

LEONARDO SILVA GOMES

**AVALIAÇÃO DO TEMPO E DA CONCENTRAÇÃO DO
CONDICIONAMENTO COM ÁCIDO FLUORÍDRICO SOBRE A
RESISTÊNCIA DE UNIÃO ENTRE CERÂMICA E CIMENTO
RESINOSO**



2010

LEONARDO SILVA GOMES

**AVALIAÇÃO DO TEMPO E DA CONCENTRAÇÃO DO
CONDICIONAMENTO COM ÁCIDO FLUORÍDRICO SOBRE A
RESISTÊNCIA DE UNIÃO ENTRE CERÂMICA E CIMENTO RESINOSO**

Monografia apresentada à Faculdade de Odontologia de São José dos Campos, UNESP - Univ Estadual Paulista, como parte das exigências para a obtenção do grau de CIRURGIÃO-DENTISTA.

Nome do orientador: Prof. Dr. Clovis Pagani

São José dos Campos

2010

Apresentação gráfica e normalização de acordo com:
Alvarez S, Coelho DCAG, Couto RAO, Durante APM. Guia prático para normalização de Trabalhos Acadêmicos da FOSJC. São José dos Campos: Faculdade de odontologia de São José dos campos, UNESP – Univ Estadual Paulista; 2008

G585a Gomes, Leonardo Silva.
Avaliação do tempo e da concentração do condicionamento com ácido fluorídrico sobre a resistência de união entre cerâmica e cimento resinoso / Leonardo Silva Gomes. ___ São José dos Campos: [s.n.], 2010.
38f. : il.

Monografia (Trabalho de Conclusão de Curso) – Faculdade de Odontologia de São Jose dos Campos, Universidade Estadual Paulista, 2010.
Orientador: Prof. Clovis Pagani

1. Cerâmica 2. Cerâmica. 3. Microtração I. Pagani, Clovis. II. Universidade Estadual Paulista. Faculdade de Odontologia de São José dos Campos. IV. Título

D15

Ficha catalográfica elaborada pelo Serviço Técnico de Biblioteca e Documentação da Faculdade de Odontologia de São José dos Campos – UNESP

AUTORIZAÇÃO

Autorizo a reprodução e divulgação total ou parcial deste trabalho, por qualquer meio convencional ou eletrônico, desde que citada a fonte.

São José dos Campos, 6 de outubro de 2010.

Assinatura :

E-mail:

BANCA EXAMINADORA

Prof. Adj. Clovis Pagani (Orientador)

Faculdade de Odontologia de São José dos Campos
UNESP - Univ Estadual Paulista

Prof. Dr. Eduardo Galera da Silva

Faculdade de Odontologia de São José dos Campos
UNESP - Univ Estadual Paulista

Prof. Adj. Sigmar de Mello Rode

Faculdade de Odontologia de São José dos Campos
UNESP - Univ Estadual Paulista

São José dos Campos, 06 de outubro de 2010.

DEDICATÓRIA

A **Deus**, por estar no controle de todas as coisas, dando-me ânimo frente aos desgastes, força diante das adversidades, sabedoria para as decisões e fé para permanecer entregue à Sua vontade. Agradeço por ter colocado ao meu lado, família e namorada, quem eu preciso para seguir adiante.

A **Denise Moreira da Silva**, que me ensinou com a sua vida o significado de ser mãe, sendo meu melhor exemplo e maior motivo de gratidão a Deus. Agradeço por ter abdicado muitas coisas em meu favor, sendo um espelho do amor de Cristo.

AGRADECIMENTOS

Ao **Prof. Clovis**, pela forma como me recebeu como seu orientado e pelo exemplo de competência, dedicação ao trabalho, busca pelo conhecimento e ânimo em todos os momentos. Sou muito grato por você ser meu mestre na odontologia.

À minha irmã, **Isabela**, por ter sempre me ajudado em tudo que precisei. Por ter sido meu exemplo, pela forma como se destaca nos estudos, sem nunca ter deixado de separar tempo para Deus.

Ao **Eron Yamamoto**, pela grande ajuda tanto na escrita dos trabalhos quanto, principalmente, estando presente na execução da parte experimental.

À **Ivoclar Vivadent**, na pessoa do **Sr. Carlos Paes**, pela atenção e fornecimento do material cerâmico utilizado nesse estudo.

Ao **Laboratório de Prótese Aprobato**, na pessoa do **Sr. Gilberto Luís Aprobato**, pela confecção dos blocos em cerâmica.

Aos meus **amigos de turma**, que transformaram esses 4 anos de formação em muitos momentos de alegria e diversão. Obrigado pelos estudos juntos e, principalmente, pelas nossas saídas e viagens.

Ao **Carlos Guedes**, pelo suporte dado sempre que lhe procurei, e ao Prof. **Ivan Balducci**, por ter me ajudado com os resultados desse trabalho.

A **Deus**, por ter me conduzido ao longo desses anos de estudo, por ter me mantido firme apesar de algumas circunstâncias, por ter despertado em mim o desejo de praticar a odontologia também por amor ao próximo e por ter me presenteado com a jóia mais preciosa, **Janaína**.

“Semear de manhã a tua semente e, à tarde, não repouses a tua mão, porque não sabes qual prosperará; se esta, se aquela, ou se ambas igualmente serão boas.”

(Eclesiastes 11:6)

SUMÁRIO

LISTAS DE FIGURAS	7
LISTAS DE QUADROS E TABELAS	8
RESUMO	9
1 INTRODUÇÃO.....	10
2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	13
3 OBJETIVO.....	17
4 JUSTIFICATIVA.....	18
5 MATERIAL E MÉTODO.....	19
6 RESULTADOS.....	26
7 DISCUSSÃO.....	30
8 CONCLUSÃO.....	34
9 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	35
10 ABSTRACT.....	39

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 -	Pastilhas da cerâmica IPS e.max Press (Ivoclar Vivadent).....	20
Figura 2 –	Blocos confeccionados nas medidas 6mm x 8mm x 8mm.....	20
Figura 3 -	Confeção dos blocos de resina composta pela técnica incremental.....	20
Figura 4 -	Ácidos utilizados: a. ácido fluorídrico 10%. b. ácido fosfórico 37%. c. ácido fluorídrico 7,5% (manipulação).....	21
Figura 5 –	Aparelho de ultra-som utilizado para limpeza dos corpos-de-prova.....	21
Figura 6 –	Condicionamento ácido dos blocos em cerâmica e em resina composta.....	22
Figura 7 –	Posicionamento do conjunto no delineador.....	23
Figura 8 –	Fotopolimerização da margem da cimentação.....	23
Figura 9 –	Inclusão dos blocos em resina acrílica quimicamente ativada.....	24
Figura 10 –	Obtenção dos palitos por meio da máquina de corte Labcut.....	24
Figura 11 –	Corpo-de-prova fixado ao berço do dispositivo para testes de microtração.....	25
Figura 12 –	Teste de microtração sendo realizado na máquina de ensaios universal EMIC.....	25
Figura 13 –	Boxplot dos valores de resistência adesiva.....	27

LISTA DE QUADROS E TABELAS

Quadro 1 -	Materiais utilizados.....	19
Quadro 2 -	One-way Unstacked ANOVA.....	27
Quadro 3 -	Resultado dos teste de Tukey para os valores médios de resistência de união (MPa) em ordem crescente entre os grupos homogêneos.....	28
Tabela 1 -	Estatística descritiva.....	26

Gomes LS. Avaliação do tempo e da concentração do condicionamento com ácido fluorídrico sobre a resistência de união entre cerâmica e cimento resinoso. São José dos Campos: Faculdade de Odontologia de São José dos Campos, UNESP – Univ Estadual Paulista; 2010.

RESUMO

O objetivo deste trabalho foi verificar através de teste de microtração a influência do tempo e da concentração do condicionamento de superfície com ácido fluorídrico e sua interferência na adesão do cimento resinoso dual à porcelana. Foram utilizados 32 corpos de cerâmica vítrea de dissilicato de lítio do sistema IPS e.max Press LT com dimensões de 6mm de espessura, 8 mm de altura e 8 mm de comprimento, os quais serão moldados para obtenção de blocos de resina composta correspondentes aos blocos cerâmicos. Os blocos cerâmicos e resinosos foram divididos em 16 grupos (n=4) e numerados conforme a concentração do ácido fluorídrico (2,5%, 5%, 7,5% e 10%) e do tempo de condicionamento (20 segundos, 40 segundos, 1 minuto e 2 minutos). Os blocos foram limpos em aparelho ultrassônico com água destilada e secos com jato de ar, submetidos ao condicionamento ácido e lavados com jatos ar-água, secos com jato de ar e receberam aplicação do agente de silanização Monobond-S, seguido do adesivo Excit (Ivoclar Vivaden). Cada bloco cerâmico foi unido ao bloco correspondente de resina composta através do cimento resinoso Multilink Automix. Os corpos-de-prova foram cortados para obtenção de 9 micro amostras para cada conjunto de cerâmica-resina com 1 mm de espessura X 1 mm de altura X 12 mm de comprimento, que foram submetidos aos testes de microtração. Os resultados foram analisados em estatística descritiva e análise de variância com nível de significância 5%, revelando que houve diferença estatisticamente significativa ($p=0,000001 < 0,05$). A partir do teste de Tukey pode-se concluir que o condicionamento com o ácido fluorídrico a 2,5% por 120 segundos conferiu a melhor resistência adesiva, porém, sem diferença estatística entre o condicionamento com o mesmo ácido na concentração de 5,0% por 20 e 40 segundos.

Palavras-chave: Cerâmica. Condicionamento ácido. Microtração.

1 INTRODUÇÃO

As cerâmicas odontológicas são utilizadas como material restaurador desde 1770 por serem material restaurador com boas propriedades estéticas (Borges et al., 2003). Suas propriedades físico-químicas proporcionam biocompatibilidade, baixo potencial de manchamento, condutibilidade térmica e coeficiente de expansão térmica similares ao da estrutura dentária, resistência à compressão e abrasão, translucidez, cor, brilho, textura e luminescência, possibilitando restabelecer características naturais da dentição humana.

O foco das pesquisas atuais está em desenvolver a melhor forma de se utilizar materiais cerâmicos para que possuam resistência mecânica e mantenham suas qualidades estéticas, dispensando a necessidade de uma infra-estrutura metálica. O uso desta infra-estrutura metálica resulta em restaurações com deficiências estéticas pela dificuldade do mascaramento do metal, alterando a translucidez e a cor da cerâmica, além da oxidação que pode ocorrer no metal.

Para que se possa utilizar apenas a cerâmica na reabilitação estética é necessário o aumento do volume desta cerâmica, melhorando as características de resistência mecânica, além de utilizar uma subestrutura em cerâmica reforçada, sistemas adesivos e cimentos resinosos.

Recentemente lançado no Brasil, IPS e.max é um novo sistema totalmente cerâmico fabricado pela Ivoclar Vivadent com duas opções de tecnologia: injeção e CAD/CAM. Trata-se do primeiro sistema a combinar os benefícios das técnicas, oferecendo estética e alta

resistência para ambas as tecnologias. Na técnica de injeção, estão disponíveis dois tipos de pastilhas: IPS e.max Press, uma cerâmica de dissilicato de lítio de alta resistência; e IPS e.max ZirPress, uma cerâmica vítrea para ser injetada em estruturas de óxidos de zircônia, de forma eficaz e rápida. Na técnica CAD/CAM, estão disponíveis: IPS e.max CAD, blocos altamente estéticos de dissilicato de lítio, e IPS e.max ZirCAD, blocos de alta resistência de óxido de zircônia. Para recobrir as infra-estruturas cerâmicas fabricadas com esses materiais, a Ivoclar Vivadent desenvolveu o IPS e.max Ceram, uma cerâmica à base de fluorapatita, destinada a estratificar todos os tipos de estruturas do sistema IPS e.max, independentemente de ser dissilicato de lítio ou óxido de zircônio, injetável ou CAD/CAM.(Guess et al., 2006)

Esse novo sistema tem ampla indicação dentro da odontologia estética, sendo eficaz desde pequenas reabilitações com coroas parciais anteriores e posteriores até próteses fixas de três a seis elementos (Etman, Woolford, 2010). Dentre essas indicações o IPS e.max Press e o IPS e.max CAD são perfeitos para restaurações de dentes anteriores e coroas unitárias posteriores, privilegiando a estética e os efeitos de luz (Madina et al, 2010). Já as pastilhas do IPS e.max ZirPress e IPS e.max ZirCAD são mais adequadas para a confecção de prótese fixas extensas de até 6 elementos ou restaurações posteriores que exijam maior resistência mecânica.

A cimentação adesiva proporciona aderência à superfície dentária e à superfície da porcelana, preenchendo espaços vazios ou fendas que poderiam ocasionar propagação de trincas e conseqüentemente de fraturas (Burke, Watts, 1994; Scherrer et al., 1994). A cimentação adesiva favorece também uma melhor distribuição de forças para a estrutura dentária.

Para realizar cimentações efetivas devemos conhecer a estrutura da cerâmica e como ocorre a adesão. O condicionamento interno das porcelanas que contém leucita com ácido fluorídrico é um

procedimento que visa aumentar as microporosidades superficiais da porcelana, além de aumentar a energia superficial livre para que ocorra um melhor escoamento do adesivo.

Segundo o fabricante, o uso de cimentos estéticos é importante para assegurar uma coloração harmoniosa em restaurações livre de metal de IPS e.max e as melhores maneiras de fixar as próteses e.max é através do consagrado Variolink II ou do cimento autoadesivo Multilink, exceto no caso do blocos ZirCAD, em que a indicação é restrita ao cimento autoadesivo Multilink. Nesse caso, não há necessidade de usar agentes adesivos e condicionantes adicionais.

No entanto, a influência dos diferentes tempos de condicionamento e a concentração do ácido fluorídrico ainda não está bem esclarecida na literatura, principalmente para essa nova tecnologia IPS e.max.

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

O sistema IPS e.max é um sistema totalmente cerâmico fabricado pela Ivoclar Vivadent com duas opções de tecnologia: injeção e CAD/CAM. Trata-se do primeiro sistema que combina os benefícios das duas técnicas, oferecendo materiais extremamente estéticos e com alta resistência. Para a técnica CAD/CAM estão disponíveis o IPS e.max CAD, blocos de dissilicato de lítio, e o IPS e.max ZirCAD, blocos de óxido de zircônia. Já para a técnica de injeção, estão disponíveis dois tipos de pastilha: IPS e.max Press, uma cerâmica de dissilicato de lítio de alta resistência, e IPS e.max ZirPress, uma cerâmica vítrea para ser sobreinjetada em estrutura de óxido de zircônia.

Clavijo et al. (2007) utilizaram o sistema IPS e.max ZirPress para confecção de seis coroas cerâmicas nos dentes anteriores superiores. Como procedimentos de cimentação foram realizados tratamento de superfície com ácido fluorídrico a 10% por 60 s e aplicação do agente silano Monobond S (Ivoclar Vivadent) por um min, seguida da aplicação do primer para zircônia (Ivoclar Vivadent) por 60s e aplicação do primer A e B do sistema de cimentação Multilink (Ivoclar Vivadent). Na estrutura dentária, o condicionamento dos dentes foi realizado com o sistema adesivo autocondicionante do cimento Multilink.

Foi evidenciado recentemente que o sistema IPS e.Max Press apresenta valores de adaptação marginal inferiores a 120µm, sendo considerados totalmente aceitáveis quando associado à cimentação adesiva. (Stappert et al, 2005)

Atualmente a modificação topográfica interna das restaurações de porcelana é mais comumente obtida através da aplicação

de solução ou gel de ácido fluorídrico a 10% (Edris et al., 1990). Nas porcelanas com leucita na composição, o condicionamento provoca a dissolução seletiva da matriz vítrea, expondo áreas da fase cristalina da porção interna. Esta superfície irregular com poros e lacunas aumenta a área retentiva, e se mostra mais propícia para o embricamento do agente adesivo (Özden et al., 1994).

Calamia (1985) em seu estudo sobre condicionamento afirmou que o conhecimento do tempo e da concentração ideal de condicionamento ácido era primordial para se conseguir o máximo de resistência adesiva.

Chen et al. (1998) avaliaram a influência da concentração e do tempo de condicionamento na força de resistência ao cisalhamento da união entre uma porcelana feldspática (VMK68) e uma resina composta (Clearfil APX). Foi utilizado ácido fluorídrico nas concentrações de 2,5% e 5% sendo 30, 40, 60, 90, 120, 150 segundos os tempos testados. Com a concentração 2,5% obteve melhores resultados do que com a concentração 5% em todos os tempos testados. A aplicação do ácido melhorou a resistência adesiva em comparação com o grupo controle sem aplicação, não havendo diferença com o aumento do tempo de condicionamento. Os autores em outro estudo no mesmo ano utilizaram porcelana feldspática (Cerec 2 Vitablocks Mark II) condicionadas com ácido fluorídrico a 5% nos tempos de 5, 30, 60, 120 e 180 segundos aderida à resina composta. No tempo de exposição ao ácido de 120 segundos foi mais efetiva à adesão, e o aumento do tempo de exposição ao invés de aumentar a resistência, diminuiu. Concluíram que o aumento de condicionamento aumentaria as porosidades, porém dificultaria a remoção do precipitado, interferindo no contato entre o adesivo e a cerâmica.

Pereira e Ishikiriama(1997) ao avaliarem a resistência ao cisalhamento da união resina composta/porcelana, em função de diferentes formas de tratamento da superfície da porcelana, verificaram

uma maior resistência adesiva com a utilização de ácido hidrófluídrico a 9,5% por 1 minuto e ocorreu o predomínio de falhas coesivas. Já com a utilização do ácido fosfórico a 37% a resistência adesiva foi menor e as falhas foram predominantemente adesivas. O ácido fosfórico torna a superfície da porcelana reativa ao agente silano, mas não foi suficiente para impedir falhas adesivas na interface porcelana/resina composta. Esses resultados foram observados também por Hayakawa (1992).

Tylka e Stewart em 1994 verificaram que o condicionamento da superfície da porcelana com ácido fluorídrico proporcionou uma superfície mais porosa e irregular do que o ácido fosfórico, porém a utilização dos tipos de ácidos apresentou uma força de união que levou à fratura coesiva das amostras, sugerindo uma mesma efetividade desses ácidos.

Ao avaliar o efeito dos tratamentos superficiais para reparo em cerâmica através de microscopia eletrônica de varredura, Zavanelli et al em 2006 obtiveram um ataque da superfície cerâmica mais significativo com a utilização de ácido fluorídrico 9,5% que ácido fosfórico a 37%. As alterações na superfície da cerâmica foram observadas principalmente após a exposição ao ácido fluorídrico durante 2 minutos, provocando mudanças na translucidez e acabamento superficial da amostra. Assim pôde-se inferir que a duração da exposição do ácido selecionado é um importante fator a ser considerado nos efeitos sobre o material.

Em estudos de tratamento de superfície de cerâmica não há uma padronização da concentração e do tempo de condicionamento ácido: El Zohairy (2004) utilizou o ácido fluorídrico 8% por 2 minutos, enquanto Attia (2004) utilizou o ácido fluorídrico 4,9% por 1 minuto e Mesquita et al. (2008) indicam o ácido fluorídrico 10% por 20 segundos.

Os testes laboratoriais de resistência adesiva, como tração e cisalhamento, consistem na aplicação de uma carga em corpos-

de-prova, visando gerar tensões na interface entre os materiais testados até que haja rompimento da união (Versluis et al., 1997).

Estudos de análise de distribuição de tensões da interface têm sido realizados e alguns testes são incapazes de obter resultados fiéis. Por exemplo, o ensaio de cisalhamento, não pode ser considerado um teste mecânico ideal para este fim, por apresentar em seus resultados uma frequência muito grande de falhas coesivas, devido à distribuição não uniforme dos estresses na área adesiva. (Cardoso et al., 1998; Schreiner et al., 1998)

O teste de microtração de acordo com vários trabalhos (Pashley et al., 1999; Della Bona et al., 2000; Valandro et al., 2005) é o teste mais indicado para estudar a resistência adesiva entre os materiais. A grande vantagem do ensaio de microtração é a possibilidade de se obter vários corpos-de-prova de uma pequena estrutura. Este teste permite avaliar pequenas áreas (em torno de 1 mm^2) de uma mesma superfície adesiva.

3 OBJETIVO

Verificar através de teste de microtração a influência do tempo e da concentração do condicionamento de superfície com ácido fluorídrico e sua interferência na adesão do cimento resinoso dual à porcelana IPS e.max Press LT.

4 JUSTIFICATIVA

O tipo, concentração e tempo de condicionamento ácido podem influenciar na resistência adesiva. Sendo assim, a concentração e o tempo de condicionamento ácido devem ser estabelecidos de acordo com o tipo de cerâmica, melhorando a união entre o agente de união e a porcelana, pois os mesmos são considerados fatores críticos para a obtenção de uma resistência adesiva ideal.

Sabendo que o sucesso e a longevidade das restaurações cerâmicas estão intimamente relacionados com o tratamento superficial pré-cimentação e observando a pouca informação quanto à concentração, tempo de exposição do condicionamento ácido e a falta de padronização em estudos com cerâmica, principalmente sobre o sistema IPS e.max, fomos estimulados a realizar este estudo.

Quanto à escolha do tratamento de superfície, apesar da literatura mostrar em alguns trabalhos que não existe diferença entre os ácidos, hoje, as últimas pesquisas mostraram uma superioridade do ácido fluorídrico sobre o ácido fosfórico. Por esse motivo optamos por utilizar o ácido fluorídrico.

O trabalho foi realizado com uma cerâmica (IPS e.max Press LT) utilizada para realização de restaurações por sistema de injeção e que poderá fornecer novas informações para os profissionais da área.

5 MATERIAL E MÉTODO

A descrição dos materiais, nome comercial e fabricante estão listados no Quadro 1.

Quadro 1 - Materiais utilizados

Material	Nome Comercial	Fabricante
Cerâmica	IPS e.max Press LT	Ivoclar Vivadent
Ácido Fluorídrico 2,5%, 5%, 7,5% e 10%	Manipulado	Manipulado
Silano	Monobond-S	Ivoclar Vivadent
Adesivo	Excit	Ivoclar Vivadent
Cimento Resinoso	Multilink Automix	Ivoclar Vivadent
Resina Composta	Tetric Ceram	Ivoclar Vivadent
Silicona de adição	Aquasil	Dentsply

Os blocos da cerâmica IPS e.max Press LT foram confeccionados por um técnico em prótese nas dimensões de 6 mm de espessura, 8 mm de altura e 8 mm de comprimento.

Esses blocos foram moldados com silicone polimerizado por reação de adição de massa densa (Aquasil – Dentsply). Os moldes obtidos foram preenchidos com resina composta (Tetric Ceram – Ivoclar Vivadent) através de incrementos de 2 mm de espessura, sendo cada

incremento fotopolimerizado por 20 segundos, até o preenchimento completo do molde. Desta forma foram confeccionados 32 blocos de resina composta com as mesmas dimensões dos blocos cerâmicos, sendo cada um acondicionado separadamente com o seu correspondente cerâmico.



Figura 1 - Pastilhas da cerâmica IPS e.max Press (Ivoclar Vivadent).



Figura 2 - Blocos confeccionados nas medidas 6 mm x 8 mm x 8 mm.



Figura 3 - Confeção dos blocos de resina composta pela técnica incremental.

Os blocos cerâmicos e resinosos foram divididos em 16 grupos ($n=2$) e numerados conforme a concentração do ácido fluorídrico (2,5%, 5%, 7,5% e 10%) e do tempo de condicionamento (20 segundos, 40 segundos, 1 minutos e 2 minutos).

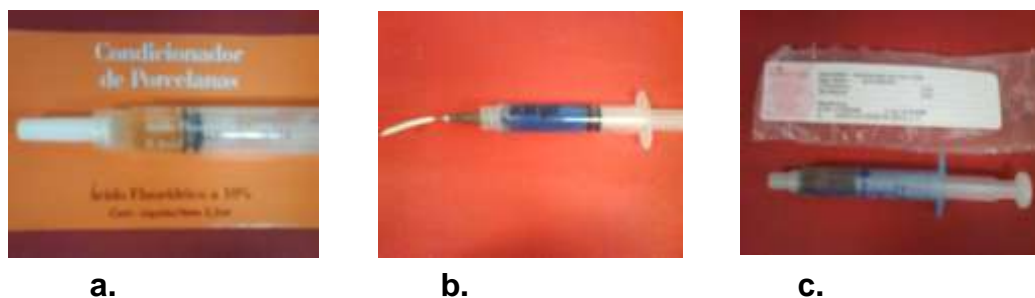
**a.****b.****c.**

Figura 4 - Ácidos utilizados: **a.** ácido fluorídrico 10%. **b.** ácido fosfórico 37%. **c.** ácido fluorídrico 7,5% (manipulação).



Figura 5 - Aparelho de ultra-som utilizado para limpeza dos corpos-de-prova.

Os blocos cerâmicos foram condicionados conforme a concentração do ácido e do tempo, enquanto os blocos resinosos foram condicionados por 60 segundos com ácido fosfórico a 37% para limpeza da superfície. Em seguida, foram lavados com jatos ar-água por 60 segundos e secos com jato de ar por 30 segundos.

**a.****b.**

Figura 6 - Condicionamento ácido dos blocos em resina composta (a) e em cerâmica (b).

Foi feita a aplicação do agente silano Monobond-S (Ivoclar Vivadent) na superfície de colagem de cada bloco cerâmico. Após 4 minutos, foi realizada a secagem com jato de ar por 5 segundos e aplicado o adesivo Excit (Ivoclar Vivadent), seguido de jato de ar por 5 segundos e fotopolimerização por 30 segundos. Cada bloco cerâmico foi unido ao seu correspondente bloco resinoso empregando o agente cimentante resinoso Multilink Automix (Ivoclar Vivadent). Este conjunto foi posicionado em um delineador adaptado com a força de 750g de carga estática perpendicular à linha de cimentação. Cada margem de cimentação foi fotopolimerizada por 40 segundos. Após a fotopolimerização, os blocos foram armazenados imersos em soro fisiológico por 24 horas em estufa a 37 °C.

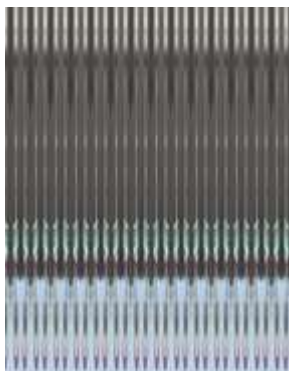


Figura 7. Posicionamento do conjunto no delineador

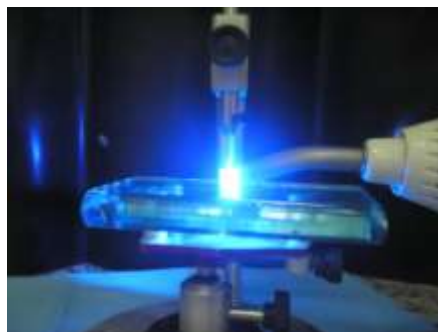


Figura 8. Fotopolimerização da margem de cimentação.

Posteriormente, os blocos foram fixados a uma ponta calibradora com cianoacrilato (SupraBond) na porção de resina composta para serem incluídos em resina acrílica quimicamente ativada formando um ângulo de 90°, fazendo uso de um delineador e de molde de silicone. Após a completa polimerização da resina acrílica, a ponta calibradora foi

removida do bloco para que este fosse adaptado à máquina de corte Labcut 1010 (Mitutoyo). A primeira secção foi sempre descartada para eliminar irregularidades. Em seguida, cerca de 4 secções de 1 mm foram realizadas. Cada secção obtida foi girada em 90° e fixada na máquina de corte de modo semelhante para que fosse realizada novamente cerca de 4 secções de 1 mm. O total de corpos-de-prova (CP) obtidos por bloco foram no máximo 16. Portanto, cada grupo foi constituído de até 32 CP, que apresentaram as seguintes características: a- Forma retangular; b- interface quadrangular (simétrica) com área de aproximadamente de 1mm; c- comprimento de 12 mm.



Figura 9 - Inclusão dos blocos em resina acrílica quimicamente ativada.



Figura 10 - Obtenção dos palitos por meio da máquina de corte Labcut.

Cada CP foi fixado com adesivo cianoacrilato nos lados de um berço de um dispositivo para testes de microtração (Erios

Equipamentos Técnicos e Científicos Ltda.) e posicionado para o ensaio, de modo que a área adesiva foi posicionada perpendicular à força aplicada, a fim de se evitar forças de dobramento na interface. Somente as extremidades do CP foram fixadas ao berço, de forma que a zona adesiva se localizasse entre as duas partes do mesmo. O conjunto berço e CP foi fixado ao dispositivo adaptado à máquina de ensaios universal EMIC e submetido à tração com velocidade de 0,5 mm/min até o rompimento do CP. Após o rompimento, os resultados em MegaPascal (MPa) foram anotados.



Figura 11 - Corpo-de-prova fixado ao berço do dispositivo para testes de microtração.



Figura 12 - Teste de microtração sendo realizado na máquina de ensaios universal EMIC.

6 RESULTADOS

Cada corpo-de-prova, ao ser submetido ao teste de microtração na máquina de ensaios universal - EMIC, apresentou valor de resistência de união (MPa), o qual foi considerado para análise dos dados. Estes dados foram submetidos à estatística descritiva para obtenção dos valores de média, mediana e desvio-padrão (Tabela 1).

Tabela 1 - Estatística descritiva

Grupos	N	Média	Desvio padrão
1	19	23,77	8,49
2	32	22,29	5,79
3	31	24,21	7,95
4	22	32,78	6,03
5	24	26,45	7,61
6	20	31,21	6,63
7	27	23,97	8,67
8	19	23,97	5,09
9	27	24,18	4,37
10	27	21,46	5,93
11	32	22,89	6,83
12	29	25,76	6,63
13	26	23,52	4,26
14	30	24,78	8,50
15	21	21,64	6,23
16	31	17,51	5,04

Foi também realizada a análise de variância de um fator aninhado (One-way Unstacked ANOVA), com nível de significância de 5%, conforme o Quadro 2 e a Figura 13.

Quadro 2 - One-way Unstacked ANOVA. * $p < 0,05$

Efeito	gl	SQ	QM	F	p-valor
Intercepto	1	81122,45	81122,45	1804,047	0,000001
Tratamento	15	4563,08	304,21	6,765	0,000001*
Bloco	1	0,06	0,06	0,001	0,970026
Palito(Bloco)	42	1563,05	37,22	0,828	0,769785
Resíduo	366	16457,89	44,97		
Total	424	22773,78			

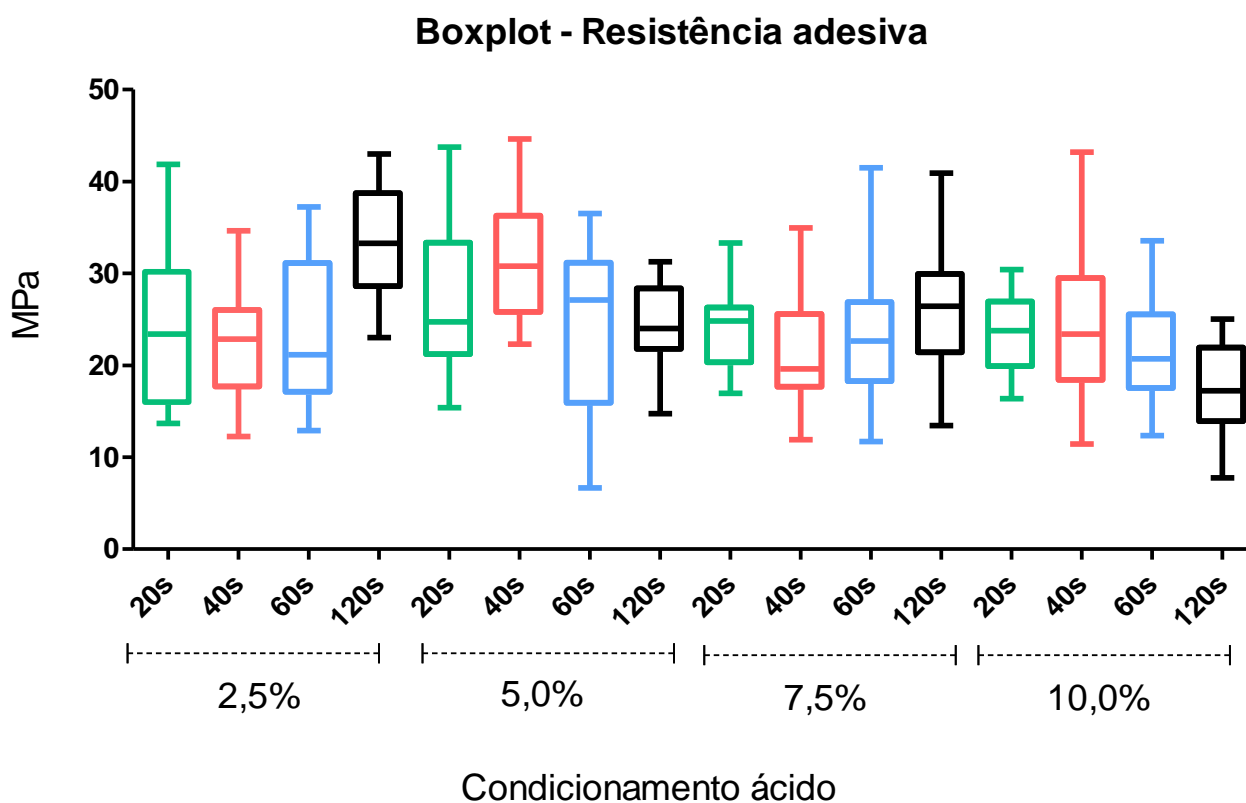


Figura 13 - Boxplot dos valores de resistência adesiva.

Esta análise revelou que houve diferença estatisticamente significativa ($p=0,000001 < 0,05$). Devido a essa diferença, os dados foram submetidos ao teste de Tukey para comparar os grupos entre si (Quadro 3).

Quadro 3 - Resultado do teste de Tukey para os valores médios de resistência de união (MPa) em ordem crescente entre os grupos homogêneos.

Grupo	Concentração do ácido	Tempo	Média (MPa)	Grupos Homogêneos			
16	10,0%	120s	17.50806	A			
10	7,5%	40	21.45630	A	B		
15	10,0%	60s	21.63619	A	B		
2	2,5%	40s	22.29200	A	B		
11	7,5%	60s	22.89406	A	B		
13	10,0%	20s	23.51885	A	B		
1	2,5%	20s	23.77368	A	B	C	
7	5,0%	60s	23.96926	A	B	C	
8	5,0%	120s	23.97158	A	B	C	
9	7,5%	20s	24.18185		B	C	
3	2,5%	60s	24.20806		B	C	
14	10,0%	40s	24.77933		B	C	
12	7,5%	120s	25.75931		B	C	
5	5,0%	20s	26.44958		B	C	D
6	5,0%	40s	31.21100			C	D
4	2,5%	120s	32.78500				D

A partir do resultado do teste de Tukey, é possível concluir que o condicionamento com o ácido fluorídrico na concentração de 2,5% por 120 segundos (grupo 4) confere a melhor resistência adesiva na união entre a cerâmica em estudo e o cimento resinoso. Entretanto, não houve diferença estatisticamente significativa entre os 3 grupos com melhor resultado de resistência adesiva, podendo o condicionamento com ácido fluorídrico na concentração de 2,5% por 120 segundos ser substituído pelo condicionamento com o mesmo ácido na concentração

de 5,0% por até 40 segundos (grupos 5 e 6). Pode-se concluir também que os menores valores de resistência adesiva foram obtidos após o condicionamento com ácido fluorídrico na concentração de 10,0% por 120 segundos. Todos os demais grupos apresentaram valores intermediários de resistência adesiva.

7 DISCUSSÃO

Nesse estudo foi utilizada a cerâmica IPS e.max Press LT, indicada, segundo o fabricante, para confecção de coroas unitárias anteriores e posteriores e próteses fixas anteriores.

Tysowsky (2009) concluiu que a cerâmica de dissilicato de lítio é a melhor opção de material restaurador para confecção de restaurações indiretas unitárias. Esse autor afirmou ainda que a cerâmica IPS e.max Press LT apresentou o melhor resultado de resistência (de 360 a 400 MPa), quando comparado com metalo-cerâmica (de 80 a 100 MPa), cerâmica a base de zircônia (100 MPa) e cerâmica vítrea reforçada com leucita (150 a 160 MPa).

De acordo com Saavedra (2006), técnicas adesivas de cimentação são comumente usadas, hoje em dia, para garantir a durabilidade de restaurações cerâmicas indiretas. O sucesso clínico desse tipo de restauração dependerá da qualidade e da durabilidade da adesão entre o agente de união e a cerâmica. A qualidade dessa adesão depende dos mecanismos adesivos controlados pelo tratamento de superfície, realizado sobre a superfície cerâmica antes da cimentação, que promove retenção micromecânica com substrato (Leite, 2005).

Diversos autores relataram que o tipo de tratamento de superfície mais utilizado para as cerâmicas feldspáticas é o condicionamento com ácido fluorídrico, responsável pela união mecânica, seguidos de silanização, responsável pela união química (Phoenix, 1995; Schreiner et al., 1998; Jardel et al., 1999; Della-Bona, 2000; Canay et al., 2001; Spohr et al., 2003; Myashita, 2004; Saraçoglu et al., 2004). Kupiec

e colaboradores (1996) concordam com esses autores, mas ressaltam que a grande variedade de concentrações desse ácido disponíveis no mercado indica que a concentração ótima, bem como o tempo mais adequado para o condicionamento, ainda não estão estabelecidos (Ozcan, 2003). Esse fato nos motivou à realização desse estudo.

O efeito do condicionamento com ácido fluorídrico pode ser explicado pela natureza química do processo de condicionamento. O ácido fluorídrico reage preferencialmente com a sílica presente na microestrutura da cerâmica formando hexafluorsilicatos. Como resultado dessa reação, a superfície de cerâmica torna-se porosa e irregular, aumenta a área superficial facilitando a penetração do agente de união para o interior das microrretenções da superfície cerâmica condicionada pelo ácido (Chen, 1998; Saavedra, 2006).

Della-Bona e Anusavice em 2002 avaliaram a hipótese de que o padrão da superfície estrutural muda de acordo com o tipo de tratamento recebido, microestrutura e composição da porcelana. Os autores concluíram que diferenças na microestrutura e composição da porcelana são fatores controladores na retenção micromecânica após os procedimentos de condicionamento ácido e que o ácido fluorídrico promove o mais proeminente padrão de condicionamento nas cerâmicas ácido sensíveis, devendo ser utilizado dentro do protocolo de cimentação.

Matsumura et al. em 2001 mostraram que todos os sistemas utilizados para produzir adesão química ou mecânicas entre substratos devem promover no mínimo 10 MPa de resistência adesiva para que possa ser usado clinicamente. No presente estudo todos os grupos apresentaram resistência adesiva superior a esse valor, sendo que a menos média encontrada foi de 17,5 MPa (ácido fluorídrico 10,0% por 120 segundos).

Santos (2005) condicionou 2 tipos de porcelanas (Cerec Vitablocks Mark II e IPS Empress 2) com ácido fluorídrico 10%, variando os tempos de condicionamento: 20s, 1 minuto, 2,5 minutos e 5 minutos.

Após o condicionamento ácido, o autor utilizou silano, 2 tipos de adesivos (fotoativado ou dual) e cimento resinoso dual (Rely X) para realizar a união entre a cerâmica e cones de resina composta (Z 250). Para análise utilizou teste adesivo de tração. Como resultado o autor observou que a variação do tempo de condicionamento ácido não foi estatisticamente significativa em nenhuma das porcelanas, levando-o a concluir que o tempo de 20 segundos é suficiente para causar uma adesão efetiva.

Diferindo das conclusões desse autor, no presente estudo foi encontrada diferença estatística para os diversos grupos, sendo os condicionamentos com ácido fluorídrico nas concentrações de 2,5% por 120 segundos e de 5,0% por 20 e 40 segundos capazes de produzir resistência adesiva superior que os demais grupos.

Chen e colaboradores, em 1998, condicionaram blocos cerâmicos Cerec 2 Vitablocks Mark II com ácido fluorídrico 5% por 6 diferentes tempos (0, 5, 30, 60, 120 e 180 segundos) e avaliaram não só a resistência de união, mas também, por meio de microscopia eletrônica de varredura, as mudanças estruturais ocorridas na cerâmica em consequência do condicionamento ácido.

Os autores conseguiram valores superiores a 30 MPa para os grupos condicionados a partir de 30 segundos, sendo que os maiores valores foram obtidos no grupo de 120 segundos e, com 180 segundos, houve ligeira diminuição da resistência de união. O presente estudo revelou que para a concentração de 5% o tempo de 40 segundos produziu o maior valor numérico de resistência adesiva, não sendo, porém, estatisticamente diferente dos demais tempos de condicionamento.

Não foi encontrado na literatura nenhum estudo que envolvesse o condicionamento com ácido fluorídrico na concentração de 7,5%, bem como nenhum estudo que envolvesse a avaliação comparativa entre as diversas concentrações do ácido fluorídrico e os diversos tempos

de condicionamento. Sendo assim, podem concluir que o presente estudo foi relevante.

Os grupos 4, 5, e 6, cujas concentrações do ácido fluorídrico variaram entre 2,5% e 5,0% apresentaram os maiores valores de resistência adesiva, seguindo a tendência dos estudos dessa linha, os quais também avaliaram tal questão microscopicamente (Chen et al., 1998; Leite, 2005; Santos, 2005; Melo et al., 2007). Entendemos ser mais indicado um tempo menor de condicionamento ácido, pois causaria menor dano estrutural à cerâmica, facilitando a atuação do sistema adesivo e gerando resistência de união eficaz.

O condicionamento com ácido fluorídrico na concentração de 2,5% por 120 segundos apresentou os melhores resultados de resistência adesiva, porém, não diferiu estatisticamente dos condicionamentos com o ácido fluorídrico na concentração de 5,0% por 20 e 40 segundos (grupos 5 e 6).

De todos os grupos, o que apresentou menor valor de resistência de união foi o condicionado com ácido fluorídrico 10,0% por 120 segundos (17,5 MPa). Podemos explicar esse valor por se tratar do grupo que foi submetido ao maior tempo de condicionamento ácido com a maior concentração do mesmo, causando grandes danos estruturais à cerâmica e prejudicando o embricamento mecânico do sistema adesivo.

Todos os demais grupos apresentaram valores intermediários de resistência adesiva.

8 CONCLUSÃO

A pesquisa foi relevante quanto aos tratamentos de superfície dos materiais estudados.

O condicionamento com ácido fluorídrico na concentração de 2,5% por 120 segundos apresentou maiores valores de resistência adesiva, porém, sem haver diferença estatística do condicionamento com ácido fluorídrico na concentração de 5,0% por 20 ou 40 segundos.

O condicionamento com ácido fluorídrico na concentração de 10,0% por 120 segundos apresentou os valores mais baixos de resistência adesiva, comprovando que uma alta concentração do ácido durante um maior tempo de condicionamento prejudica a união adesiva.

9 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS*

Attia A, Kern M. Fracture strength of all-ceramic crowns luted using two bonding methods. J Prosthet Dent. 2004 Mar;91(3):247-52.

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

Burke FJT, Watts DC. Fracture resistance of teeth restored with dentin-bonded crowns. Quintessence Int. 1994;25(5):335-40.

Calamia JR. Etched porcelain veneers: the current state art. Quintessence Int. 1985;16(1):5-12.

Canay S, Hersek N, Ertan A. Effect of different acid treatments on a porcelain surface. J Oral Rehabil. 2001 Jan;28(1):95-101.

Cardoso PEC, Braga RR, Carrilho MRO. Evaluation of microtensile, shear and tensile tests determining the bond strength of three adhesives systems. Dent Mater. 1998 Nov;14:394-8.

Chen JH, Matsumura H, Atsuta M. Effect of different etching on the bond strength of a composite resin to a machinable porcelain. J Dent. 1998;26(1):53-8.

Chen JH, Matsumura H, Atsuta M. Effect of etchant, etching period, and silane priming on bond strength to porcelain of composite resin. Oper Dent. 1998;23(5):250-7.

Clavijo VGR, Souza NC, Andrade MF. IPS e-max : harmonização do sorriso. R Dental Press Estét Maringá. 2007;4(1):33-49.

Della-Bona A, Anusavise J, Shen C. Microtensile strength of composite bonded to hot-pressed ceramics. J Adhes Dent. 2000;26(4):305-13.

* Baseado em: International Committee of Medical Journal Editors Uniform Requirements for Manuscripts Submitted to Biomedical journals: Sample References [homepage na Internet Bethesda: US NLM; c2003 [disponibilidade em 2008 ago; citado em 25 ago.] Disponível em http://www.nlm.nih.gov/bsd/uniform_requirements.html

Della Bona A, Anusavice KJ. Effect of surface treatment on tensile bond strength to a resin cement. *Int J Prosthodont*. 2002;15(3):248-53.

Edris AA, Jabr AA, Cooley RL, Barghi N. SEM evaluation of etches patterns by etchants on three porcelain. *J Prosthet Dent*. 1990;64(6):734-9.

El Zohairy AA, De Gee AJ, Hassan FM, Feilzer AJ. The effect of adhesives with various degrees of hydrophilicity on resin ceramic bond durability. *Dent Mater*. 2004;20:778-87.

Etman Mk, Woolfor MJ. Three year clinical evaluation of two ceramic crown systems: a preliminary study. *J Prosthet Dent*. 2010;103(2):80-90.

Guess PC, Stappert CF, Strub JR. Preliminary clinical results of a prospective study of IPS e.Max Press and Cerec ProCAD partial coverage crowns. *Schweiz Monatsschr Zahnmed Bern*. 2006;116(5):493-500.

Hayakawa T, Horie K, Aida M, Kanaya H, Kobayashi T, Murata Y. The influence of surface conditions and silane agents on the bond resin to dental porcelain. *Dent Mat*. 1992;8(4):238-40.

Jardel V, Degrange M, Picard B, Derrien G. Surface energy of etched ceramic. *Int. J. Prosthodont*. 1999 Sep/Oct;12(5):415-8.

Kupiec KA, Wuertz KM, Barkmeier WW, Wilwerding TM. Evaluation of porcelain surface treatments and agents for composite-to-porcelain repair. *J Prosthet Dent*. 1996;76:119-24.

Leite FPP. Efeito do tempo de condicionamento e da limpeza em aparelho sônico do precipitado do ácido fluorídrico sobre a resistência de união entre uma cerâmica feldspática e um cimento resinoso [dissertação]. São José dos Campos: Faculdade de Odontologia de São José dos Campos: UNESP – Univ Estadual Paulista; 2005.

Madina MM, Ozcan M, Badawy MF. Effect of surface conditioning and taper angle on the retention of IPS e.max Press crowns. *J Prosthodont*. 2010 Apr;19(3):200-4.

Matsumura H, Yanagida H, Tanoue E, Atsuta M, Shimoe S. Shear bond strength of resin composite veneering material to gold alloy with varying metal surface preparations. *J Prosthet Dent*. 2001 Sep;86(3):315-9.

Melo RM, Valandro LF, Bottino MA. Microtensile bond strength of a repair composite to leucite-reinforced feldspathic ceramic. *Braz Dent J*. 2007;18(4):314-9.

Mesquita AMM, Souza ROA, Miyashita E. Restaurações cerâmicas metal-free. In: APCD – Associação Paulista de Cirurgiões-Dentistas. (Org). Atualização em clínica odontológica – Clínica do Dia-a-Dia. São Paulo: Artes Médicas; 2008. p. 679-719.

Miyashita E, Dias AHM, Castro Filho AA, Itinoche MK. Sistema In Ceram. In: Miyashita E, Fonseca AS. Odontologia estética: o estado da arte. São Paulo: Artes Médicas; 2004. p. 249-70.

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

Özden AN, Akaltan F, Can G. Effect of surface treatments of porcelain on the shear bond strength of applied dual-cured cement. J Prosthet Dent. 1994;72(1):85-8.

Pashley DH, Carvalho RM, Sano H, Nakajima M, Yoshiyama M, Shono Y, et al. The microtensile bond test: a review. J Adhes Dent. 1999;1:299-309.

Pereira GM, Ishikiriama A. Avaliação da resistência ao cisalhamento da união resina composta/porcelana, em função de diferentes formas de tratamento da superfície da porcelana. Rev. FOB. 1997 Jul/Dez; 5(3/4):13-9.

Phoenix RD, Shen C. Characterization of treated porcelain surfaces via dynamic contact angle analysis. Int J Prosthodont. 1995;8(2):187-94.

Saavedra GSFA. Efeito da neutralização e limpeza sônica do precipitado do ácido fluorídrico sobre a resistência de união entre uma cerâmica feldspática e um cimento resinoso [dissertação]. São José dos Campos: Faculdade de Odontologia de São José dos Campos: UNESP – Univ Estadual Paulista; 2006.

Santos FMA. Avaliação da resistência adesiva entre porcelana e cimento resinoso após diferentes tratamentos de superfície. Rev odontol Univ Cid São Paulo. 2005 Jan/Abr;17(1):47-54.

Saraçoglu A, Cura C, Çotert HS. Effect of various surface treatment methods on the bond strength of the heat-pressed ceramic samples. J Oral Rehabil. 2004;31(8):790-7.

Schreiner RF, Chappell RP, Glaros AG, Eick JD. Microtensile testing of dentin adhesives. Dent Mater. 1998;14:194-201.

Scherrer SS, De Rijk WG, Belser UC, Meyer JM. Effect of cement film thickness on the fracture resistance of a machinable glass-ceramic. *Dent Mater.* 1994;10(3):172-7.

Spohr AM, Sobrinho LC, Consani S, Sinhoreti MA, Knowles JC. The influence of surface conditions and silane agent on the bond of resin to IPS Empress 2 ceramic. *Int J Prosthodont.* 2003;16(3):277-82.

Stappert CF, Denner N, Gerds T, Strub JR. Marginal adaptation of different types of all ceramic partial coverage restorations after exposure to an artificial mouth. *Br Dent J.* 2005;199(12):779-83.

Tylka DF, Stewart GP. Comparison of acidulated phosphate fluoride gel and hydrofluoric acid etchants for porcelain-composite repair. *J Prosthet Dent.* 1994 Aug; 72(2):121-7.

Tysowsky GW. The science behind lithium disilicate: a metal-free alternative. *Dent Today* 2009 Mar;28(3):112-3.

Valandro LF, Della Bona A, Bottino MA. The effect of ceramic surface treatment on bonding to density sintered alumina ceramic. *J Prosthet Dent.* 2005 Mar;93(3):253-9.

Versluis A, Tantbirojn D, Douglas WH. Why do shear bond tests pull out dentin? *J Dent Res.* 1997 Jun ;76(6):1298-307.

Zavanelli AC, Silva CR, Costa PS, Takeshita EM. Efeito dos tratamentos superficiais para reparo em cerâmica: avaliação por meio da microscopia eletrônica de varredura. *Cienc Odontol Bras.* 2006 Jul./Set 9(3):66-72.

Gomes LS. *Evaluation of the time and concentration of hydrofluoric acid etching on the bond strength between ceramic and resin cement [dissertation]*. São José dos Campos: School of Dentistry of São José dos Campos, UNESP – Univ Estadual Paulista; 2010.

ABSTRACT

The aim of this study was to verify through microtensile test the influence of time and concentration of surface conditioning with hydrofluoric acid and its interference in the adhesion of dual resin cement to porcelain. We used 32 bodies of glass-ceramic lithium disilicate system IPS e.max Press LT with dimensions of 6mm thick, 8 mm in length and 8 mm in length, which will be molded to obtain composite resin blocks corresponding to blocks ceramics. Ceramic and resin blocks were divided into 16 groups (n = 4) and numbered according to the concentration of hydrofluoric acid (2.5%, 5%, 7.5% and 10%) and conditioning time (20 seconds, 40 seconds, 1 minute and 2 minutes). The blocks were cleaned in ultrasonic apparatus with distilled water and dried with compressed air, subjected to acid etching and air-jet washed with water, dried with compressed air and received application of silane agent Monobond-S, followed by adhesive Excite (Ivoclar Vivaden). Each ceramic block was bonded to the corresponding block of resin through the resin cement Multilink Automix. The specimens were cut to obtain nine micro samples for each set of ceramic-resin with 1 mm X 1 mm X 12 mm in length, which were submitted to microtensile test. The results were analyzed with descriptive statistics and analysis of variance with significance level of 5%, revealing that there were statistically significant ($p = 0.000001 < 0.05$). From the Tukey test can be concluded that etching with hydrofluoric acid and 2.5% for 120 seconds gave the best bond strength, however, no statistical difference between the conditioning with the same acid in the concentration of 5.0% for 20 to 40 seconds.

Keywords: Ceramics. Etching. Microtensile.