

UNIVERSIDADE DE PASSO FUNDO
Faculdade de Odontologia
Disciplina de Trabalho de Conclusão de Curso (TCC)

**EFEITO DO TEMPO DE APLICAÇÃO DE ÁCIDO
FLUORÍDRICO NA RESISTÊNCIA DE UNIÃO DE
DUAS VITROCERÂMICAS AO CIMENTO
RESINOSO**

Relatório Final

Apresentado à Faculdade de Odontologia da Universidade de Passo Fundo, como requisito da disciplina de Trabalho de Conclusão de Curso e para graduação no curso de Odontologia da Universidade de Passo Fundo.

Aluno – Laís Cristina Detoni.

Orientador – Prof. Dr. Paula Benetti.

Passo Fundo, Setembro de 2021

Sumário

1. TÍTULO.....	3
2. EQUIPE EXECUTORA	3
2.1. Aluno.....	3
2.2. Orientador.....	3
2.3. Co-orientador.....	3
4. PROBLEMA DE PESQUISA	4
5. JUSTIFICATIVA	5
6. REVISÃO DE LITERATURA.....	6
7. OBJETIVOS	15
7.1. Objetivos gerais	15
7.2. Objetivos específicos.....	15
8. MATERIAIS E MÉTODOS	16
9. RESULTADOS	19
10. DISCUSSÃO	20
11. CONCLUSÃO.....	23
12. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	24
13. AVALIAÇÃO DO DESEMPENHO DO ALUNO.....	27

RELATÓRIO FINAL

1. TÍTULO

Efeito do tempo de aplicação de ácido fluorídrico na resistência de união de duas vitrocerâmicas ao cimento resinoso.

2. EQUIPE EXECUTORA

2.1. Aluno

Nome: Laís Cristina Detoni.

Matrícula: 167377

2.2. Orientador

Nome: Prof. Dra. Paula Benetti.

Matrícula: 9119

2.3. Co-orientador

Nome: Ms. Larissa Simião da Rocha

Matrícula: 132543

2.4. Colaboradores

Nome: Alessandra Pomatti

Matrícula: 167351

3. RESUMO

O objetivo do estudo é avaliar a influência de diferentes tempos de aplicação de ácido fluorídrico a 10% sobre uma vitrocerâmica de dissilicato de lítio (LD) e uma de silicato de lítio contendo zircônia (LPD) na resistência de união ao cimento resinoso. Blocos das vitrocerâmicas foram seccionados no sentido transversal e polidos para obtenção de amostras (n = 30). Amostras de resina composta (n = 30) obtidas utilizando uma matriz de silicone. As amostras divididas aleatoriamente em 3 grupos experimentais (n = 10), de acordo com o tempo de condicionamento (20 s, 40 s e 60 s): LPS20, LPS40, LPS60, LD20, LD40 e LD60). O ácido fluorídrico foi aplicado à superfície de cimentação da amostra de cerâmica pelo tempo determinado para o grupo

e removidos com jatos de ar-água, seguido por banho sônico por 480 s. Após a secagem, o silano foi aplicado à superfície condicionada da cerâmica e de cimentação da amostra de resina, aguardando 60 s. Após, o cimento resinoso foi aplicado sobre a superfície da resina. A cerâmica foi posicionada sobre o cimento, sob carga de 750 g e fotoativado. O conjunto foi seccionado em uma cortadeira para obtenção de corpos de prova (CPs). Os CPs foram subdivididos em dois grupos: metade para teste imediato a outra metade para teste após 3 meses de armazenamento em água à 36°C. Os CPs foram unidos a um dispositivo em máquina de ensaios universal e submetidos à força de tração até a fratura. A carga máxima de fratura (em N) foi registrada e a resistência de união (MPa) calculada. Os dados de resistência adesiva foram analisados por Kruskal-Wallis e Tukey. O tempo de condicionamento ácido e o armazenamento mostraram influência na resistência de união da LD e LSP à resina composta. O tempo de condicionamento de 20 s é adequado para ambas vitrocerâmicas. Para LD, a resistência de união proporcionada por 40 s e 60 s de condicionamento foi menor do que por 20 s. Embora a LPS tenha mostrado resistência de união imediata semelhante entre grupos, o tempo de 20 e 60 s mostraram melhor resultado após o envelhecimento. O tempo de condicionamento ácido de 20 segundos é adequado para as duas vitrocerâmicas, sendo crítico para a LD.

Palavras-chave: Cerâmicas, Ácido fluorídrico.

4. PROBLEMA DE PESQUISA

Vitrocerâmicas odontológicas são frequentemente utilizadas em reabilitações estético-funcionais, com uma alta taxa de sobrevivência em 5 anos (maior do que 87.5%) (Sailer *et al.*, 2007; Christensen e Ploeger, 2010; Pjetursson *et al.*, 2015). Dentre as principais complicações observadas para as vitrocerâmicas destaca-se à perda de retenção ao cimento resinoso e/ou preparo dental. Quando há o completo destaque da peça cerâmica sem fratura, esta pode ser re-cimentada ao preparo dental. Contudo, é comum observar a diminuição da resistência da peça associada à perda de retenção, o que resulta frequentemente em fratura da peça cerâmica, que deverá ser substituída.

Vários fatores podem interferir na qualidade da interface das vitrocerâmicas com o cimento resinoso, como o tempo de condicionamento pelo ácido fluorídrico, tendo impacto, portanto, na longevidade do tratamento. Segundo o fabricante, o condicionamento ácido da cerâmica de silicato de lítio contendo zircônia deve ser feito

com ácido fluorídrico a 10% por 20 s assim como é feito na vitrocerâmica de dissilicato de lítio. Contudo, há grande diferença de composição e microestrutura entre essas duas cerâmicas, o que pode alterar sua sensibilidade ao condicionamento ácido e influenciar na qualidade de adesão ao cimento resinoso.

5. JUSTIFICATIVA

A união entre cerâmica odontológica e estrutura dental é um fator decisivo para obter uma boa resistência e longevidade das restaurações. A superfície de cimentação das cerâmicas precisa ser condicionada para promover micro irregularidades e, assim, aumentar a área adesiva e o embricamento mecânico. O silicato de lítio contendo zircônia e o dissilicato de lítio são vitrocerâmicas ácido sensíveis, portanto, é possível o condicionamento das superfícies com ácido fluorídrico (Sicoli, 2011; Tostes, 2016; Ramakrishnaiah *et al.*, 2016).

Estudos relatam que o condicionamento com ácido fluorídrico de 5-10% é adequado para o dissilicato de lítio e o silicato de lítio contendo zircônia, pois resulta na dissolução da fase vítrea ao redor dos cristais e cria pequenos poros e fissuras isoladas, gerando uma superfície irregular desejável (Zortuk *et al.*, 2010; Ramakrishnaiah *et al.*, 2016). Contudo, há divergências na literatura em relação ao tempo de condicionamento para cada uma das cerâmicas, pois elas possuem microestrutura e composição diferentes, assim, o condicionamento deve promover irregularidades, e não reduzir a resistência da cerâmica (Passia *et al.*, 2015). Portanto, é pertinente avaliar o tempo de condicionamento ideal para promover maior resistência adesiva entre o cimento e a cerâmica.

Análises microestruturais e de superfície das cerâmicas condicionadas mostram que diferentes padrões de condicionamento são produzidos de acordo com a microestrutura e a composição da cerâmica e de acordo com a concentração, tempo de aplicação e tipo de ácido (Della Bona, 2009). Com isso, faz-se necessário uma avaliação de diferentes tempos de condicionamento com ácido fluorídrico 10% na resistência à microtração entre as cerâmicas de silicato de lítio contendo zircônia e dissilicato de lítio cimentadas com cimento resinoso.

6. REVISÃO DE LITERATURA

As cerâmicas eram quebradiças e possuíam níveis relativamente baixos de resistência à tração, então usava-se copings metálicos para aumentar sua resistência à fratura. Entretanto, a base metálica possuía limitações estéticas como, por exemplo, a transmissão de luz reduzida e descoloração, ao passar dos anos devido a estas desvantagens foram desenvolvidos sistemas que não requerem metal (Kim *et al.*, 2005).

Atualmente, as totalmente cerâmicas são as principais alternativas de material restaurador para a estrutura dentária devido as suas propriedades favoráveis, como a resistência à abrasão, baixa condução térmica, biocompatibilidade, radiopacidade, integridade marginal, dureza satisfatória, estética, estabilidade de cor, longevidade e previsibilidade de resultado. Ainda mais, são consideradas um material sintético que mimetizam a aparência natural dos dentes devido a sua capacidade de reproduzir as sombras e translucidez da estrutura dentária (Tostes, 2016; Maruo *et al.*, 2017).

As cerâmicas vítreas evoluíram ao longo dos anos em suas composições e técnicas de processamento. Cerâmicas a base de leucita, dissilicato de lítio e sílicato de lítio contendo zircônia foram as primeiras cerâmicas a possuírem cristais de vidro em sua composição, sendo assim, estas são capazes de sofrer ação de ácidos, resultando em superfície retentiva e, portanto, são classificadas como sensíveis ao ácido. Já as cerâmicas à base de alumina, densamente sinterizada, ou zircônia não degradam com ácido e não geram uma superfície retentiva e, portanto, são classificadas como ácido resistentes (Sato *et al.*, 2016).

A vitrocerâmica de Dissilicato de Lítio (LD), desenvolvida no ano de 1998, possui dois componentes: a sílica que serve como um vidro para a matriz e óxido de lítio para diminuir a temperatura de processamento da matriz vítrea. Os cristais desta cerâmica são alongados e dispersos na matriz vítrea de forma entrelaçada que crescem durante o processo de aquecimento até 60% do seu volume, favorecendo as propriedades mecânicas, resistência adesiva, aumentando a durabilidade, tenacidade a fratura e resistência, pois impedem a propagação de trincas por meio de absorção de energia, aumentam a resistência à flexão em comparação a cerâmica de vidro convencional e não comprometem as propriedades óticas das cerâmicas vítreas. Sua indicação é para inlays, onlays, coroas unitárias, facetas laminadas e próteses fixas de três elementos anteriores até segundo pré-molar, pois apresentam resistência flexural de aproximadamente 400 MPa e tenacidade a fratura de 2,54 MPa (Tostes, 2016;

Prochnow et al., 2017; Malament *et al.*, 2020). Também, as melhorias recentes nas propriedades mecânicas de DL contribuem para ser um dos materiais mais comuns na fabricação de restauração indireta na prática odontológica pela sua excelente propriedade estética e mecânica, resultando em restaurações com altas taxas de sobrevivência (Siqueira *et al.*, 2019). As vitrocerâmicas LD têm a possibilidade de união micromecânica ao cimento resinoso, já que possuem matriz vítrea e são ácidos sensíveis, como também, passíveis de abrasão por jatos de óxido de alumínio ou através da união química quando sua superfície é sujeita a silanização (Moraes, 2010).

É recomendado pelo fabricante, IPS Empress (e.MAX; Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein), que o condicionamento de superfície do LD seja realizado com concentração de ácido de 4,8% durante 20 segundos, entretanto, estudos *in vitro* mencionaram que as superfícies devem ser condicionadas com uma concentração mínima de 5-7,5% durante 20 segundos (Felix, 2018). Deve-se levar em conta que, apesar do ácido fluorídrico (HF) ser sugerido para o pré-tratamento para restaurações de LD, a concentração e tempo de gravação podem enfraquecer a superfície cerâmica (Siqueira *et al.*, 2019).

Alguns estudos relatam que para LD o condicionamento com HF promove maior valor de rugosidade superficial em comparação com o jateamento com óxido de alumínio revestido por sílica com partículas de 30 μm (Sebastião *et al.*, 2016). Dessa forma, é recomendado o condicionamento com HF para criar uma superfície rugosa através da remoção seletiva da matriz de vidro e a segunda fase de cristal na área de ligação do material cerâmico, promovendo aumento da rugosidade da cerâmica e aumento da energia superficial, assim aprimorando as ligações entre cerâmica e cimento resinoso (Sebastião *et al.*, 2016; Siqueira *et al.*, 2019).

Ainda, quando o método de condicionamento ácido for aplicado, é necessário o uso do agente de acoplamento chamado silano, que desempenha um papel importante na adesão a superfícies da cerâmica devido à bifuncionalidade e capacidade de ligação, tornando as superfícies cerâmicas mais hidrofóbicas, otimizando a molhabilidade do cimento resinoso na superfície e promovendo ligação mais forte entre cimento e LD através de ligações silaxono (Siqueira *et al.*, 2019).

Estudos que avaliaram a longevidade da cerâmica de LD relatam taxa de longevidade de até 100% em 2 anos para coroas monolíticas e mais de 94% para restaurações parciais em 3 anos. Ainda, as falhas que ocorriam no material cerâmico

eram fraturas, perda de retenção, hipersensibilidade e cárie na interface adesiva (Veríssimo *et al.*, 2018).

O silicato de lítio reforçada por zircônia (LPS) pertence a nova geração das vitrocerâmicas e possui duas fases cristalinas, metassilicato de lítio e ortofosfato de lítio (Li₃PO₄), imersos em uma matriz vítrea, possuindo propriedades mecânicas boas devido a matriz vítrea ter adição de 10% em peso de zircônia caracterizando alto potencial estético, pois tem componentes cristalinos pequenos (0,5 µm) que permitem refração de luz e, conseqüentemente, níveis elevados de translucidez, como também, propriedades mecânicas com resistência à flexão de 440Mpa. Porém, esta cerâmica não é considerada reforçada por zircônia devido as partículas cristalinas estarem dissolvidas na fase vítrea. Sua indicação é para inlays, onlays, coroas anteriores, posteriores e próteses sobre implante. De acordo com o fabricante, VITA Zahnfabrik, a cerâmica LPS possui resistência à flexão superior ao LD quando expostos a carga dinâmica, margens mais estáveis e propriedades estéticas melhoradas, ainda é recomendado a concentração de ácido fluorídrico de 5% por 20 segundos (Carvalho *et al.*, 2016; Monteiro *et al.*, 2018).

Estudos recentes, *in vitro*, descrevem que a resistência à flexão de LPS é similar ou menor do que a LD e possui um excelente desempenho clínico em restaurações parciais no período de 1-3 anos e coroas totais no período de 12 anos. Ainda, é relatado que a fratura é uma das principais causas de falha para as duas vitrocerâmicas (Lima *et al.*, 2021).

Alguns fatores relacionados ao preparo do elemento dentário e do tratamento prévio das superfícies das cerâmicas influenciam na retenção e na longevidade de uma restauração indireta, logo, o sucesso dessas restaurações é diretamente dependente da união entre cimento resinoso, substrato dental e restauração. Ainda mais, o adequado tratamento da superfície e a composição química da cerâmica são fatores determinantes para a resistência à tração e a força de ligação entre o cimento resinoso e a cerâmica (Mazioli *et al.*, 2017).

A união entre cerâmica odontológica e estrutura dental é um fator decisivo para obter uma boa resistência e longevidade e dependendo da cerâmica utilizada a técnica pode ser adesiva ou convencional. As cerâmicas LPS e LD são ácido sensíveis e a adesão pode ser obtida pelo condicionamento ácido, passo imprescindível para melhor desempenho de restaurações cerâmicas, pois altera a topografia da superfície e cria

microporosidades em escala nanométrica de profundidade e largura variáveis (Sicoli, 2011; Tostes, 2016; Ramakrishnaiah *et al.*, 2016).

Após o pré-tratamento, graus variados de microporosidade ou irregularidade são formados sobre uma superfície cerâmica de acordo com sua microestrutura e composição. A topografia de superfícies cerâmicas pré-tratadas influencia significativamente a formação e manutenção de ligações mecânicas e químicas. Portanto, para garantir uma boa cimentação, os fabricantes de sistemas cerâmicos frequentemente especificam o cimento a ser utilizado e o pré-tratamento de superfície recomendado para cada substrato cerâmico (Maruo *et al.*, 2017).

O condicionamento com ácido fluorídrico, padrão ouro, promove modificação topográfica na superfície da cerâmica, pois estabiliza os defeitos da superfície e reage com a matriz vítrea, removendo-a, aumentando a superfície de contato e formando canais micro retentivos. Assim, melhorando a interação com o material de fixação, fazendo com que os agentes resinosos tenham a mesma efetividade na superfície cerâmica, por meio da difusão e polimerização do monômero no interior de áreas desmineralizadas (Tostes, 2016; Sicoli, 2011; Prochnow *et al.*, 2017; Ramakrishnaiah *et al.*, 2016).

Tostes (2016), em seus estudos indicava que o aumento do tempo de condicionamento com ácido fluorídrico aumenta a rugosidade superficial e, conseqüentemente, a adesão com o cimento resinoso, pois melhora a retenção mecânica. Porém, o tempo de aplicação e a concentração do ácido devem ser levados em conta, pois o aumento de um pode levar a dissolução parcial dos cristais da matriz vítrea e gerar efeitos deletérios como, por exemplo, afetar a resistência flexural e a rugosidade superficial negativamente. Ainda mais, fraturas em cerâmica podem ser iniciadas por uma formação de microfissuras na fase cristalina, que provavelmente são causadas pelo processo de pré-tratamento (Maruo *et al.*, 2017).

Também, para Verissimo *et al.* (2019), enquanto HF aumenta a força de união do cimento com a cerâmica, o condicionamento com ácido fluorídrico também pode diminuir a resistência mecânica do material, dependendo da concentração do ácido. Esses fatores podem alterar a resistência da união entre cimento resinoso e cerâmica vítrea como, por exemplo, a exposição do LD ao HF por mais de 20 segundos pode levar ao enfraquecimento de sua estrutura.

Estudos relatam que o condicionamento ácido em LD torna a superfície mais porosa e irregular devido a dissolução seletiva da fase vítrea e exposição da fase

crystalina após ataque com ácido fluorídrico. Assim, criando numerosas microporosidades, deixando os canais maiores e mais profundos e, conseqüentemente, aumentando a força de união entre a cerâmica e o cimento resinoso. A concentração do ácido fluorídrico é pré-determinada pelo fabricante, enquanto a duração do condicionamento está no controle do operador e pode variar resultando em um aumento na superfície rugosidade (Ramakrishnaiah *et al.*, 2016; Prochnow *et al.*, 2017). O tempo de condicionamento com HF para LD em 20 segundos resultou na dissolução da fase vítrea predominantemente ao redor dos cristais, criando pequenos poros e fissuras isoladas (superfície porosa desejável). Para 40 e 80 segundos resultou em mais perda da fase vítrea ao redor dos cristais, expondo a estrutura cristalina, já para condicionamento prolongado por 160 segundos dissolveu a matriz ao redor dos cristais, deixando saliente a matriz de vidro orientada aleatoriamente em forma de placa, dessa forma, sugere-se que a matriz se dissolva em uma taxa mais rápida do que os cristais. Poros mais profundos, mais largos e rasos são formados quando a superfície for exposta por ciclos de ataque mais longos, porém isso não aumenta a força de adesão e reduz a resistência ao cisalhamento, devido a poros serem menores e mais largos (Ramakrishnaiah *et al.*, 2016).

Em contra partida, apesar de ser recomendado condicionamento de 20 segundos com 10% de HF para LD, observou-se que um protocolo de condicionamento agressivo (maior tempo e maior concentração) produz maior resistência de união ao cimento. O aumento no tempo de exposição, de 90 a 120 segundos, e na concentração do ácido podem diminuir a resistência à flexão da cerâmica, ampliando a ocorrência de falhas coesivas na cerâmica, enfraquecendo sua estrutura (Veríssimo *et al.*, 2019).

Já para LPS, o condicionamento com ácido fluorídrico de 5-10% por 20 segundos é suficiente para remover a matriz de vidro, mas em aplicação por 120 segundos a remoção é mais extensa, pois remove de forma seletiva a matriz vítrea expondo os cristais da estrutura de sílica, gerando uma superfície mais irregular e rugosa (Zorttuk, *et al.*, 2010). O ácido fluorídrico atua em áreas localizadas, promovendo dissolução de apenas a matriz de vidro e, à medida que o tempo de condicionamento aumenta, a região de interação aumenta também. Em tempos de condicionamento mais curtos, os defeitos introduzidos parecem estar em uma dimensão e formato que dificulta o preenchimento das irregularidades do cimento, tornando a ligação vulnerável a falhas, já quando a duração da gravação é maior, a superfície torna-se mais homogênea, devido à extensa perda da matriz vítrea e retirada dos grãos de

silicato de lítio / zircônia, facilitando a penetração do cimento resinoso que leva à ligação otimizada aumentando a durabilidade (maior resistência à fadiga por 60 e 90 segundos) (Monteiro *et al.*, 2018).

A rugosidade da superfície desempenha um papel importante na resistência da cerâmica, geralmente há correlações negativas em relação a resistência à flexão, porém dados sobre LPS mostram que superfícies criadas pelo ataque de HF para 60 segundos foi mais regular e, ainda, mostraram que a resistência à fadiga foi maior por 90 segundos de condicionamento com HF do que para 30 e 60 segundos (Barchetta *et al.*, 2019).

Dessa forma, em LPS a concentração com ácido fluorídrico requer 60-90 segundos e no LD deve ser reduzido para 20 segundos para evitar sobrecarga e enfraquecimento da ligação interface e promover retenções micromecânicas (Passia *et al.*, 2015; Monteiro *et al.*, 2018).

Dessa forma, o tratamento superficial antes da cimentação visa modificar a superfície para criar retenções micromecânicas, aumentar a rugosidade e promover adesão química entre cerâmica e cimento. O condicionamento com HF associado ao silano tem sido indicado para cerâmicas de LD e LPS, entretanto, devido ao risco de excessiva degradação da matriz da vitrocerâmica e o potencial tóxico do HF outros tratamentos superficiais têm sido sugeridos e estudados (Lima *et al.*, 2021).

No estudo de Martins (2019), as amostras de LD e LPS foram submetidas aos diferentes condicionamentos superficiais, sendo eles ácido fluorídrico 10% (HF) por 20 segundos e aplicação de primer, monobond etch and prime (MO), jateamento com óxido de alumínio revestido por sílica (OA) e após cimentados com cimento resinoso Relyx U200. Após 10.000 ciclos, as amostras foram submetidas ao teste de microcisalhamento e foi observado as médias para LD quando submetido ao condicionamento de superfície com HF de 26,45, MO de 10,52 e OA de 6,3 e as médias para SL nos respectivos condicionamentos de superfície com HF de 3,54, MO de 19,41 e OA de 9,6. Também, foi visualizada o tipo de falha sendo para DL para o grupo HF, MO e OA de 100% adesiva, já para SL para o grupo HF 12,5% adesiva/ 87,5 % mista, MO 10% adesiva/ 30% mista e AO 100% adesiva.

Para Rontani *et al.* (2017), ao avaliar o efeito de diferentes concentrações de HF associadas a vários tempos de condicionamento na resistência de união ao microcisalhamento e morfologia de superfície de LD diluído com um cimento resinoso. Pode-se observar que as amostras condicionadas por 40 a 120 segundos por

concentrações de 1 e 2,5% foram significativamente maiores do que para 20 segundos e nenhuma diferença estatística foi encontrada entre as concentrações de 5%, 7,5% e 10% de HF. O modo de falha das amostras foi falha adesiva para 1% e 2,5% independente do tempo de corrosão, já para as concentrações de 5%, 7,5% e 10% teve uma ligeira predominância de falha mista independente do tempo de condicionamento. As concentrações de HF e os tempos de condicionamento influenciaram diretamente a morfologia de condicionamento de LD. Para concentrações de HF de 7,5% e 10%, diferentes tempos de condicionamento parecem não ter afetado a morfologia do condicionamento de EMAX na mesma extensão que as concentrações de HF / tempos de condicionamento mais baixos.

Maruo *et al.* (2017) sugeriu o condicionamento com ácido fosfórico como um método de pré-tratamento superficial para substratos dentários e materiais restauradores. Este ácido é capaz de produzir superfícies limpas, de alta energia e micro porosidades fornecendo retenção micromecânica, porém mais fraca comparado ao ácido fluorídrico e ácido fluoreto de fosfato.

O jateamento com Al_2O_3 ou método tribo químico resulta em retenções micromecânicas na superfície da cerâmica por meio de uma superfície áspera coberta com partículas pequenas de sílica, devido à alta velocidade de impacto superficial das partículas de alumina que fazem a fusão das partículas de sílica e cerâmica (Soares, 2009). As partículas de sílica tornam a superfície cerâmica quimicamente reativa ao cimento resinoso quando é usado o agente silano e, conseqüentemente, aumenta a resistência de união a cerâmica (Sato, *et al.* 2016). Este é o tratamento superficial, realizado principalmente pelos laboratórios antes da entrega da peça cerâmica, que consiste em aplicar partículas (50 μm) de óxido de alumínio recobertas por sílica. Ainda, a pressão do jato resulta em porosidades superficiais que estavam cobertas por uma camada densa de partículas após o processo de fabricação. Dessa forma, este tratamento proporciona uma superfície micro retentiva e elimina contaminantes superficiais que poderiam impedir a união química ao cimento (Garboza *et al.*, 2016).

O jateamento com partículas de AL_2O_3 além de produzir rugosidade superficial que promove a retenção mecânica ao cimento resinoso é um método utilizado em laboratório para limpar a superfície interna da cerâmica. A silicatização (jato de areia de partículas de AL_2O_3 revestidas por sílica) deposita sílica na superfície da cerâmica, tornando-a quimicamente reativa para a adesão do cimento resinoso através do silano.

Porém, a adesão por este método tem mostrado resultados controversos na literatura (Lima *et al.*, 2021).

Também, alguns estudos demonstraram que após aplicar o jateamento com Al₂O₃, alguns precipitados são depositados na superfície cerâmica, enfraquecendo a união do cimento resinoso com a cerâmica, conseqüentemente, acarretando falhas clínicas. Ainda, há uma perda volumétrica da cerâmica, danificando a superfície e dificultando a adaptação interna da restauração, pois o jato é capaz de remover 1mm² do material cerâmico. Portanto, jatos de óxido de alumínio com partículas de 100 micrometros devem ser evitados e, se possível, a pressão do ar e direção do jateamento devem ser regularizados para que evite microfissuras na superfície cerâmica. Visando a eliminação as partículas de sílica desprendidas e contaminantes superficiais, o procedimento posterior ao tratamento de superfície adequado é a limpeza com ultrassom (Moraes, 2010; Maruo *et al.*, 2017).

Dessa forma, Lima *et al.* (2021) relata em seus estudos que jatos de óxido de alumínio possuem efeitos negativos na resistência à flexão para DL e apesar de ser uma opção para cerâmicas a base de zircônia, ou seja, LPS. Este tratamento promove alterações mais agressivas nas superfícies das cerâmicas, portanto não são recomendadas por reduzirem a resistência à flexão, gerarem microfissuras superficiais e fraturas prematuras.

Alguns estudos também sugerem o uso de lasers para o condicionamento das cerâmicas, com o intuito de aumentar a resistência de união entre estas e os cimentos. O laser, por ser fototérmico, promove alterações morfológicas (fusão e posteriormente solidificação) na estrutura da cerâmica baseado na conversão de energia luminosa em calor (Silva, 2011).

Alguns estudos demostram que o laser neodímio dopado granada ítrio-alumínio (Nd: YAG) com configurações de energias adequadas podem ser usados como método alternativo para realizar o condicionamento superficial da porcelana, pois estes feixes do laser são absorvidos pelos tecidos duros, modificando as características superficiais. O laser Nd:YAG cria rugosidade na superfície por fusão e recristalização aleatória, melhorando a resistência da ligação cerâmica e cimento. Ainda, se relata que o laser de CO₂ também é uma escolha adequada para modificar superfícies de porcelana, pois seus feixes são absorvidos pela porcelana e geram fissuras conoides devido ao aquecimento superficial (Alavi *et al.*, 2021).

Kara *et al.* (2012) e Kursoglu (2013) avaliaram a influência de diferentes tratamentos de superfície sendo eles a abrasão, condicionamento e irradiação do laser. E pode-se observar que a abrasão aumentou a rugosidade superficial de forma mais eficaz do que o condicionamento ácido e irradiação a laser, porém o condicionamento ácido é mais eficaz na resistência adesiva, pois favorece a infiltração e retenção do material adesivo (Soares, 2009; Tostes, 2016).

Dessa forma, diversos ensaios mecânicos foram propostos ao longo do tempo para verificar a resistência e a qualidade de união. Inicialmente, os ensaios mais utilizados eram os de tração e cisalhamento convencionais. Van Noorte *et al.* (1991) falava que havia uma má distribuição de tensões nos corpos de prova, principalmente na interface adesiva fazendo com que ocorram falhas em defeitos já existentes (Raposo, 2010).

Os testes de cisalhamento e microtração têm por objetivo analisar as tensões que são aplicadas a um corpo de prova, levando-o à ruptura e avaliar a eficácia dos protocolos utilizados para tratamento de superfície de cerâmicas comparando-os, já que estes dados são dificilmente obtidos através de estudos clínicos (Felix, 2018).

Outros ensaios também podem ser utilizados, como microtração e microcisalhamento que têm uma pequena área adesiva, resultando em poucos defeitos internos na zona adesiva e poucas falhas superficiais (Veríssimo *et al.*, 2018).

Após o ensaio de microtração ser introduzido, diversos laboratórios de pesquisa passaram a utilizá-lo como o principal teste para verificar a resistência ou mensurar a resistência máxima à tração. Um importante parâmetro do ensaio de microtração é o alinhamento dos corpos de prova para que a força de tração uniaxial seja distribuída uniformemente, para minimizar a influência do desalinhamento utiliza-se um dispositivo metálico com canaleta de 90° em seu centro (dispositivo de Giraldeli). Outro parâmetro que deve ser levado em conta durante os ensaios é o modo de fixação do corpo de prova no dispositivo de teste, dessa forma, Armstrong *et al.* (2003) sugeria a fixação ativa por adesivos a base de cianoacrilato ou por canaletas auto alinhantes, possibilitando uma fixação passiva. Já Paitevin *et al.* (2007) indicava o dispositivo “top-bottom” que realiza a fixação nas extremidades do corpo de prova de maneira passiva na região superior e ativa na porção inferior, proporcionando alinhamento na força aplicada (Raposo, 2010).

No teste de cisalhamento as amostras, após serem cimentadas, são imersas em água destilada e é realizado o teste que consiste em aplicar 490 N transmitido por uma

aresta de corte plana, romba e de 1 mm de largura com velocidade de 0,5 mm/min em um ângulo de 90 graus. No teste, ocorre estresse na área de cimentação fazendo com que a amostra falhe. E, por meio de um microscópio óptico, detecta-se se foi uma falha adesiva (entre o cimento resinoso e a cerâmica), coesão (falha no cimento resinoso) ou falha no modo misto (adesivo-coeso) (Maruo *et al.*, 2017).

Veríssimo *et al.* (2018) relata que a tensão de cisalhamento é o estresse gerado na camada de cimento e, também, que em concentrações mais altas de ácido proporcionava ligação mais fortes entre o LD e o cimento resinoso.

Raposo (2010), mostrava que os modelos de ensaio de tração apresentam concentração de tensões na borda da interface, podendo alterá-la para um ponto da estrutura que possua defeito interno. Já os modelos de ensaio de cisalhamento possuem a concentração de tensões próximas ao ponto de aplicação da carga, gerando flexão. Em outro estudo, Della Bona e Van Noort (1995) avaliaram a empregabilidade dos ensaios convencionais de resistência à tração e cisalhamento por meio de ensaios laboratoriais e detectaram que o primeiro, apesar de não apresentar distribuição uniforme, as falhas ocorrem na interface adesiva, dessa forma, sendo o mais adequado para avaliar a resistência de união (Moraes, 2010).

A maioria das falhas nas coroas de vitrocerâmica se iniciam a partir de falhas e tensões existentes na superfície de cimentação, indicando que esta superfície é a localização da maior tensão de tração em que ocorrem as maiores falhas, sendo rachaduras radiais originárias de defeitos de superfície, atribuídos a defeitos gerados com ataque ácido (Monteiro *et al.*, 2018).

7. OBJETIVOS

7.1. Objetivos gerais

Avaliar a influência dos tempos de condicionamento com ácido fluorídrico a 10% na resistência de união da vitrocerâmica de dissilicato de lítio e silicato de lítio contendo zircônia a um cimento resinoso.

7.2. Objetivos específicos

Avaliar a resistência de união à microtração de duas vitrocerâmicas condicionadas com ácido fluorídrico 10% por 20, 40 e 60 segundos ao cimento

resinoso, testando a H1 de que o tempo de condicionamento não influencia na resistência de união.

Avaliar a resistência à microtração de suas vitrocerâmicas condicionadas com ácido fluorídrico 10% por 20, 40 e 60 segundos ao cimento resinoso após o armazenamento por 3 meses, testando a H2 de que o envelhecimento não influencia na resistência de união.

8. MATERIAIS E MÉTODOS

8.1. Materiais

Os materiais utilizados no estudo estão descritos na Tabela 1.

Tabela 1. Nome comercial, fabricante, classificação e composição dos materiais utilizados.

Nome comercial	Fabricante	Classificação	Composição
IPS e.Max CAD	Ivoclar Vivadent	Vitrocerâmica de dissilicato de lítio	SiO ₂ (57- 80%), Li ₂ O (11%-19%), K ₂ O (0-13%), P ₂ O ₅ (0%-11%), ZrO ₂ (0%-8%), ZnO (0%-8%)
Suprinity	VITA Zahnfabrik	Vitrocerâmica de silicato de lítio	SiO ₂ (56-64%), Li ₂ O(12-21%), ZrO ₂ (8-12%), K ₂ O ₂ (1-4%), P ₂ O ₅ (3-8%), Al ₂ O ₃ (1-4%),CeO ₂ (0-4%)
Condac Porcelana	FGM	Ácido fluorídrico	Solução aquosa de fluoreto de hidrogênio 10%
Silano	Angelus	Silano	Agente de união Química
Allcem Veneer APS	FGM	Cimento resinoso	Agente de cimentação definitiva.
Ambar	FGM	Adesivo	Adesivo fotopolimerizável
Opallis	FGM	Resina composta	Resina nanohíbrida

8.2. Confeção das amostras

8.2.1. Vitrocerâmicas

Blocos das vitrocerâmicas para usinagem em *computer-aided design and computer-aided manufacturing* (CAD/CAM) foram fixados em uma cortadeira metalográfica (Miniton Struers, Cleveland, United States), 250 rpm, pelo suporte e foram cortados transversalmente com um disco diamantado, sob refrigeração com água, para a confecção de 60 amostras (30 de dissilicato de lítio e 30 de silicato de lítio), nas seguintes dimensões: 12 mm de largura x 14 mm de comprimento x 3 mm de altura. As amostras foram regularizadas e polidas com lixa d'água de granulação 400, 600 e 800 e cristalizadas em forno para cerâmica (Programat P310, Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein).

8.2.2. Resina Composta

Foi realizado um molde com silicone de adição (Express XT, 3M, Minnesota, Estados Unidos) de uma amostra de vitrocerâmica para cópia das medidas padronizadas das vitrocerâmicas (12 mm x 14 mm x 3 mm), com o objetivo de seguir as medidas durante a confecção dos blocos de resina composta (Opallis, FGM, Joinville, Brasil) (N = 60). Com o modelo em negativo finalizado, foram adicionados incrementos de 1 mm de espessura e fotoativados por 60 segundos no centro da amostra à cada adição, até completar os 3 mm de espessura. A regularização da superfície foi realizada com lixa d'água de granulação 400, 600 e 800.

8.3. Condicionamento ácido

A superfície de cimentação das amostras em resina composta foi condicionada com ácido fluorídrico 10% (Condac porcelana, FGM, Joinville, Brasil) por 60 segundos seguida de jatos de ar-água e banho sônico com álcool 99% por 480 segundos.

As amostras de vitrocerâmica foram condicionadas com ácido fluorídrico (Condac porcelana, FGM, Joinville, Brasil) 10% por 20, 40 e 60 segundos, de acordo com o grupo experimental. O ácido foi removido da superfície de cimentação com jatos de ar-água e as amostras foram lavadas em banho sonico (Cuba de Ultrassom, Cristófoli, Paraná, Brasil) com álcool 99% por 480 segundos.

As amostras cerâmicas foram divididas conforme a Figura 1.

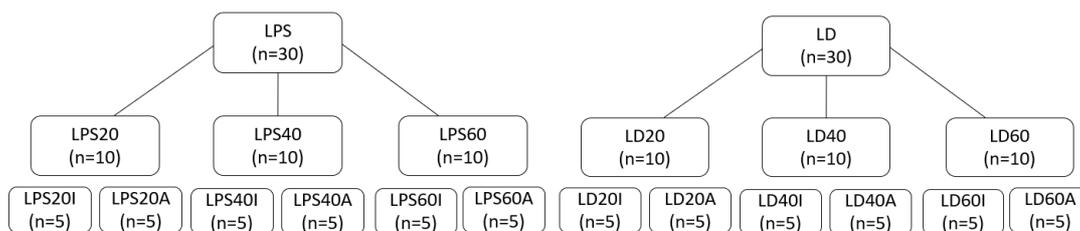


Figura 1. Distribuição dos grupos experimentais. Letra I refere-se ao grupo imediato (I - teste logo após o corte) e letra A ao grupo armazenado (A - armazenado por 3 meses antes do teste).

8.4. Aplicação de silano e adesivo

A superfície de cimentação das amostras de cerâmica e de resina receberam uma camada de silano (Angelus, Adotec, Londrina, Brasil) por 1 minuto, para a volatilização do solvente. E, posteriormente, adesivo (Ambar, FGM, Joinville, Brasil) foi aplicado na superfície e fotoativado por 60 segundos.

8.5. Protocolo de cimentação

O cimento resinoso (Allcem Veneer APS, FGM, Joinville, Brasil) foi manipulado e aplicado na superfície da resina. A amostra de cerâmica foi assentada sobre o cimento e um peso de 750 g foi posicionado sobre o conjunto, para simular a pressão digital. O excesso do cimento foi removido com microbrush e foi realizado uma fotoativação por 30 segundos em cada lateral, e por fim 60 segundos no centro da amostra, após a remoção do peso.

As amostras foram seccionadas em cortadeira metalográfica (Biopdi, São Paulo, Brasil), sob refrigeração com água, obtendo-se palitos de 1mm² de secção transversal (interface de cimentação) e 6 mm de comprimento (3 mm cerâmica e 3mm de resina).

8.6. Envelhecimento

As amostras dos grupos LPS20A, LPS40A, LPS60A, LD20A, LD40A e LD60A foram armazenadas em estufa (Estufa de esterelização e secagem, Biothec, São Paulo, Brasil) por 36°C, por 3 meses em água destilada. Após o armazenamento as amostras foram submetidas ao teste de microtração.

8.7. Teste de microtração

Os corpos de prova foram unidos ao dispositivo de microtração pelas suas extremidades utilizando adesivo à base de cianocrilato em gel. O dispositivo foi posicionado na máquina de ensaios universais (EMIC DL2000, Instron, University Ave, EUA) e uma força de tração foi aplicada a 0.5mm/min, até a fratura. A carga máxima de fratura (F, em Newtons) foi registrada e a resistência de união (σ em MPa) foi calculada de acordo com a equação 1:

$$\sigma = F/A$$

equação 1

Sendo A a área da secção transversal (em mm) medida para cada corpo de prova utilizando paquímetro digital.

8.8. Análise estatística

Os dados foram analisados pelo teste de Kruskal-Wallis e pós-teste de Tukey, com nível de significância de 5%.

9. RESULTADOS

Os resultados estão apresentados nas Figuras 2 e 3.

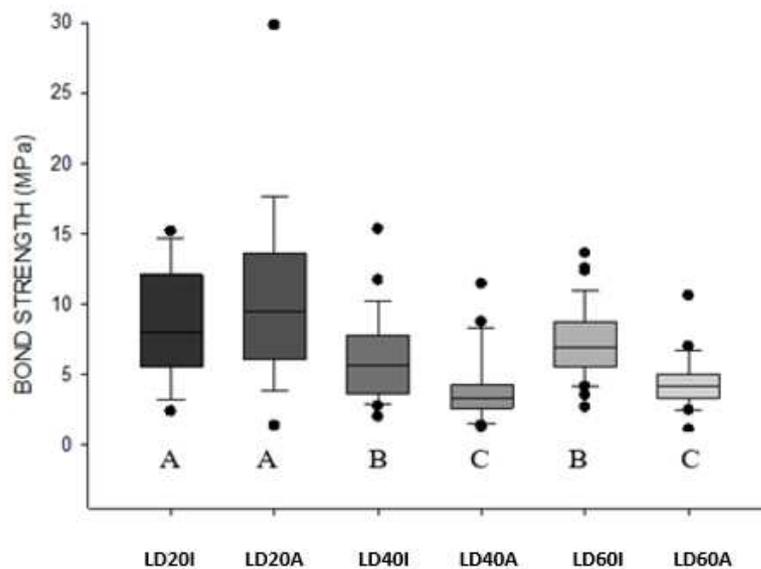


Figura 2. Boxplot dos grupos experimentais da vitrocerâmica de dissilicato de lítio. Letras iguais significam semelhança estatística ($p < 0,05$).

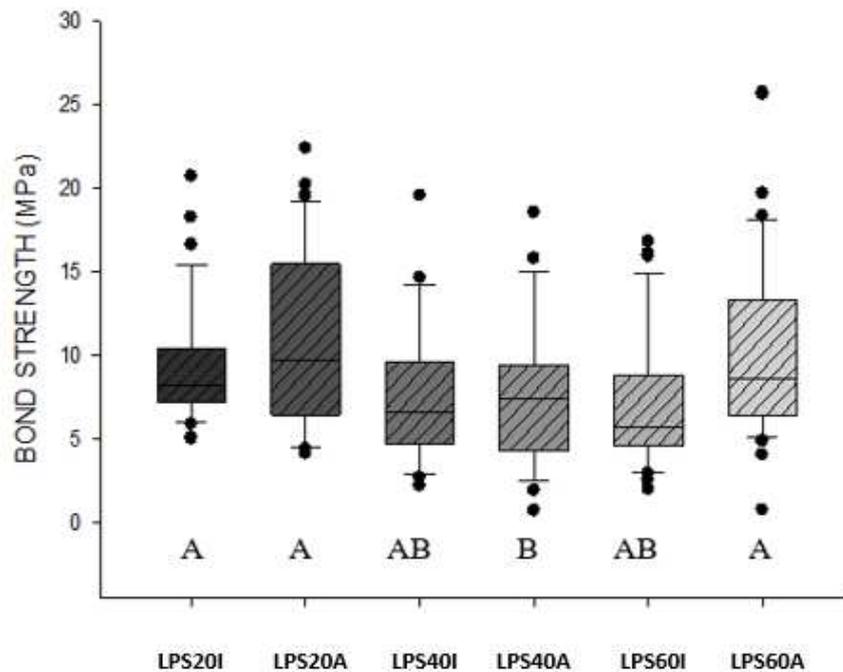


Figura 3. Boxplot dos grupos experimentais da vitrocerâmica de silicato de lítio. Letras iguais significam semelhança estatística ($p < 0,05$).

Podemos observar que, o tempo de condicionamento ácido e o armazenamento mostraram influência na resistência de união da LD ao cimento resinoso, com interação entre os fatores. Para a LD, o tempo de condicionamento ácido de 20 s proporcionou maior resistência de união imediata e após o envelhecimento do que maiores tempos. Após o envelhecimento, a resistência de união foi mantida no grupo condicionado por 20 s e diminuiu nos grupos condicionados por 40 s e 60 s.

Para a LSP, o tempo de condicionamento não influenciou a resistência de união imediata, mostrando valores semelhantes entre os grupos. Após o envelhecimento, a resistência de união permaneceu semelhante para os grupos condicionados por 20 s e 60 s, contudo, o grupo condicionado por 40 s apresentou resistência de união menor do que os demais grupos.

10. DISCUSSÃO

O presente estudo avaliou a influência de tempos de condicionamento com ácido fluorídrico (HF) a 10% na resistência de união da vitrocerâmica de dissilicato de lítio e silicato de lítio reforçada por zircônia com um cimento resinoso. A hipótese 1 foi rejeitada para todos os grupos com exceção dos grupos silicato de lítio (LSP) testados imediatamente, que não mostraram influência do tempo de condicionamento na resistência adesiva imediata.

A vitrocerâmica de dissilicato de lítio (LD) possui em sua composição sílica, óxido de lítio e cristais alongados e dispersos na matriz vítrea de forma entrelaçada, (Tostes, 2016; Prochnow et al., 2017; Malament *et al.*, 2020) e LSP possui duas fases cristalinas, metassilicato de lítio e ortofosfato de lítio imersos na matriz vítrea (Carvalho *et al.*, 2016; Monteiro *et al.*, 2018; Lima *et al.*, 2021). Dessa forma, independente das composições de LD e LPS o condicionamento com ácido fluorídrico deve promover modificações topográficas na superfície, removendo a matriz vítrea, aumentando a superfície de contato e formando micro canais retentivos que melhoram a interação com o material de fixação, ou seja, ao cimento resinoso (Tostes, 2016; Sicoli, 2011; Ramakrishnaiah *et al.*, 2016; Prochnow et al., 2017).

O fabricante IPS Empress, recomenda o condicionamento ácido 4,8% durante 20 segundos, porém Felix (2018) demonstra que em estudos *in vitro* a concentração de ácido fluorídrico deve ser no mínimo de 5 - 7,5% durante 20 segundos para a vitrocerâmica de LD. Para a vitrocerâmica de LSP recomenda-se a concentração de ácido fluorídrico de 5% por 20 segundos (Carvalho *et al.*, 2016; Monteiro *et al.*, 2018; Lima *et al.*, 2021).

Tostes (2016) e Maruo *et al.* (2017), indicam que o aumento do tempo de condicionamento com ácido fluorídrico aumenta a rugosidade superficial e, conseqüentemente, a adesão com o cimento resinoso, pois melhora a retenção mecânica. Porém, o tempo de aplicação e a concentração do ácido deviam ser levados em conta, pois o aumento de um pode levar a dissolução parcial dos cristais da matriz vítrea e gerar efeitos deletérios como, por exemplo, afetar a resistência flexural e a rugosidade superficial negativamente.

Ramakrishnaiah *et al.* (2016), descreve que para LD o condicionamento de superfície com ácido fluorídrico por 20 segundos resulta na maior dissolução da fase vítrea criando poros e fissuras isoladas e para 40 e 60 segundos resultou na maior perda da fase vítrea expondo os cristais e para 160 segundos dissolveu a matriz cristalina deixando a matriz de vidro saliente e orientanda aleatoriamente em forma de placa.

Dessa forma, a matriz vítrea se dissolve mais rápido em tempos prolongados deixando poros mais largos e rasos e, conseqüentemente, reduz a resistência ao cisalhamento.

Zortuk *et al.* (2010), demonstra que para LSP o condicionamento com ácido fluorídrico de 5 - 10% por 20 segundos é suficiente para remover a matriz de vidro, mas em aplicação por 120 segundos a remoção é mais extensa em que, remove de forma seletiva a matriz vítrea gerando uma superfície mais irregular e rugosa.

Também, Monteiro *et al.* (2018) relata que o ácido fluorídrico atua em áreas localizadas dissolvendo a matriz de vidro à medida que o tempo de condicionamento ácido aumenta, a região de interface entre cimento e cerâmica acaba aumentando. Nos tempos de condicionamento curtos para LSP estão em dimensão e formato que dificultam o preenchimento das irregularidades pelo cimento, já para tempos de condicionamento mais longos, as irregularidades superficiais são homogêneas, na qual, facilita a penetração do cimento resinoso. E para Barchetta *et al.* (2019) ataques ácidos de ácido fluorídrico por 60 segundos formam superfícies mais regulares e mostram resistência a fadiga maior em 90 segundos de condicionamento com HF do que 30 e 60 segundos.

Portanto, como já citava Passia *et al.* (2015) e Monteiro *et al.* (2018) LPS requer concentração de ácido fluorídrico de 5-10% . Para LPS o condicionamento de superfície pode ser sobre estendido para os tempos de por 60 - 90 segundos, contrapondo ao recomendado pelo fabricante, e LD deve ser reduzido para 20 segundos, conforme o fabricante, para evitar enfraquecimento da ligação da interface cerâmica e cimento e promover uma retenção micromecânica adequada.

Os tempos de condicionamento mais elevados aumentaram a capacidade de condicionamento de HF a LD especialmente para concentrações de 1% e 2,5% de HF, isso foi evidenciado nas imagens de MEV nas quais os tempos de condicionamento de 40, 60, 120 segundos promoveram um aumento gradual na dissolução da fase vítrea / resistência de união em comparação com 20 segundos. Provavelmente, como HF permanece em contato por períodos mais longos com a superfície de LD haverá mais tempo disponível para o HF ionizado reagir com a sílica (matriz vítrea), removendo assim mais fase vítrea e, conseqüentemente, criando mais irregularidades superficiais para o emaranhamento mecânico com o cimento resinoso pela maior exposição de cristais de dissilicato de lítio (Rontani *et al.*, 2017).

Sato *et al.* (2016) relata que no tratamento de superfície com aumento do tempo de condicionamento sugerido pelo fabricante, estudos não encontraram nenhum efeito

deletério do ácido fluorídrico na resistência da vitrocerâmica de LPS, pois o aumento do tempo de corrosão pode aumentar a resistência dos materiais. Ainda, para esta cerâmica o ataque ácido fluorídrico introduz mudanças de superfície mais uniformes e melhor distribuídas quando a superfície é exposta ao ataque de HF, ocorrendo remoção seletiva de sua matriz vítrea, expondo a estrutura cristalina e resultando em uma topografia com uma área de contato total maior do que a de uma superfície lisa.

Além disso, o tempo de armazenagem (envelhecimento) teve influência nos grupos LD condicionados por 40 s e 60 s e na LPS condicionada por 40 s, rejeitando parcialmente a hipótese 2. A queda na resistência a união após o armazenamento por 3 meses pode ser devido ao envelhecimento da interface adesiva pela hidrólise da matriz orgânica e lixiviação de componentes do cimento resinoso, o que pode ter interferido na sua retenção às vitrocerâmicas. A ação do ácido sobre as cerâmicas pode produzir diferentes padrões topográficos, aumentando sua rugosidade ou homogeneizando a superfície, o que pode aumentar ou diminuir a resistência adesiva ao cimento resinoso.

A análise de falhas é importante em estudos de resistência adesiva e será foco das próximas atividades do grupo de pesquisa. As falhas iniciam a partir de defeitos e tensões pré-existentes na região próxima à interface de cimentação e, em geral, no local de menor resistência mecânica, seja ela interface entre os materiais (falha adesiva) ou dentro do corpo de um ou outro material (falha coesiva). O modo de falha e seu local de origem indicam a região de maior acúmulo de danos ou de menor resistência, o que complementarmente a análise de resistência adesiva.

11. CONCLUSÃO

O tempo de condicionamento ácido e o armazenamento mostraram influência na resistência de união da LD e LSP à resina composta. O tempo de condicionamento de 20 s é adequado para ambas vitrocerâmicas, proporcionando boa resistência de união imediata e após envelhecimento. O tempo de condicionamento mostrou-se mais crítico para LD do que para LSP, que mostrou resultados semelhantes com tempo de 20 e 60 s.

12. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

AVAVI, S.; SAMIE, S.; RAJI, S.A.H. Comparison of lithium disilicate–reinforced glass ceramic surface treatment with hydrofluoric acid, Nd:YAG, and CO2 lasers on shear bond strength of metal brackets. *Clin Oral Invest*, v. 25, p. 2659-2666, 2021.

BORCHETTA, N.F.; AMARAL, M.; PROCHNOW, C.; RODRIGUES, F.P.; BOTINO, M.A.; VALANDRO, L.F.; MELO, R.M. Strength of a Zirconia-Reinforced Lithium Silicate Ceramic: Acid-Etching Time and Resin Cement Application Effects. *Int J Periodontics Restorative Den*, v. 39, n. 3, p. 431-437, 2019.

CARVALHO, A.S.; SILVA, C.L.M.; SILVA, T.C.F.M.; GOUVÊA, J.P.; CRUZ, A.O.; CARVALHO, C.F.; CARVALHO, C.; TEIXEIRA, A.B. Avaliação da morfologia e resistência de união de uma cerâmica a base de silicato de lítio reforçada por zirconia. *60º Congresso Brasileiro de Cerâmica, São Paulo*, p. 1681-1692, 2016.

CHRISTENSEN, R.; PLOEGER, B.J. A Clinical Comparison of Zirconia, Metal and Alumina Fixed-Prosthesis Frameworks Veneered With Layered or Pressed Ceramic: A three-year report. *J Am Dent Assoc*, v. 141, n. 11, p. 1317-1329, 2010.

DELLA BONA, A. *Adesão as cerâmicas: evidências científicas para uso clínico*. 1 ed. São Paulo: Artes médicas, 2009. 254p.

FELIX, B. *Tratamento da superfície de cerâmicas vítreas reforçadas por dissilicato de lítio previamente à cimentação adesiva: revisão sistemática*. Dissertação (Mestrado em Odontologia/ Prótese Dentária) -Centro Universitario Ingá, Paraná, 2018.

GARBOZA, C.S.; BERGER, S.B.; GUIRALDO, R.D.; FUGOLIN, A.P.P.; JÚNIOR, A.G.; MOURA, S.K.; LOPES, M.B. Influence of Surface Treatments and Adhesive Systems on Lithium Disilicate Microshear Bond Strength. *Braz Dent J*, v. 27, n. 4, p. 458-562, 2016.

KIM, B.K.; BAE, H.E.K.; SHUM, J.S.; LEE, K.W. The influence of ceramic surface treatments on the tensile bond strength of composite resin to all-ceramic coping materials. *J Prosthet Dent*, v. 94, n. 4, p. 357-362, 2005.

LIMA, C.M.; SILVA, N.R.; MARTINS, J.D.; MIRANDA, J.S.; SPUZA, R.O.A.; LEITE, F.P.P. Effect of different surface treatments on the biaxial flexure strength, Weibull characteristics, roughness, and surface topography of bonded CAD/CAM silica-based ceramics. *Dental Materials*, v. 37, p. e151-161, 2021.

MALAMENT, K.A.; MALAMENT, M.M.; NATTO, Z.S.; THOMPSON, V.; REKOW, D. ATT.W. Comparison of 16.9-year survival of pressed acid etched e.max lithium disilicate glass ceramic complete and partial coverage restorations in posterior teeth: Performance and outcomes as a function of tooth position, age, sex, and thickness of ceramic material. *J Prosthet Dent*, p. 1-13, 2020.

MARUO, Y.; NISHIGAWA, G.; IRIE, M.; YOSHILARA, K.; MATSUMOTO, M.; MANAGI, S. Does acid etching morphologically and chemically affect lithium disilicate glass ceramic surfaces? *J Appl Biomater Funct Mater*, v. 15, n. 1, p. 93-100, 2017.

MARTINS, J.D. *Avaliação da resistência ao microcisalhamento em cerâmicas vítreas reforçadas submetidas a diferentes tratamentos de superfície*. Dissertação (Mestre em Clínica Odontológica/ Clínica Odontológica) - Faculdade de Odontologia, Universidade Federal de Juiz de Fora, Juiz de Fora, 2019.

MAZIOLI, C.G.; PEÇANHA, M.M.; DAROZ, L.G.D.; SIQUEIRA, C.A.; FRAGA, M.A.A. Shear bond strength between different resinous cements and lithium disilicate ceramic. *Rev Odonto UNESP*, v. 46, n. 3, p. 174-178, 2017.

MONTEIRO, J.B.; OLIANI, M.G.; GUILARDI, L.F.; PROCHNOW, C.; PEREIRA, G.K.R.; BOTTINO, M.A.; RENATA, M.M.; VALANDRO, L.F. Fatigue failure load of zirconia-reinforced lithium silicate glass ceramic cemented to a dentin analogue: Effect of etching time and hydrofluoric acid concentration. *J Mech Behav Biomed Mater*, v. 77, p. 375-382, 2019.

MORAES, J. *Resistência de união entre cerâmica a base de dissilicato de lítio e cimentos resinoso: efeito do tratamento de superfície da cerâmica, do sistema de cimentação e da aplicação de adesivo*. Dissertação (Mestre em Odontologia/ Prótese) – Faculdade de Odontologia, Universidade Federal do Espírito Santo, Espírito Santo, 2010.

PASSIA, N.; LEHMANN, F.; WOLF, S.F.; KERN, M. Tensile bond strength of different universal adhesive systems to lithium disilicate ceramic. *Jada*, v. 146, n. 10, p. 729-733, 2015.

PJETURSSON, B.E.; SAILER, I.; MAKAROV, N.A.; ZWAHLEN, M.; THOMA, D.S. All-ceramic or metal-ceramic tooth-supported fixed dental prostheses (FDPs)? A systematic review of the survival and complication rates. Part II: Multiple-unit FDPs. *Dental Materials*, v. 31, n. 6, p. 624-639, 2015.

PROCHNOW, C.; VENTURINI, A.B.; GRASEL, R.; BOTTINO, M.C.; VALANDRO, L.F. Effect of etching with distinct hydrofluoric acid concentrations on the flexural strength of a lithium disilicate-based glass ceramic. *J Mech Behav Biomed Mater research B: applied biomaterials*, v. 105B, n. 4, p. 885-891, 2017.

PROCHNOW, CATINA, et al. Adhesion to a Lithium Disilicate Glass Ceramic Etched with Hydrofluoric Acid at Distinct Concentrations. *Braz Dent J*, v. 29, n. 5. p. 492-499, 2018.

RAMAKRISHNAIAH, R.; ALKHERAIF, A.A.; DIVAKAR, D.D.; MATINLINNA, J.P.; VALLITTU, P.K. The Effect of Hydrofluoric Acid Etching Duration on the Surface Micromorphology, Roughness, and Wettability of Dental Ceramics. *Int. J. Mol. Sci*, v. 822, n. 17, p. 1-17, 2016.

RAPOSO, L.H. *Avaliação os parâmetros críticos do ensaio de microtração: análise laboratorial e por elementos finitos*. Dissertação (Mestrado em Odontologia/ Clínica Odontológica Integrada) - Faculdade de Odontologia, Universidade Federal de Uberlândia, Minas Gerais, 2010.

RONTANI, J.P.; SUNDFELD, D.; COSTA, A.R.; CORRER, A.B.; RONTANI, R.M.P.; BORGES, G.A.; SINHORETI, M.A.C.; SOBRINHO, L.C. Effect of Hydrofluoric Acid Concentration and Etching Time on Bond Strength to Lithium Disilicate Glass Ceramic. *Operative Dentistry*, v. 42, n. 6, p. 606-615, 2017.

SAILER, I.; MAKAROVA, N.A.; THOMAS, D.S.; ZWAHLENC, M.; PJETURSSON, B.E. All-ceramic or metal-ceramic tooth-supported fixed dental prostheses (FDPs)? A systematic review of the survival and complication rates. Part I: Single crowns (SCs). *Dental materials*, v. 31, n. 6, p. 603-623, 2015.

SATO, T.P.; ANAMI, L.C.; MELO, R.M.; VALANDRO, L.F.; BOTTINO, M.A. Effects of Surface Treatments on the Bond Strength Between Resin Cement and a New Zirconia-reinforced Lithium Silicate Ceramic. *Operative Dentistry*, v. 41, n. 3, p. 284-292, 2016.

SICOLI, A. *Influência da concentração do ácido hidrófluídrico e da ciclagem térmica na resistência da união entre cerâmica e cimento resinoso*. Tese (Doutorado em

Odontologia/ Materiais Dentários) – Faculdade de Odontologia, Universidade Estadual de Campinas, São Paulo, 2011.

SILVA, A.V. *Avaliação do efeito de diferentes lasers de alta intensidade no tratamento de superfície da cerâmica Y-TZP pré e pós sinterização*. Tese (Doutorado em Odontologia/ Dentística) - Faculdade de Odontologia, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2011.

SIQUEIRA, F.S.F.; CAMPOS, V.S.; WENDLINGERS, M.; MUSO, R.A.C.; GOMES, J.C.; REIS, A.; CARDENAS, A.F.M., LOGUERCIO, A.D. Effect of Self-Etching Primer Associated to Hydrofluoric acid or Silane on Bonding to Lithium Disilicate. *Braz Dent J*, v. 30, n. 2, p. 171-178, 2019

SOARES, E.S.; SILVA, J.V.P.; NEPELENBROEK, K.H.; JORGE, J.H.; URBAN, V.M. Tratamento de superfície de cerâmica pura para cimentação com cimentos resinosos. *Revista de Odontologia da UNESP*, v.38, n.3, p.154-160, 2009.

TOSTES, B. *Influência do tempo de condicionamento ácido na alteração superficial, resistencia de união e compressão da cerâmica de dissilicato de lítio*. Tese (Doutorado em Odontologia/ Dentística) - Faculdade de Odontologia, Faculdade de Odontologia de Bauru, Bauru, 2016.

VERÍSSIMO, A.H.; MOURA, D.M.D.; TRIBST, J.P.M.; ARAÚJO, A.M.M.; LEITE, F.P.P.; SOUZA, R.O.A. Effect of hydrofluoric acid concentration and etching time on resin-bond strength to different glass ceramics. *Original Research Dental Materials*, v. 41, n. 33, p. 1-11, 2019.

ZORTUK, M.; KILIC, K.; GURBULAK, A.G.; KESIM, B.; UCTASLI, S. Tensile bond strength of a lithium-disilicate pressed glass ceramic to dentin of different surface treatments. *Dent Mater J*, v. 29, n. 4, p. 418-424, 2010.

13. AVALIAÇÃO DO DESEMPENHO DO ALUNO

Nota: 10,0



Prof. Dr. Paula Benetti

**EFEITO DO TEMPO DE APLICAÇÃO DE ÁCIDO FLUORÍDRICO NA
RESISTÊNCIA DE UNIÃO DE DUAS VITROCERÂMICAS AO CIMENTO
RESINOSO.**

**EFFECT OF THE TIME OF APPLICATION OF FLUORIDRIC ACID ON THE
STRENGTH OF BONDING TWO VITROCERAMIC TO THE RESIN
CEMENT.**

Laís Cristina Detoni¹, Larissa Simião da Rocha² e Paula Benetti³.

¹Acadêmica do curso de Odontologia pela Universidade de Passo Fundo, Passo Fundo, RS, Brasil.

²Doutoranda em Clínica Odontológica com ênfase em biomateriais pela Universidade de Passo Fundo, Passo Fundo, RS, Brasil.

³Doutora em Odontologia Restauradora pela UNESP e Professora da disciplina de Prótese Dentária da Graduação e Pós-Graduação em Odontologia na Universidade de Passo Fundo, Passo Fundo, RS, Brasil.

Laís Cristina Detoni, Rua Oleandros Rosa, N° 17, Centro, Vila Flores, RS, Brasil.

Email: lais_detoni@hotmail.com

RESUMO:

Objetivo: avaliar a influência de diferentes tempos de aplicação de ácido fluorídrico a 10% sobre uma vitrocerâmica de dissilicato de lítio (LD) e uma de silicato de lítio contendo zircônia (LSP) na resistência de união ao cimento resinoso. Métodos: blocos das vitrocerâmicas seccionados e polidos para obtenção de amostras (n=30), amostras de resina composta (n=30) foram obtidas através da matriz de silicone. As amostras divididas aleatoriamente em 3 grupos experimentais (n=10), de acordo com o tempo de condicionamento (20s, 40s e 60s). O ácido fluorídrico aplicado sobre a superfície de

cimentação da cerâmica pelo tempo determinado seguido por banho sônico. Após a secagem, o silano aplicado à superfície condicionada da cerâmica e de resina, aguardando 60s, e o cimento resinoso aplicado sobre a superfície da resina e a cerâmica posicionada sobre o cimento, sob carga de 750g e fotoativado, o conjunto seccionado em uma cortadeira para obtenção de corpos de prova (CPs). Os CPs subdivididos em dois grupos: metade para teste imediato a outra metade para teste após 3 meses de armazenamento e submetidos à força de tração até a fratura. A carga máxima de fratura (em N) foi registrada e a resistência de união (MPa) calculada. Os dados foram analisados por Kruskal-Wallis e Tukey. Resultados: O tempo de condicionamento ácido e o armazenamento mostraram influência na resistência de união da LD e LSP à resina composta. Conclusão: o tempo de condicionamento ácido de 20 segundos é adequado para as duas vitrocerâmicas, sendo crítico para a LD.

Palavras-chave: Cerâmicas, Ácido fluorídrico.

INTRODUÇÃO:

As coroas totalmente cerâmicas são as principais alternativas de material restaurador para a estrutura dentária devido as suas propriedades favoráveis, como a resistência à abrasão, baixa condução térmica, biocompatibilidade, radiopacidade, integridade marginal, dureza satisfatória, estética, estabilidade de cor, longevidade e previsibilidade de resultado. Ainda mais, são consideradas um material sintético que mimetizam a aparência natural dos dentes devido a sua capacidade de reproduzir as sombras e translucidez da estrutura dentária¹⁻².

As cerâmicas vítreas evoluíram ao longo dos anos em suas composições e técnicas de processamento. Cerâmicas a base de leucita, dissilicato de lítio e sílicato de lítio reforçada por zircônia foram as primeiras cerâmicas a possuírem cristais de vidro

em sua composição, sendo assim, estas são capazes de sofrer ação de ácidos, resultando em superfície retentiva e, portanto, são classificadas como sensíveis ao ácido. Já as cerâmicas à base de alumina, densamente sinterizada, ou zircônia não degradam com ácido e não geram uma superfície retentiva e, portanto, são classificadas como ácido resistentes³.

A vitrocerâmica de Dissilicato de Lítio (LD), desenvolvida no ano de 1998, possui dois componentes: a sílica que serve como um vidro para a matriz e óxido de lítio para diminuir a temperatura de processamento da matriz vítrea. Os cristais desta cerâmica são alongados e dispersos na matriz vítrea de forma entrelaçada que crescem durante o processo de aquecimento até 60% do seu volume, favorecendo as propriedades mecânicas, resistência adesiva, aumentando a durabilidade, tenacidade a fratura e resistência, pois impedem a propagação de trincas por meio de absorção de energia, aumentam a resistência à flexão em comparação a cerâmica de vidro convencional e não comprometem as propriedades óticas das cerâmicas vítreas. Sua indicação é para inlays, onlays, coroas unitárias, facetas laminadas e próteses fixas de três elementos anteriores até segundo pré-molar, pois apresentam resistência flexural de aproximadamente 400 MPa e tenacidade a fratura de 2,54 Mpa^{1,4-5}. Também, as melhorias recentes nas propriedades mecânicas de DL contribuem para ser um dos materiais mais comuns na fabricação de restauração indireta na prática odontológica pela sua excelente propriedade estética e mecânica, resultando em restaurações com altas taxas de sobrevivência⁶. As vitrocerâmicas LD têm a possibilidade de união micromecânica ao cimento resinoso, já que possuem matriz vítrea e são ácidos sensíveis, como também, passíveis de abrasão por jatos de óxido de alumínio ou através da união química quando sua superfície é sujeita a silanização⁷.

É recomendado pelo fabricante, IPS Empress (e.Max; Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein), que o condicionamento de superfície do LD seja realizado com concentração de ácido de 4,8% durante 20 segundos, entretanto, estudos *in vitro* mencionaram que as superfícies devem ser condicionadas com uma concentração mínima de 5-7,5% durante 20 segundos⁸. Deve-se levar em conta que, apesar do ácido fluorídrico (HF) ser sugerido para o pré-tratamento para restaurações de LD, a concentração e tempo de gravação podem enfraquecer a superfície cerâmica⁶.

O silicato de lítio reforçada por zircônia (LPS) pertence a nova geração das vitrocerâmicas e possui duas fases cristalinas, metassilicato de lítio e ortofosfato de lítio (Li₃PO₄), imersos em uma matriz vítrea, possuindo propriedades mecânicas boas devido a matriz vítrea ter adição de 10% em peso de zircônia caracterizando alto potencial estético, pois tem componentes cristalinos pequenos (0,5 mm) que permitem refração de luz e, conseqüentemente, níveis elevados de translucidez, como também, propriedades mecânicas com resistência à flexão de 440Mpa. Porém, esta cerâmica não é considerada reforçada por zircônia devido as partículas cristalinas estarem dissolvidas na fase vítrea. Sua indicação é para inlays, onlays, coroas anteriores, posteriores e próteses sobre implante. De acordo com o fabricante, VITA Zahnfabrik, a cerâmica LPS possui resistência à flexão superior ao LD quando expostos a carga dinâmica, margens mais estáveis e propriedades estéticas melhoradas, ainda é recomendado a concentração de ácido fluorídrico de 5% por 20 segundos⁹⁻¹⁰.

Alguns fatores relacionados ao preparo do elemento dentário e do tratamento prévio das superfícies das cerâmicas influenciam na retenção e na longevidade de uma restauração indireta, logo, o sucesso dessas restaurações é diretamente dependente da união entre cimento resinoso, substrato dental e restauração. Ainda mais, o adequado

tratamento da superfície e a composição química da cerâmica são fatores determinantes para a resistência à tração e a força de ligação entre o cimento resinoso e a cerâmica¹¹.

As cerâmicas LPS e LD são ácido sensíveis e a adesão pode ser obtida pelo condicionamento ácido, passo imprescindível para melhor desempenho de restaurações cerâmicas, pois altera a topografia da superfície e cria microporosidades em escala nanométrica de profundidade e largura variáveis^{1,12-13}.

Após o pré-tratamento, graus variados de microporosidade ou irregularidade são formados sobre uma superfície cerâmica de acordo com sua microestrutura e composição. A topografia de superfícies cerâmicas pré-tratadas influencia significativamente a formação e manutenção de ligações mecânicas e químicas. Portanto, para garantir uma boa cimentação, os fabricantes de sistemas cerâmicos frequentemente especificam o cimento a ser utilizado e o pré-tratamento de superfície recomendado para cada substrato cerâmico².

Para Verissimo *et al.* (2019)¹⁴, enquanto HF aumenta a força de união do cimento com a cerâmica, o condicionamento com ácido fluorídrico também pode diminuir a resistência mecânica do material, dependendo da concentração do ácido. Esses fatores podem alterar a resistência da união entre cimento resinoso e cerâmica vítrea como, por exemplo, a exposição do LD ao HF por mais de 20 segundos pode levar ao enfraquecimento de sua estrutura.

Estudos relatam que o condicionamento ácido em LD torna a superfície mais porosa e irregular devido a dissolução seletiva da fase vítrea e exposição da fase cristalina após ataque com ácido fluorídrico. Assim, criando numerosas microporosidades, deixando os canais maiores e mais profundos e, conseqüentemente, aumentando a força de união entre a cerâmica e o cimento resinoso. A concentração do ácido fluorídrico é pré-determinada pelo fabricante, enquanto a duração do

condicionamento está no controle do operador e pode variar resultando em um aumento na superfície rugosidade^{13,4}. O tempo de condicionamento com HF para LD em 20 segundos resultou na dissolução da fase vítrea predominantemente ao redor dos cristais, criando pequenos poros e fissuras isoladas (superfície porosa desejável). Para 40 e 80 segundos resultou em mais perda da fase vítrea ao redor dos cristais, expondo a estrutura cristalina, já para condicionamento prolongado por 160 segundos dissolveu a matriz ao redor dos cristais, deixando saliente a matriz de vidro orientada aleatoriamente em forma de placa, dessa forma, sugere-se que a matriz se dissolva em uma taxa mais rápida do que os cristais. Poros mais profundos, mais largos e rasos são formados quando a superfície for exposta por ciclos de ataque mais longos, porém isso não aumenta a força de adesão e reduz a resistência ao cisalhamento, devido a poros serem menores e mais largos¹³.

Já para LPS, o condicionamento com ácido fluorídrico de 5-10% por 20 segundos é suficiente para remover a matriz de vidro, mas em aplicação por 120 segundos a remoção é mais extensa, pois remove de forma seletiva a matriz vítrea expondo os cristais da estrutura de sílica, gerando uma superfície mais irregular e rugosa¹⁵. O ácido fluorídrico atua em áreas localizadas, promovendo dissolução de apenas a matriz de vidro e, à medida que o tempo condicionamento aumenta, a região de interação aumenta também. Em tempos de condicionamento mais curtos, os defeitos introduzidos parecem estar em uma dimensão e formato que dificulta o preenchimento das irregularidades do cimento, tornando a ligação vulnerável a falhas, já quando a duração da gravação é maior, a superfície torna-se mais homogênea, devido à extensa perda da matriz vítrea e retirada dos grãos de silicato de lítio / zircônia, facilitando a penetração do cimento resinoso que leva à ligação otimizada aumentando a durabilidade (maior resistência à fadiga por 60 e 90 segundos)¹⁰.

Dessa forma, em LPS a concentração com ácido fluorídrico requer 60-90 segundos e no LD deve ser reduzido para 20 segundos para evitar sobrecarga e enfraquecimento da ligação interface e promover retenções micromecânicas^{10,16}.

Assim, o tratamento superficial antes da cimentação visa modificar a superfície para criar retenções micromecânicas, aumentar a rugosidade e promover adesão química entre cerâmica e cimento. O condicionamento com HF associado ao silano tem sido indicado para cerâmicas de LD e LPS, entretanto, devido ao risco de excessiva degradação da matriz da vitrocerâmica e o potencial tóxico do HF outros tratamentos superficiais têm sido sugeridos e estudados¹⁷.

Dessa forma, o objetivo do estudo foi avaliar a influência dos tempos de condicionamento com ácido fluorídrico a 10% na resistência de união da vitrocerâmica de dissilicato de lítio e silicato de lítio contendo zircônia a um cimento resinoso. As hipóteses nulas são: o tempo de condicionamento e o envelhecimento não possuem influencia na resistência de união

MATERIAIS E MÉTODOS:

1. Materiais:

Os materiais utilizados no estudo estão descritos na Tabela 1.

Tabela 1. Nome comercial, fabricante, classificação e composição dos materiais utilizados.

Nome comercial	Fabricante	Classificação	Composição
IPS e.Max	Ivoclar	Vitrocerâmica	SiO ₂ (57- 80%), Li ₂ O
CAD	Vivadent	de dissilicato de lítio	(11%-19%), K ₂ O (0-13%), P ₂ O ₅ (0%-11%),

			ZrO ₂ (0%-8%), ZnO (0%-8%)
Suprinity	VITA Zahnfabrik	Vitrocerâmica de silicato de lítio	SiO ₂ (56-64%), Li ₂ O(12-21%), ZrO ₂ (8-12%), K ₂ O ₂ (1-4%), P ₂ O ₅ (3-8%), Al ₂ O ₃ (1-4%),CeO ₂ (0-4%)
Condac Porcelana	FGM	Ácido fluorídrico	Solução aquosa de fluoreto de hidrogênio 10%
Silano	Angelus	Silano	Agente de união Química
Allcem			
Veneer APS	FGM	Cimento resinoso	Agente de cimentação definitiva.
Ambar	FGM	Adesivo	Adesivo fotopolimerizável
Opallis	FGM	Resina composta	Resina nanohíbrida

2. Confeção das amostras

2.1. Vitrocerâmicas

Blocos das vitrocerâmicas para usinagem em computer-aided design and computer-aided manufacturing (CAD/CAM) foram fixados em uma cortadeira metalográfica (Miniton Struers, Cleveland, United States), 250 rpm, pelo suporte e foram cortados transversalmente com um disco diamantado, sob refrigeração com água, para a confecção de 60 amostras (30 de dissilicato de lítio e 30 de silicato de lítio), nas seguintes dimensões: 12 mm de largura x 14 mm de comprimento x 3 mm de altura. As amostras foram regularizadas e polidas com lixa d'água de granulação 400, 600 e 800 e

cristalizadas em forno para cerâmica (Programat P310, Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein).

2.2. Resina Composta

Foi realizado um molde com silicone de adição (Express XT, 3M, Minnesota, Estados Unidos) de uma amostra de vitrocerâmica para cópia das medidas padronizadas das vitrocerâmicas (12 mm x 14 mm x 3 mm), com o objetivo de seguir as medidas durante a confecção dos blocos de resina composta (Opallis, FGM, Joinville, Brasil) (N = 60). Com o modelo em negativo finalizado, foram adicionados incrementos de 1 mm de espessura e fotoativados por 60 segundos no centro da amostra à cada adição, até completar os 3 mm de espessura. A regularização da superfície foi realizada com lixa d'água de granulação 400, 600 e 800.

3. Condicionamento ácido

A superfície de cimentação das amostras em resina composta foi condicionada com ácido fluorídrico 10% (Condac porcelana, FGM, Joinville, Brasil) por 60 segundos seguida de jatos de ar-água e banho sônico com álcool 99% por 480 segundos.

As amostras de vitrocerâmica foram condicionadas com ácido fluorídrico (Condac porcelana, FGM, Joinville, Brasil) 10% por 20, 40 e 60 segundos, de acordo com o grupo experimental. O ácido foi removido da superfície de cimentação com jatos de ar-água e as amostras foram lavadas em banho sonico (Cuba de Ultrassom, Cristófoli, Paraná, Brasil) com álcool 99% por 480 segundos.

As amostras cerâmicas foram divididas conforme a Figura 1.

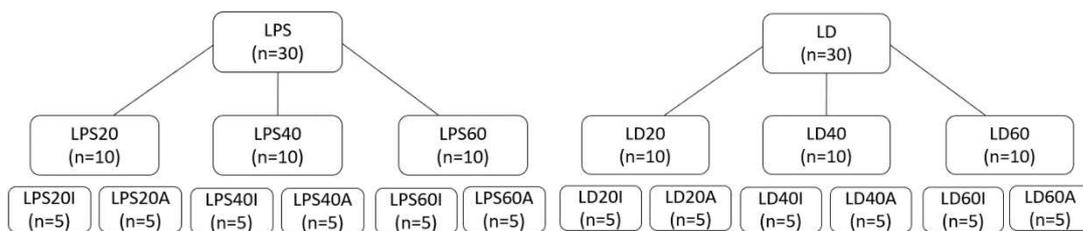


Figura 1. Distribuição dos grupos experimentais. Letra I refere-se ao grupo imediato (I- teste logo após o corte) e letra A ao grupo armazenado (A- armazenado por 3 meses antes do teste).

4. Aplicação de silano e adesivo

A superfície de cimentação das amostras de cerâmica e de resina receberam uma camada de silano (Angelus, Adotec, Londrina, Brasil) por 1 minuto, para a volatilização do solvente. E, posteriormente, adesivo (Ambar, FGM, Joinville, Brasil) foi aplicado na superfície e fotoativado por 60 segundos.

5. Protocolo de cimentação

O cimento resinoso (Allcem Veneer APS, FGM, Joinville, Brasil) foi manipulado e aplicado na superfície da resina. A amostra de cerâmica foi assentada sobre o cimento e um peso de 750 g foi posicionado sobre o conjunto, para simular a pressão digital. O excesso do cimento foi removido com microbrush e foi realizado uma fotoativação por 30 segundos em cada lateral, e por fim 60 segundos no centro da amostra, após a remoção do peso.

As amostras foram seccionadas em cortadeira metalográfica (Biopdi, São Paulo, Brasil) , sob refrigeração com água, obtendo-se palitos de 1mm² de secção transversal (interface de cimentação) e 6 mm de comprimento (3 mm cerâmica e 3mm de resina).

6. Envelhecimento

As amostras dos grupos LPS20A, LPS40A, LPS60A, LD20A, LD40A e LD60A foram armazenadas em estufa (Estufa de esterelização e secagem, Biothec, São Paulo, Brasil) por 36°C, por 3 meses em água destilada. Após o armazenamento as amostras foram submetidas ao teste de microtração.

7. Teste de microtração

Os corpos de prova foram unidos ao dispositivo de microtração pelas suas extremidades utilizando adesivo à base de cianocrilato em gel. O dispositivo foi posicionado na máquina de ensaios universais (EMIC DL2000, Instron, University Ave, EUA) e uma força de tração foi aplicada a 0.5mm/min, até a fratura. A carga máxima de fratura (F, em Newtons) foi registrada e a resistência de união (σ em MPa) foi calculada de acordo com a equação 1:

$$\sigma = F/A$$

equação 1

Sendo A a área da secção transversal (em mm) medida para cada corpo de prova utilizando paquímetro digital.

8. Análise estatística

Os dados foram analisados pelo teste de Kruskal-Wallis e pós-teste de Tukey, com nível de significância de 5%.

RESULTADOS:

Os resultados estão apresentados nas Figura 2 e 3.

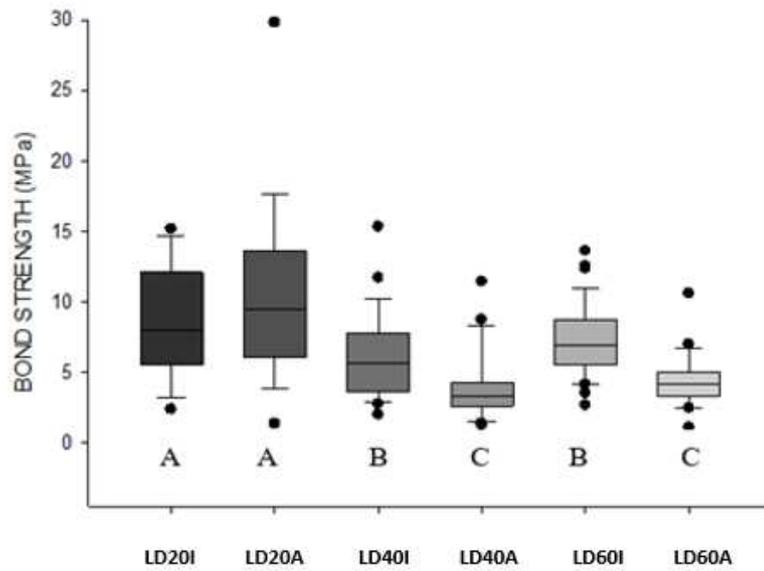


Figura 2. Boxplot dos grupos experimentais da vitrocerâmica de dissilicato de lítio. Letras iguais significam semelhança estatística ($p < 0,05$).

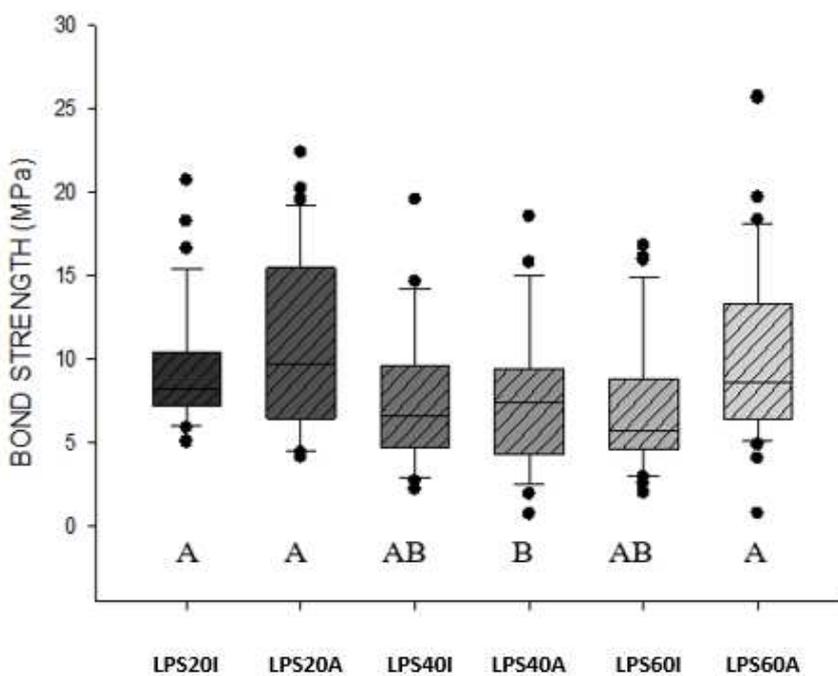


Figura 3. Boxplot dos grupos experimentais da vitrocerâmica de silicato de lítio. Letras iguais significam semelhança estatística ($p < 0,05$).

Podemos observar que, o tempo de condicionamento ácido e o armazenamento mostraram influência na resistência de união da LD ao cimento resinoso, com interação entre os fatores. Para a LD, o tempo de condicionamento ácido de 20 s proporcionou

maior resistência de união imediata e após o envelhecimento do que maiores tempos. Após o envelhecimento, a resistência de união foi mantida no grupo condicionado por 20 s e diminuiu nos grupos condicionados por 40 s e 60 s.

Para a LSP, o tempo de condicionamento não influenciou a resistência de união imediata, mostrando valores semelhantes entre os grupos. Após o envelhecimento, a resistência de união permaneceu semelhante para os grupos condicionados por 20 s e 60 s, contudo, o grupo condicionado por 40 s apresentou resistência de união menor do que os demais grupos.

DISCUSSÃO:

O presente estudo avaliou a influência de tempos de condicionamento com ácido fluorídrico a 10% na resistência de união da vitrocerâmica de dissilicato de lítio e silicato de lítio reforçada por zircônia com um cimento resinoso. A hipótese 1 foi rejeitada para todos os grupos com exceção dos grupos LSP testados imediatamente, que não mostraram influência do tempo de condicionamento na resistência adesiva imediata.

A vitrocerâmica de LD possui em sua composição sílica, óxido de lítio e cristais alongados e dispersos na matriz vítrea de forma entrelaçada^{1,4-5}, e LSP possui duas fases cristalinas, metassilicato de lítio e ortofosfato de lítio imersos na matriz vítrea^{9-10,17}. Dessa forma, independente das composições de LD e LPS o condicionamento com ácido fluorídrico deve promover modificações topográficas na superfície, removendo a matriz vítrea, aumentando a superfície de contato e formando micro canais retentivos que melhoram a interação com o material de fixação, ou seja, ao cimento resinoso^{12-13,14}.

Tostes (2016)¹, indica que o aumento do tempo de condicionamento com ácido fluorídrico aumenta a rugosidade superficial e, conseqüentemente, a adesão com o cimento resinoso, pois melhora a retenção mecânica. Porém, o tempo de aplicação e a

concentração do ácido deviam ser levados em conta, pois o aumento de um pode levar a dissolução parcial dos cristais da matriz vítrea e gerar efeitos deletérios como, por exemplo, afetar a resistência flexural e a rugosidade superficial negativamente.

Ramakrishnaiah *et al.* (2016)¹³, descreve que para LD o condicionamento de superfície com ácido fluorídrico por 20 segundos resulta na maior dissolução da fase vítrea criando poros e fissuras isoladas e para 40 e 60 segundos resultou na maior perda da fase vítrea expondo os cristais e para 160 segundos dissolveu a matriz cristalina deixando a matriz de vidro saliente e orientanda aleatoriamente em forma de placa. Dessa forma, a matriz vítrea se dissolve mais rápido em tempos prolongados deixando poros mais largos e rasos e, conseqüentemente, reduz a resistência ao cisalhamento.

Zortuk *et al.* (2010)¹⁵, demonstra que para LSP o condicionado com ácido fluorídrico de 5-10% por 20 segundos é suficiente para remover a matriz de vidro, mas em aplicação por 120 segundos a remoção é mais extensa em que, remove de forma seletiva a matriz vítrea gerando uma superfície mais irregularidade e rugosa.

Também, Monteiro *et al.* (2018)¹⁰ relata que o ácido fluorídrico atua em áreas localizadas dissolvendo a matriz de vidro à medida que o tempo de condicionamento ácido aumenta, a região de interface entre cimento e cerâmica acaba aumentando. Nos tempos de condicionamento curtos para LPS estão em dimensão e formato que dificultam o preenchimento das irregularidades pelo cimento, já para tempos de condicionamento mais longos, as irregularidades superficiais são homogêneas, na qual, facilita a penetração do cimento resinoso. E para Barchetta *et al.* (2019)¹⁸ ataques ácidos de ácido fluorídrico por 60 segundos formam superfícies mais regulares e mostram resistência a fadiga maior em 90 segundos de condicionamento com HF do que 30 e 60 segundos.

Portanto, como já citava Passia *et al.* (2015)¹⁶ e Monteiro *et al.* (2018)¹⁰ LPS requer concentração de ácido fluorídrico de 5-10%. Para LPS o condicionamento de superfície pode ser sobre estendido para os tempos de por 60 - 90 segundos, contrapondo ao recomendado pelo fabricante, e LD deve ser reduzido para 20 segundos, conforme o fabricante, para evitar enfraquecimento da ligação da interface cerâmica e cimento e promover uma retenção micromecânica adequada.

Os tempos de condicionamento mais elevados aumentaram a capacidade de condicionamento de HF a SLP, especialmente para concentrações de 1% e 2,5% de HF, isso foi evidenciado nas imagens de MEV nas quais os tempos de condicionamento de 40, 60, 120 segundos promoveram um aumento gradual na dissolução da fase vítrea / resistência de união em comparação com 20 segundos. Provavelmente, como HF permanece em contato por períodos mais longos com a superfície LD, haverá mais tempo disponível para o HF ionizado reagir com a sílica (matriz vítrea), removendo assim mais fase vítrea e, conseqüentemente, criando mais irregularidades superficiais para o emaranhamento mecânico com o cimento resinoso pela maior exposição de cristais de dissilicato de lítio¹⁹.

Sato *et al.* (2016)³, relata que no tratamento de superfície com aumento do tempo de condicionamento sugerido pelo fabricante, estudos não encontraram nenhum efeito deletério do ácido fluorídrico na resistência da vitrocerâmica de LPS, pois o ataque excessivo reduziu as falhas superficiais existentes em tamanho e profundidade, além de remover ou estabilizar os defeitos superficiais. Assim, aumentando o tempo de corrosão pode aumentar a resistência dos materiais. As cerâmicas de silicato de lítio, o ataque ácido fluorídrico introduz mudanças de superfície mais uniformes e melhor distribuídas quando a superfície é exposta ao ataque de HF, ocorrendo remoção seletiva

de sua matriz vítrea, expondo a estrutura cristalina e resultando em uma topografia com uma área de contato total maior do que a de uma superfície lisa.

Além disso, o tempo de armazenagem (envelhecimento) teve influência nos grupos LD condicionados por 40s e 60s e na LPS condicionada por 40s, rejeitando parcialmente a hipótese 2. A queda na resistência a união após o armazenamento por 3 meses pode ser devido ao envelhecimento da interface adesiva pela hidrólise da matriz orgânica e lixiviação de componentes do cimento resinoso, o que pode ter interferido na sua retenção às vitrocerâmicas. A ação do ácido sobre as cerâmicas pode produzir diferentes padrões topográficos, aumentando sua rugosidade ou homogeneizando a superfície, o que pode aumentar ou diminuir a resistência adesiva ao cimento resinoso.

CONCLUSÃO:

Podemos observar que, o tempo de condicionamento ácido e o armazenamento mostraram influência na resistência de união da LD e LSP à resina composta. O tempo de condicionamento de 20s é adequado para ambas vitrocerâmicas, proporcionando boa resistência de união imediata e após envelhecimento. O tempo de condicionamento mostrou-se mais crítico para LD do que para LSP, que mostrou resultados semelhantes com tempo de 20 e 60s.

REFERÊNCIAS:

1. Tostes B. Influência do tempo de condicionamento ácido na alteração superficial, resistência de união e compressão da cerâmica de dissilicato de lítio. [Tese Doutorado] Bauru: Faculdade de Odontologia de Bauru; 2016.
2. Maruo Y, Nishigawa G, Irie M, Yoshilara K, Matsumoto M, Managi S. Does acid etching morphologically and chemically affect lithium disilicate glass ceramic surfaces? J Appl Biomater Funct Mater 2017; 15(1):93-100.

3. Sato TP, Anami LC, Melo RM, Valandro LF, Bottino MA. Effects of Surface Treatments on the Bond Strength Between Resin Cement and a New Zirconia-reinforced Lithium Silicate Ceramic. *Operative Dentistry* 2016; 41(3): 284-292.
4. Prochnow C, Venturini AB, Grasel R, Bottino MC, Valandro LF. Effect of etching with distinct hydrofluoric acid concentrations on the flexural strength of a lithium disilicate-based glass ceramic. *J Mech Behav Biomed Mater research B: applied biomaterials* 2017; 105B(4):885-891.
5. Malament KA, Malament MM, Natto ZS, Thompson V, Rekow DATTW. Comparison of 16.9-year survival of pressed acid etched e.max lithium disilicate glass ceramic complete and partial coverage restorations in posterior teeth: Performance and outcomes as a function of tooth position, age, sex, and thickness of ceramic material. *J Prosthet Dent* 2020; 1-13.
6. Siqueira FSF, Campos VS, Wendlingers M, Muso RAC, Gomes JC, Reis A., Cardena AFM, Longuercio AD. Effect of Self-Etching Primer Associated to Hydrofluoric acid or Silane on Bonding to Lithium Disilicate. *Braz Dent J* 2019; 30(2):171-178.
7. Moraes J. Resistência de união entre cerâmica a base de dissilicato de lítio e cimentos resinoso: efeito do tratamento de superfície da cerâmica, do sistema de cimentação e da aplicação de adesivo. [Dissertação de Mestrado] Espírito Santo: Universidade Federal do Espírito Santo; 2010.
8. Felix, B. Tratamento da superfície de cerâmicas vítreas reforçadas por dissilicato de lítio previamente à cimentação adesiva: revisão sistemática. [Dissertação Mestrado]. Paraná: Centro Universitario Ingá; 2018.
9. Carvalho AS, Silva CLM, Silva TCFM, Gouvêa JP, Cruz AO, Carvalho CF, Carvalho C, Teixeira AB. Avaliação da morfologia e resistência de união de uma cerâmica a base de

silicato de lítio reforçada por zirconia. 60º Congresso Brasileiro de Cerâmica: 2016; São Paulo, p. 1681-1692.

10. Monteiro JB, Oliani MG, Guilardi LF, Prochnow C, Pereira GKR, Bottino MA, Renata MM, Valandro LF. Fatigue failure load of zirconia-reinforced lithium silicate glass ceramic cemented to a dentin analogue: Effect of etching time and hydrofluoric acid concentration. *J Mech Behav Biomed Mater* 2019; 77:375-382.

11. Mazioli CG, Peçanha MM, Daroz LGD, Soqueira CA, Fraga MAA. Shear bond strength between different resinous cements and lithium disilicate ceramic. *Rev Odonto UNESP* 2017; 46(3):174-178.

12. Sicoli, A. Influência da concentração do ácido hidrofúorídrico e da ciclagem térmica na resistência da união entre cerâmica e cimento resinoso. [Tese Doutorado]. São Paulo: Universidade Estadual de Campinas, São Paulo; 2011.

13. Ramakrihnaiah R, Alkheraif AA, Divakar DD, Matinlina JP, Vallittu PK. The Effect of Hydrofluoric Acid Etching Duration on the Surface Micromorphology, Roughness, and Wettability of Dental Ceramics. *Int. J. Mol. Sci* 2016; 822(17):1-17.

14. Verríssimo AH, Moura DMD, Tribst JPM, Araújo AMM, Leite FPP, Souza ROA. Effect of hydrofluoric acid concentration and etching time on resin-bond strength to different glass ceramics. *Original Research Dental Materials* 2019; 41(33):1-11.

15. Zortuk M, Kilic K, Gurulak AG, Kesim B, Uctasli S. Tensile bond strength of a lithium-disilicate pressed glass ceramic to dentin of different surface treatments. *Dent Mater J* 2010; 29(4):418-424.

16. Passia N, Lehmann F, Wolf SF, Kern M. Tensile bond strength of different universal adhesive systems to lithium disilicate ceramic. *Jada* 2015; 146(10): 729-733.
17. Lima CM, Silva NR, Martins JD, Miranda JS, Spuza ROA, Leite FPP. Effect of different surface treatments on the biaxial flexure strength, Weibull characteristics, roughness, and surface topography of bonded CAD/CAM silica-based ceramics. *Dental Materials* 2021; 37:e151-161.
18. Borcheta NF, Amaral M, Prochnow C, Rodrigues FP, Botino MA, Vavalndro LF, Melo RM. Strength of a Zirconia-Reinforced Lithium Silicate Ceramic: Acid-Etching Time and Resin Cement Application Effects. *Int J Periodontics Restorative Den* 2019; 39(3):431-437.
19. Rontani JP, Sundfeld D, Costa AR, Correr AB, Rontani RMP, Borges GA, Sinhoreti MAC, Sobrinho LC. Effect of Hydrofluoric Acid Concentration and Etching Time on Bond Strength to Lithium Disilicate Glass Ceramic. *Operative Dentistry* 2017; 42(6):606-615.