TAMPONAMENTO DAS AMOSTRAS MANIPULADAS

Após a diluição das amostras foi realizada a simulação do efeito de tamponamento destes condicionadores cerâmicos e para isso usamos o sal fluoreto de amônio como tentativa de tamponar o HF presente nesses condicionadores. Para isso houve a necessidade de definir as concentrações do sal (5%, 10% e 15%) utilizado nas bisnagas que possuem solução tampão, realizou-se alguns cálculos baseados na equação de *Henderson-Hasselbalch* a seguir:

$$\text{pH} = \text{pKa} + \log [\text{sal}/\text{acido}]$$

Considerando o pH médio de 2,5 segundo as amostras calculadas, e o pKa (constante de dissociação ácida) do HF de 3,17, chegamos a razão de 0,2 de sal para 1 ácido.

Assim, para a **amostra de 5%** em relação ao ácido temos a seguinte massa de HF presente no gel:

$$\begin{array}{r} 5 \text{ g de gel} \text{ ----- } 100\% \\ x \text{ ----- } 5\% \text{ de HF} \\ x = 0,25\text{g de HF presente no gel } 5\% \text{ de HF} \end{array}$$

Pela proporção estequiométrica descrita acima na qual precisamos de 0,2 mol de sal para 1 mol de ácido para obtermos o pH de 2,5 a massa requerida de HF será:

$$\begin{array}{r} 1 \text{ mol HF} \text{ ----- } 20,0063 \text{ g} \\ x \text{ ----- } 0,25 \text{ g} \\ x = 0,0125 \text{ mol} \end{array}$$

Dessa forma a quantidade de mol presente de HF em 0,25g é de 0,0125 mol.

Para amostra de 5% em relação a massa necessária de sal temos que considerar a seguinte proporção estequiométrica:

$$\begin{array}{r} 0,2 \text{ mol de NH}_4\text{F} \text{ ----- } 1 \text{ mol de HF} \\ x \text{ ----- } 0,0125 \text{ mol HF} \\ x = 0,0025 \text{ mol de NH}_4\text{F}. \end{array}$$

Convertendo para valores mássicos temos:

$$\begin{array}{r} 1 \text{ mol de NH}_4\text{F} \text{ ----- } 37,037 \text{ g} \\ 0,0025 \text{ mol} \text{ ----- } x \\ x = 0,0926 \text{ g} \end{array}$$

Mantendo essas proporções, cálculos similares foram realizados para concentração de HF 10% e HF 15% presente nos condicionadores cerâmicos.

5.4 MEDIÇÃO DO PH DAS AMOSTRAS MANIPULADAS

Tabela 8: Valores de pH medidos nas amostras manipuladas em sistema tampão.

Amostras	Massa	Água	Medição
A1	0,1645g	5 mL	2,75
A2	0,1654g	5 mL	4,01
A3	0,1663g	5 mL	2,77
A4	0,1652g	5 mL	4,12
A5	0,1674g	5 mL	2,84
A6	0,1663g	5 mL	3,85

Fonte: A autora, 2016.

5.5 QUANTIFICAÇÃO DA CONCENTRAÇÃO DE FLÚOR DAS AMOSTRAS MANIPULADAS

Tabela 9: Valores de concentração inicial medidos nas amostras manipuladas

Amostras	Tampão	HF (%) Teórico	HF (%) Médio Quantificado	Desvio
A1	Não	15%	9,8	0,3
A2	Sim	15%	11,4	0,3
A3	Não	10%	5,4	0,1
A4	Sim	10%	7,09	0,03
A5	Não	5%	2,65	0,08
A6	Sim	5%	4,1	0,1

Fonte: A autora, 2016.

Após 10 dias foram realizadas novamente as medições das mesmas 6 amostras para avaliar se ocorreram alguma alteração nesse período e consequentemente avaliar a estabilidade.

Tabela 10: Valores de concentração das amostras manipuladas após 10 dias da medição inicial.

Amostras	Tampão	HF (%) Teórico	HF (%) Médio Quantificado	Desvio
A1	Não	15%	11,6	0,8
A2	Sim	15%	14,4	1,8
A3	Não	10%	5,9	0,1
A4	Sim	10%	7,74	0,13
A5	Não	5%	2,6	0,1
A6	Sim	5%	4,5	0,1

Fonte: A autora, 2016.

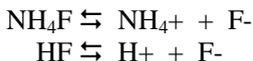
6 DISCUSSÃO

Este estudo objetivou inicialmente avaliar o pH dos condicionadores de cerâmica de diferentes marcas comerciais. A faixa de pH varia de 0 a 14, sendo que quanto mais próximo a 14 mais alcalinas são as substâncias e que quanto mais próximos a zero mais ácidas estão as substâncias. Dessa forma, quanto menor o valor do pH, maior a acidez, pois a escala de pH relata que pH igual a 7,0 temos uma substância neutra, pH superior a 7,0 temos uma substância alcalina e pH inferior a 7,0 temos uma substância ácida.

As medições de pH foram realizadas através de pHmetros (medidores de pH) da marca Quimis e Micronal. Percebeu-se uma constância nos valores encontrados, sendo que no pHmetro Quimis, os resultados apresentaram uma amplitude maior de 0,65 quando comparado ao Micronal, em que as diferenças de pH dos grupos foram de 0,52. A razão pela qual o pHmetro Quimis apresentou uma maior amplitude nos resultados encontrados deve-se, provavelmente, ao fato de ter ocorrido a queima do eletrodo durante as medições, e embora tenha sido substituído por outro, possivelmente ele ainda não estava adequado para uso. Por estas razões, optou-se por considerar os resultados encontrados no pHmetro Micronal, no qual todos os grupos (G1 a G8) mantiveram um pH ácido sem uma diferença significativa, considerando a média final de $\text{pH}=2,5$. Isso indica que, independente da concentração de HF presente nos condicionadores cerâmicos, os valores de pH são similares. Assim, pode-se pressupor que o pH não é apenas influenciado pela presença do HF, pois foram avaliados condicionadores de cerâmica de diferentes porcentagens (4,9%; 5%; 9%; 9,5%; 9,6% e 10%). Além disso, após a determinação da concentração de HF, o G7 (Condac Porcelana, FGM) revelou uma maior concentração de HF do que o descrito no rótulo do produto e apesar disso o pH não mostrou uma variação significativamente distinta dos demais, o que corrobora com as sugestões feitas anteriormente.

Quanto ao pH encontrado nos condicionadores cerâmicos manipulados, percebeu-se que o pH das amostras que não tiveram adição do tampão de fluoreto de amônio manteve o pH similar ao dos grupos comerciais ($A1 = 2,75$; $A3 = 2,77$ e $A5 = 2,84$). Porém, as amostras manipuladas nas quais foram realizadas a adição de sal para formar um sistema tampão, o pH mostrou um aumento ($A2 = 4,01$; $A4 = 4,12$ e $A6 = 3,85$). Esse aumento do valor do pH deve-se ao fato de ter sido adicionado o sal de fluoreto de amônio o qual provoca um

deslocamento no equilíbrio químico do ácido fluorídrico, que pode ser observado abaixo:



No equilíbrio de dissociação do sal está presente o F^- , o qual irá contribuir no equilíbrio da ionização do HF, assim a concentração de F^- irá aumentar e conseqüentemente o equilíbrio será deslocado para a esquerda levando a diminuição da presença de H^+ e F^- para restabelecer o equilíbrio. Dessa forma, há uma diminuição da concentração de H^+ para o reestabelecimento do equilíbrio, promovendo uma menor acidez da solução, causando um aumento no pH.

Outro fator que podemos observar é que não existe uma relação do pH com a concentração de HF, pois as amostras A1 e A2 possuíam concentrações de 15%, A3 e A4 de 10% e A5 e A6 de 5%. Mesmo apresentando diferentes concentrações, os pHs das amostras foram similares, considerando a presença ou ausência de tampão. Apesar de o tampão ter provocado um aumento do pH, as amostras manipuladas também são consideradas ácidas.

A próxima etapa consistiu na realização da quantificação de HF de maneira indireta através da molécula de flúor presente nos diferentes condicionadores de cerâmica comerciais. A quantificação foi através da espectrometria de absorção molecular, medindo a absorbância de soluções padrões com concentrações de flúor variáveis entre 0 mg/L e 0,75 mg/L, obtendo dessa forma uma equação linear dada por: $y=0,7228x+0,0008$.

Com os resultados dessa equação, foi possível determinar a concentração de flúor e conseqüentemente de ácido fluorídrico das soluções presentes nos grupos comerciais (G1 a G8). Os valores encontrados para todas as marcas comerciais ficaram entre 4,3% e 14,7%, sendo que, dos 8 grupos analisados, 7 apresentaram divergência quando comparada com as informações contidas nos rótulos e apenas o G2, da marca comercial Vita Ceramics Etch apresentou uma concentração de ácido equivalente ao citado no rótulo. O G7 da marca comercial Condac Porcelana foi o que demonstrou a maior diferença de concentração de HF (47% de diferença) apresentado no rótulo e calculado, considerando o desvio padrão.

Quanto às concentrações de HF das amostras manipuladas, também foi possível observar uma variação do valor apresentado no rótulo com o valor quantificado. Na determinação de HF realizada no mesmo dia que foram preparadas as amostras, observamos que o HF sem tampão deveria apresentar 15% de concentração de HF, contudo

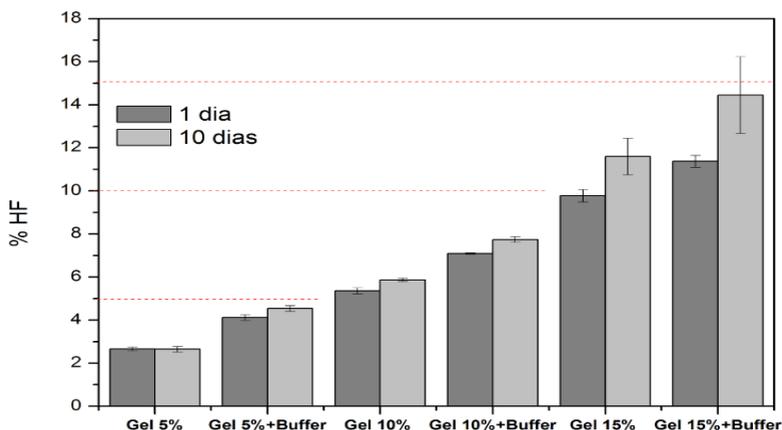
apresentou a média de 9,8%. Já o HF 15% tamponado, a média foi de 11,4%. Para realizar as diluições ainda não havia a informação de que a concentração estava inferior à informada pelo fabricante. Conseqüentemente, após as diluições, da mesma forma que a amostra 15 % apresentou resultado inferior, as diluições feitas para 10% e 5% também demonstraram valores inferiores aos esperados. Sendo que a de 10% sem tampão apresentou média de 5,4%, já o 10% com tampão a média foi de 7,1 %. O HF 5% sem tampão apresentou média final de 2,65%, já com tampão a média foi de 4,1%.

Observando os resultados relatados acima, nota-se que embora todos os valores sejam inferiores aos relatados nos rótulos, as amostras que tiveram adição de tampão apresentaram valores superiores aqueles sem tampão, isso demonstra que a presença do tampão é possivelmente importante para estabilizar o HF.

Para avaliar a estabilidade do HF foi realizada uma nova quantificação das mesmas amostras. Após os 10 dias do preparo, a amostra 15% sem tampão apresentou média de 11,6% e com tampão foi de 14,4%. Para a amostra 10% sem tampão a média foi 5,9% e com tampão 7,74%. Para a amostra 5% sem tampão a média foi de 2,6 e com tampão 4,5%. De maneira análoga a quantificação realizada após um dia do preparo, após 10 dias as amostras sem tampão apresentaram valores inferiores aquelas com tampão.

O gráfico 2 compara os resultados obtidos com 1 e 10 dias após o preparo das amostras. As linhas tracejadas referem a concentração desejada.

Gráfico 2: Diferença da concentração de HF no primeiro dia e após 10 dias do preparo. Fonte: Tatiane Andrade Maranhão, 2016.



O gráfico ilustra que de fato o tampão parece estabilizar o HF, isso significa que os valores sempre estão mais próximos do ideal quando na presença do tampão. Esse fato pode estar relacionado com melhor efetividade da estabilização do HF frente ao tempo.

Nota-se também que o preparo realizado com apenas 1 dia as concentrações são inferiores a 10 dias, evidenciando que a quantificação do HF não pode ser realizada de maneira imediata após o preparo, requerendo um período de tempo (dias) para que o equilíbrio seja atingido e a quantificação seja mais promissora.

7 CONCLUSÃO

Os resultados obtidos no presente estudo sugerem que os condicionadores de cerâmica comerciais apresentaram valores médios de $\text{pH}=2,5$, independente da concentração de HF e presença do tampão. Isso sugere que a acidez não é influenciada unicamente pelo HF, podendo haver a presença de outras substâncias que mantenham essa acidez.

Já nos condicionares de cerâmica manipulados os pH das amostras sem tampão mantiveram também a média de próximo a 2,5, já nas amostras que tiveram adição do tampão os pHs apresentaram um aumento, porém continuam sendo consideradas substâncias ácidas.

Quanto às concentrações de HF, tanto os condicionadores de cerâmica manipulados quanto os comerciais apresentaram resultados diferentes dos apresentados nos rótulos dos produtos pelos fabricantes. Apenas o G2, da marca comercial Vita Ceramics Etch apresentou o mesmo resultado quantificado ao apresentado no rótulo.

Com base nas concentrações de HF dos condicionadores de cerâmicas manipulados medidos no primeiro dia e após 10 dias do preparo, pudemos avaliar a estabilidade do HF pode ser comprovada com presença do tampão (NH_4F) e a quantificação não pode ser realizada de maneira imediata, requerendo um tempo para que o equilíbrio seja atingido.

8 REFERÊNCIAS

ADDISON, O., MARQUIS, PM., FLEMING, GJ. The impact of hydrofluoric acid surface treatments on the performance of a porcelain laminate restorative material. **Dental Materials**, [s.l.], v. 23, n. 4, p.461-468, abr. 2007.

Autor desconhecido. **Wet Oxide Etch**. Disponível em: <www.inside.mines.edu/~sagarwal/phgn435/BOE.html>. Acesso em: 02/09/2016

BELLI, R. *et al.* Post-etching Cleaning and Resin/Ceramic Bonding: Microtensile Bond Strength and EDX Analysis. **The Journal Of Adhesive Dentistry**, [s.l.], v. 12, n. 4, p.295-303, 9 nov. 2009.

BOTTINO, MA *et al.* Effect of Ceramic Etching Protocols on Resin Bond Strength to a Feldspar Ceramic. **Operative Dentistry**, [s.l.], v. 40, n. 2, p.40-46, mar. 2015

DELLA BONA, A., ANUSAVICE, KJ., HOOD JA. Effect of surface treatments on the bond strength of a zirconia-reinforced ceramic to composite resin. **Braz. Oral Res.**, [s.l.], v. 21, n. 1, p.10-15, mar. 2007.

DORING, R., NISHI, Y. **Handbook of semiconductor manufacturing technology**. 2Edição. New York. Taylor & Francis Group, jul.2008.

DUZYOL, M. *et al.* The Effect of Surface Treatments on the Bond Strength Between CAD/CAM Blocks and Composite Resin. **Journal Of Prosthodontics**, [s.l.], v. 25, n. 6, p.466-471, 27 jul. 2015.

GLEISNER, H. *et al.* A fast and accurate method for the determination of total and soluble fluorine in toothpaste using high-resolution graphite furnace molecular absorption spectrometry and its comparison with established techniques. **Journal Of Pharmaceutical And Biomedical Analysis**, [s.l.], v. 54, n. 5, p.1040-1046, abr. 2011.

GUARDA, GB. *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**, [s.l.], v. 38, n. 2, p.208-217, mar. 2013.

HOLAND, W. *et al.* A comparison of the microstructure and properties of the IPS Empress 2 and the IPS Empress glass-ceramics. **Journal Of Biomedical Materials Research**, [s.l.], v. 53, n. 4, p.297-303, 2000.

HOOSHMAND, T., PARVIZI, S., KESHVAD, A. Effect of Surface Acid Etching on the Biaxial Flexural Strength of Two Hot-Pressed Glass Ceramics. **Journal Of Prosthodontics**, [s.l.], v. 17, n. 5, p.415-419, jul. 2008.

KALAVACHARLA, VK. *et al.* Influence of Etching Protocol and Silane Treatment with a Universal Adhesive on Lithium Disilicate Bond Strength. **Operative Dentistry**, [s.l.], v. 40, n. 4, p.372-378, jun. 2015.

LISE, D. *et al.* Microshear Bond Strength of Resin Cements to Lithium Disilicate Substrates as a Function of Surface Preparation. **Operative Dentistry**, [s.l.], v. 40, n. 5, p.524-532, set. 2015.

MENEES, TS. *et al.* Influence of particle abrasion or hydrofluoric acid etching on lithium disilicate flexural strength. **The Journal Of Prosthetic Dentistry**, [s.l.], v. 112, n. 5, p.1164-1170, nov. 2014.

MORÉS, S. *et al.* Determination of fluorine in tea using high-resolution molecular absorption spectrometry with electrothermal vaporization of the calcium mono-fluoride CaF. **Talanta**, [s.l.], v. 85, n. 5, p.2681-2685, out. 2011.

NAVES, LZ. *et al.* Surface/Interface Morphology and Bond Strength to Glass Ceramic Etched for Different Periods. **Operative Dentistry**, [s.l.], v. 35, n. 4, p.420-427, jul. 2010.

NETO, DS *et al.* The Effect of Hydrofluoric Acid Concentration on the Bond Strength and Morphology of the Surface and Interface of Glass Ceramics to a Resin Cement. **Operative Dentistry**, [s.l.], v. 40, n. 5, p.470-479, set. 2015.

ÖZCAN, M., ALLAHBEICKARAGHI, A., DUNDAR M. Possible hazardous effects of hydrofluoric acid and recommendations for treatment approach: a review. **Clinical Oral Investigations**, [s.l.], v. 16, n. 1, p.15-23, 9 nov. 2011.

POSRITONG, S. *et al.* The impact of hydrofluoric acid etching followed by unfilled resin on the biaxial strength of a glass-ceramic. **Dental Materials**, [s.l.], v. 29, n. 11, p.281-290, nov. 2013.

TRAKYALI, G. *et al.* Effects of different silanes and acid concentrations on bond strength of brackets to porcelain surfaces. **The European Journal Of Orthodontics**, [s.l.], v. 31, n. 4, p.402-406, 1 abr. 2009.

VENTURINI, AB. *et al.* Effect of Hydrofluoric Acid Concentration on Resin Adhesion to a Feldspathic Ceramic. **The Journal Of Adhesive Dentistry**, [s.l.], v. 17, n. 4, p.313-320, 20 ago. 2015.

XIAOPING, L., DONGFENG, R., SILIKAS, N. Effect of etching time and resin bond on the flexural strength of IPS e.max Press glass ceramic. **Dental Materials**, [s.l.], v. 30, n. 12, p.330-336, dez. 2014.

ZOGHEIB, LV. *et al.* Effect of hydrofluoric acid etching duration on the roughness and flexural strength of a lithium disilicate-based glass ceramic. **Brazilian Dental Journal**, Ribeirão Preto, v. 22, n. 1, p.45-50, jan. 2011.