



**PRÓ-REITORIA ACADÊMICA
DIRETORIA DE PESQUISA, EXTENSÃO E PÓS-GRADUAÇÃO
PROGRAMA DE MESTRADO PROFISSIONAL EM ODONTOLOGIA**

DIOGO ROBERT CLAUDINO DOS SANTOS

**Efeitos da variação de diferentes concentrações de ácido
fluorídrico e marcas comerciais na adesividade à cerâmica
vítrea reforçada por dissilicato de lítio**

MARINGÁ

2022



**PRÓ-REITORIA ACADÊMICA
DIRETORIA DE PESQUISA, EXTENSÃO E PÓS-GRADUAÇÃO
PROGRAMA DE MESTRADO PROFISSIONAL EM ODONTOLOGIA**

DIOGO ROBERT CLAUDINO DOS SANTOS

Efeitos da variação de diferentes concentrações de ácido fluorídrico e marcas comerciais na adesividade à cerâmica vítrea reforçada por dissilicato de lítio

Effects of different hydrofluoric acid concentrations and commercial brands on the bond strength to a lithium disilicate reinforced glass ceramic ceramic

Dissertação formato artigo apresentada ao Programa de Mestrado Profissional em Odontologia, do Centro Universitário Ingá UNINGÁ, como parte dos requisitos a obtenção do título de Mestre em Odontologia, área de concentração: Prótese Dentária.

Orientador: Prof. Dr. Daniel Sundfeld Neto

MARINGÁ

2022

Santos, Diogo Robert Claudino

Efeitos da variação de diferentes concentrações de ácido fluorídrico e marcas comerciais na adesividade à cerâmica vítrea reforçada por dissilicato de lítio -- Maringá, 2022.

000 p. : il. ; 31 cm.

Dissertação (Mestrado) -- Centro Universitário Ingá Uningá, 2022.

Orientador: Prof. Dr. Daniel Sundfeld Neto

Autorizo, exclusivamente para fins acadêmicos e científicos, a reprodução total ou parcial desta dissertação, por processos fotocopiadores e outros meios eletrônicos.

Assinatura:

Data:

FOLHA DE APROVAÇÃO

DIOGO ROBERT CLAUDINO DOS SANTOS

Efeitos da variação de diferentes concentrações de ácido fluorídrico e marcas comerciais na adesividade à cerâmica vítrea reforçada por dissilicato de lítio

Effects of different hydrofluoric acid concentrations and commercial brands on the bond strength to a lithium disilicate reinforced glass ceramic ceramic

Dissertação em formato artigo apresentada ao Programa de Mestrado Profissional em Odontologia, do Centro Universitário Ingá - UNINGÁ, como parte dos requisitos para obtenção do título de Mestre em Odontologia, área de concentração: Prótese Dentária.

Maringá, ____ de _____ de _____.

BANCA EXAMINADORA

Prof. Dr. _____
UNINGÁ

Prof. Dr. _____
Instituição

Prof. Dr. _____
UNINGÁ

Agradecimentos

Agradeço aos professores do programa de prótese dentária, **Daniel, Núbia, Aline e Fernanda**, que seus conhecimentos possam ser passados para as gerações futuras de mestres e doutorandos.

Aos amigos, antigos e novos, **Gustavo, Alberto, Fabiano Brites, Everton e Fabiano Gava**, companheiros de profissão e mestrado. Vocês me deram o acolhimento necessário para concluir esta jornada.

A minha família e namorada, em especialmente a minha mãe **Inez**, que sozinha criou os filhos, se dobrando como um arco para lançar sua prole o mais longe que poderia.

RESUMO

O presente estudo tem por objetivo investigar se diferentes marcas comerciais de ácido fluorídrico, nas concentrações de 5 e 10%, apresentam comportamento semelhante na resistência de união pelo microcissalhamento entre cerâmica vítrea reforçada por dissilicato de lítio (EMX) e cimento resinoso. Assim como se o uso de adesivo aumentaria a força de união. Para isso, duzentos e setenta e três discos (273) de EMX foram confeccionados e distribuídos em dois grupos de acordo com a concentração de ácido fluorídrico: 5 (n=120) e 10% (n=140). Em seguida, as 120 amostras de EMX pertencentes ao grupo 5% foram distribuídas de acordo com as diferentes marcas comerciais (n=20): FGM, BM4, Potenza, Maquira, Lysanda e Ivoclar. Para a concentração de 10%, as amostras de EMX foram distribuídas de acordo com as marcas comerciais (n=20): Ultradent, FGM, BM4, Potenza, Maquira, Dentsply e Lysanda. Para qualquer concentração adotada, o tempo de condicionamento foi de 20 segundos. Após a aplicação do silano, metade das amostras de cada grupo (n=10) recebeu uma fina camada de um adesivo hidrófobo. Três cilindros (1 mm diâmetro) de cimento resinoso foram confeccionados sobre a superfície de EMX e submetidos ao teste de resistência de união pelo microcissalhamento após 24 horas de armazenagem em água deionizada a 37 graus Celsius. Os dados foram submetidos ao teste estatístico de ANOVA-1 fator ($\alpha=5\%$). Os ácidos na concentração de 10% e os que foram aplicados adesivo tiveram resultados de resistência de união estatisticamente superiores, sendo que houve diferença estatística também para ácidos de diferentes marcas na mesma concentração.

Palavras-chave: Ácido fluorídrico, silane, adesivo dentário, Cerâmica vítrea, prótese dentária

ABSTRACT

The present study aims to investigate if different brands of hydrofluoric acid, in 5 and 10% concentrations, have the same behavior in the bond strength of resin cement to lithium disilicate glass-ceramic through micro-shear bond strength test. And if the use of multimode adhesives would increase the bond strength. For that two hundred seventy three 273 EMX cylinders were made and divided in 2 groups, by accordance to acid concentration: 5 (n=120) and 10% (n=140). Furthermore, 120 samples of EMX belonging to 5% group were divided by the different brands (n=20): FGM, BM4, Potenza, Maquira, Lysanda and Ivoclar. For the 10% concentration the samples of EMX were divided by accordance by brand (n=20): Ultradent, FGM, BM4, Potenza, Maquira, Dentsply and Lysanda. To any of the concentrations, hydrofluoric acid was applied for 20 seconds. After the application of silane, half of the samples of each group (n=10) had adhesives applied to them. Three cylinders (1mm diameter) of resin cement were made over the surface of EMX and submitted to micro-shear bond strength test after 24 hours of storage in deionized water at 37 degree Celsius. The data was submitted to the ANOVA-1 factor ($\alpha=5\%$). The 10% concentration acids and those applied multimode adhesives had increased SBS values and different brands of the same concentration acid had statistically different values in bond strength.

Keywords: Hydrofluoric acid, silane, multimode adhesives, glass-ceramic, dental prosthetics

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 -	A- Bm4 5%; B- BM4 10%; C- Fgm 5%; D- Fgm 10%; E- Ponteza 5%; F- Potenza 10%; G- Lyzanda 10%	15
Figura 2 -	H- Lyzanda 5%; I- Dentsply 10%; J- Maquira 5%; K- Maquira 10%; L- Ultradent 9.8%; M- Ivoclar 4.8%	16
Figura 3 -	A- Superfície sendo silanizada; B-Superfície após aplicação de silano; C- Adesivo Scotchbond 3M; D- Adesivo 3m aplicado sobre a superfície cerâmica; E- Prévia a foto ativação com VALO; F- Tubos plásticos posicionados prontos a receber o cimento resinoso; G- Tubos preenchidos com cimento resinoso; H- Foto ativação do conjunto tubo e cimento resinoso; I- Amostra finalizada; J- Amostra sendo submetida a microcisalhamento	18
Figura 4	Microscopia eletrônica de varredura	27

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 -	Comparação das diferentes marcas de 5%, sem e com adesivo	20
Tabela 2 -	Comparação das diferentes marcas de 10%, sem e com adesivo	22
Tabela 3 -	Comparação entre 5% e 10% da mesma marca comercial, sem e com adesivo	23
Tabela 4 -	Tabela de composição dos ácidos fluorídricos	24

LISTA DE ABREVIATURA E SIGLAS

Cerâmica vítrea reforçada por dissilicato de lítio EMX

SUMÁRIO

1.	INTRODUÇÃO	12
2.	MATERIAIS E MÉTODOS.....	14
3.	RESULTADOS	20
4.	DISCUSSÃO.....	27
5.	CONCLUSÃO	33
6.	REFERÊNCIAS.....	34

1. INTRODUÇÃO

O uso de reabilitações cerâmicas na odontologia está em ritmo acelerado, sendo onlays, coroas, facetas/lentes dentais e estruturas cerâmicas em próteses fixas sobre dentes e implantes as suas maiores indicações (PIEGER; SALMAN; BIDRA, 2014). As reabilitações dentárias indiretas consistem na confecção em laboratório de uma estrutura em cerâmica que se assemelha à estrutura dental, compensando possíveis desgastes, perda de estrutura por lesões cariosas/fraturas ou queixas estéticas relatadas pelo paciente.

As cerâmicas odontológicas podem ser classificadas quanto à composição em: cerâmicas vítreas (feldspática, leucita e reforçada por dissilicato de lítio) e cerâmicas policristalinas (zircônia, por exemplo) (RAPOSO *et al.*, 2014). Entre as cerâmicas vítreas, a cerâmica vítrea reforçada por dissilicato de lítio tem se destacado em reabilitações individuais devido à sua relativa facilidade na confecção e as características ópticas, também como resistência mecânica após a cimentação adesiva (ADDISON; MARQUIS; FLEMING, 2008), radiopacidade, translucidez, fluorescência, capacidade de mimetizar a complexa estrutura dental (HÖLAND *et al.*, 2000, COLLARES *et al.*, 2016, PIEGER; SALMAN; BIDRA, 2014).

Para que o sucesso do caso seja obtido a longo prazo, a adesão entre as diferentes estruturas que compõe a reabilitação deve ocorrer corretamente, sendo estas: o elemento dental (esmalte e dentina), o cimento resinoso e a face interna da restauração em cerâmica (DE MUNCK *et al.*, 2005). O processo de condicionamento com ácido fosfórico na superfície do esmalte e dentina é um tema amplamente estudado; já as variáveis no condicionamento de superfície das próteses em dissilicato de lítio ainda deixam muitas dúvidas sobre suas individualidades, por

exemplo: diferentes marcas comerciais com a mesma concentração e com diversificados preços comerciais apresentam a mesma eficácia no condicionamento das cerâmicas?

O ácido fluorídrico é o agente que altera a topografia da superfície da cerâmica vítrea reforçada por dissilicato de lítio (HORN, 1983, SIMONSEN; CALAMIA, 1983). A sua ação se dá por meio da dissolução da fase vítrea e exposição dos cristais de dissilicato de lítio, aumentando a rugosidade da superfície da cerâmica e conseqüentemente cria uma ligação micro-mecânica entre a cerâmica e o cimento resinoso (TIAN *et al.*, 2014, SUNICO-SEGARRA; SEGARRA, 2015; SUNDFELD NETO *et al.*, 2015; PUPPIN-RONTANI *et al.*, 2017). A toxicidade do ácido fluorídrico aos seres vivos, principalmente quando utilizado na cavidade oral, ou em contato com os olhos ou pele é conhecida (OZCAN; ALLAHBEICKARAGHI; DÜNDAR, 2012). No mercado odontológico brasileiro, encontra-se disponível para compra ácidos fluorídricos com concentrações entre 5% e 10% de diferentes fabricantes. Em seguida aplica-se o silano, um agente de união que promove a interação química entre a cerâmica vítrea e o cimento resinoso, diminuindo o ângulo de contato e aumentando a molhabilidade da superfície cerâmica (MENG *et al.*, 2011). Apesar que alguns profissionais aplicam uma camada de adesivo na superfície da cerâmica após a aplicação do silano, a literatura atual oferece pouca informação acerca do processo de cimentação com o uso de adesivo. É possível que o uso de adesivo irá aumentar a resistência de união e adaptação dos substratos na interface cerâmica e cimento resinoso, assim como observado em outro estudo (NAVES *et al.*, 2010).

Estudos avaliaram as diferentes concentrações do ácido fluorídrico (SUNDFELD *et al.*, 2015, PUPPIN-RONTANI *et al.*, 2017, SUNDFELD *et al.*, 2016, SUNDFELD *et al.*, 2016, OZCAN *et al.*, 2012), mas não avaliaram as diferentes marcas comerciais na mesma concentração. Portanto, o objetivo deste estudo é avaliar a eficácia na resistência de união obtida utilizando diferentes marcas comerciais de ácido fluorídrico (FGM, Ivoclar Vivadent, Maquira, Denstply, Ultradent, BM4, Lysanda e Potenza) e em diferentes concentrações (5% e 10%), com e sem o uso de adesivo dentário. Para o estudo, utilizamos o teste de resistência de união pelo microcisalhamento entre cerâmica vítrea reforçada por dissilicato de lítio e cimento resinoso, também como análise da topografia da cerâmica condicionada por meio de microscopia eletrônica de varredura.

MATERIAIS E MÉTODOS

Blocos Cerâmicos

Duzentos e setenta e três (273) discos cerâmicos (10 mm diâmetro x 3 mm espessura) de uma cerâmica vítrea reforçada por dissilicato de lítio (IPS e.max Press, cor LT A2; Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein – EMX) foram fabricados de acordo com as recomendações do fabricante. Padrões de cera foram feitos e ligados à base formadora de cadinho por meio de um sprue e revestidas com materiais a base de revestimento aglutinado por fosfato (IPS PressVest Speed, Ivoclar Vivadent), sendo a cera eliminada em um forno automático (Vulcan A-550, Degussa-Ney, Yucaipa, CA, USA) em 850 graus Celsius durante uma hora. Pastilhas de EMX foram injetadas no molde de revestimento em um forno automático (EP 600, Ivoclar Vivadent). Depois de resfriar, os espécimes foram removidos do revestimento por meio de jateamento com partículas de óxido de alumínio de 100 µm e

embebidos com resina acrílica em tubos de PVC com um diâmetro e altura de 20 mm, sendo submetidas ao polimento na presença de água com lixas d'água com granulação de 150 e 600 (3M ESPE, St. Paul, MN, EUA) para obtermos uma superfície plana e padronizada.

Tratamento de superfície das cerâmicas

Os discos de EMX foram aleatoriamente distribuídos em 13 grupos (n=20) de acordo com a concentração e marca comercial do ácido fluorídrico (5% e 10%) (Figuras 1 e 2).

Figura 1: A - BM4 5%; B - BM4 10%; C - Fgm 5%; D - Fgm 10%; E- Ponteza 5%; F - Potenza 10%; G - Lyzanda 10%;

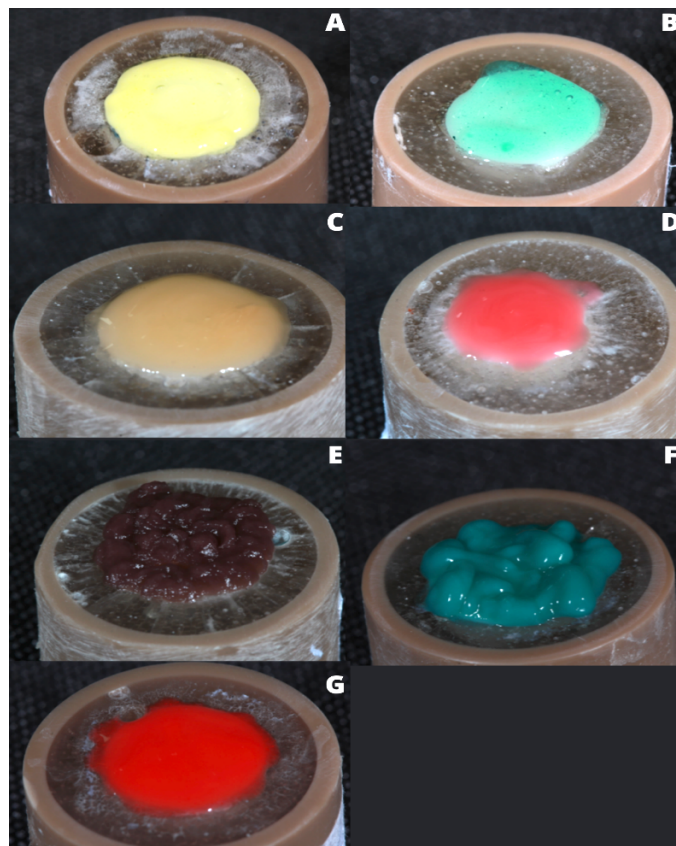
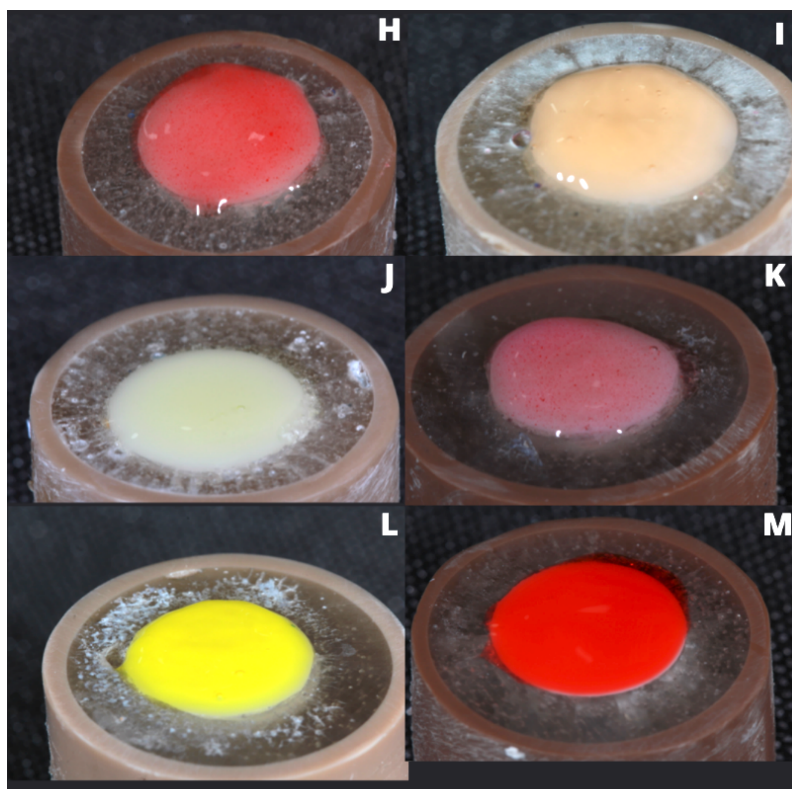


Figura 2: H - Lyzanda 5%; I - Dentsply 10%; J - Maquira 5%; K - Maquira 10%;

L - Ultradent 9.8%; M - Ivoclar 4.8%



Para qualquer marca comercial e concentração de ácido fluorídrico, a superfície dos discos de EMX foram condicionados durante 20 segundos e, após este passo, foram enxaguadas com spray de ar e água durante 20 segundos e secas completamente com jato de ar durante 20 segundos. Em seguida, um agente de união químico (Monobond-N; Ivoclar Vivadent) foi esfregado na superfície de todas as amostras com um pincel descartável (microbrush) durante 15 segundos e deixado reagir durante 1 minuto para, logo após, serem volatilizados durante 20 segundos com jato de ar. Em seguida, uma nova distribuição aleatória foi realizada de acordo com a aplicação, ou não, do adesivo hidrófobo após aplicação do silano

(n=10). Assim, para os grupos que receberam a aplicação do adesivo, aplicou-se uma fina camada de adesivo hidrófobo (Scotchbond MP; 3M Oral Care, St. Paul, MN, EUA), sendo polimerizado durante 10 segundos utilizando uma fonte de luz LED (Valo Cordless, Ultradent Inc, South Jordan, UT, USA) com uma irradiância de 1,000 mW/cm².

Teste da resistência de união pelo microcisalhamento

Sondas de aspiração traqueal (P.V.C atóxico siliconizado, Embramed, Sp, Brasil) foram seccionadas de forma padronizada e posicionadas sobre a superfície do EMX, permitindo, assim, a delimitação da área de adesão. Os tubos foram preenchidos com cimento resinoso fotoativado (Variolink II Esthetic, cor Light; Ivoclar Vivadent), sendo fotoativado durante 40 segundos usando uma luz de LED (Valo Cordless, Ultradent) com uma irradiância de 1,000 mW/cm². Os espécimes foram armazenados em água deionizada à 37 °C durante 24 horas. Três cilindros foram feitos em cada disco de EMX, sendo 30 cilindros testados para cada grupo.

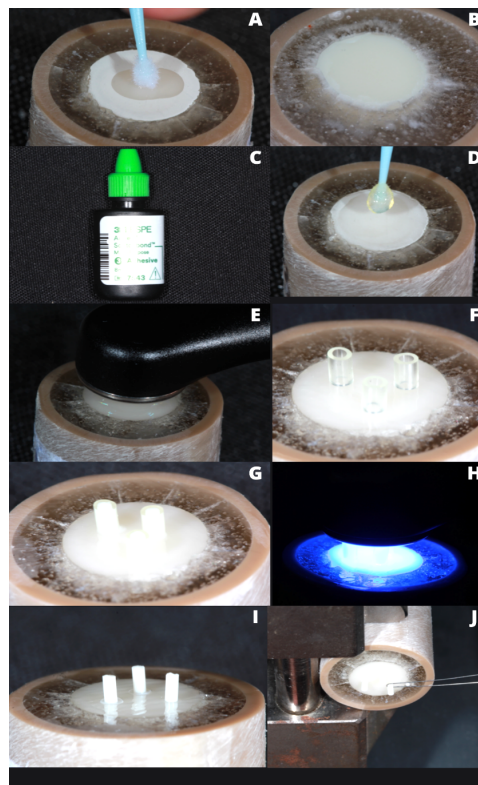
Após armazenamento, os tubos de silicone foram removidos cuidadosamente e todos os cilindros foram analisados por meio do método visual e os que possuíam irregularidades e/ou defeitos na interface de união foram eliminados e suas amostras foram refeitas. Para o teste de resistência de união pelo microcisalhamento, um fio ortodôntico (0,2 mm de diâmetro), foi posicionado na interface de união entre o cilindro de cimento resinoso e a superfície da cerâmica (Figura 3). O teste de união foi conduzido em uma máquina de ensaio mecânico universal (EMIC 600, São José dos Pinhais, PR, Brasil), utilizando a velocidade vertical de 1 mm/min até a falha da união. Após a ruptura, os padrões de fratura foram classificadas como: adesiva

(modo 1), coesiva na cerâmica (modo 2); coesiva no cimento resinoso (modo 3); e mista, envolvendo cimento resinoso, cerâmica e interface adesiva.

Figura 3: A - Superfície sendo silanizada; B - Superfície após aplicação de silano; C - Adesivo Scotchbond 3M; D - Adesivo 3m aplicado sobre a superfície cerâmica; E - Prévvia a foto ativação com VALO; F - Tubos plásticos posicionados prontos a receber o cimento resinoso; G - Tubos preenchidos com cimento resinoso; H - Foto ativação do conjunto tubo e cimento resinoso; I - Amostra finalizada; J - Amostra sendo submetida a microcisalhamento.

Análise estatística

Os valores do teste de resistência de união pelo microcisalhamento foram obtidos em quilograma/força (KgF) e transformados em MegaPascal (MPa). Para cada grupo, dez amostras de EMX foram testadas, sendo que o valor médio dos três



cilindros foi configurado como a força de união para cada espécime. Os dados foram submetidos à ANOVA 1-fator (concentração 5% x concentração 10%) e ANOVA 1-fator em cada concentração para avaliar o desempenho de cada marca comercial. ANOVA-2 fatores também foi aplicado dentro de cada marca comercial, avaliando o efeito do % do ácido fluorídrico e a presença, ou não, do adesivo na interface de união ($\alpha=0.05$).

Análise no Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV)

Para avaliar as características da superfície condicionada ($n=1$), 13 amostras com formato quadrado (8 mm x 3 mm x 3 mm de espessura) de EMX foram feitas, submetidos ao condicionamento com ácido fluorídrico de cada grupo, e revestidos com ouro (ers-SCD 050, Balzers Union, Aktiengesellschaft, Furstetun, Liechtenstein) durante 180 segundos em 40 mA. Em seguida, os espécimes foram posicionados em stubs de cobre e examinados no MEV operado a 20 Kv por um único operador. As amostras foram examinadas sobre a magnificação variando entre 8,000 x até 10,000 x.

2. RESULTADOS

Houve diferença estatística entre as marcas comerciais de ácido fluorídrico na concentração de 5%, com e sem a presença do adesivo ($p < 0,05$) (Tabela 1). Quando o adesivo não foi aplicado, as marcas comerciais Maquira, Lysanda e IPS Etching gel apresentaram, estatisticamente, maiores valores de resistência de união em comparação às marcas FGM, BM4 e Potenza ($p < 0,05$). Quando o adesivo foi aplicado, a marca BM4 apresentou o menor valor de resistência de união ($p < 0,05$), sendo estatisticamente semelhante às marcas comerciais FGM e Lysanda ($p > 0,05$) (Tabela 1). A aplicação do adesivo foi estatisticamente positiva para as marcas BM4 e Potenza ($p < 0,05$) (Tabela 1).

Tabela 1. Comparação das diferentes marcas de 5%, sem e com adesivo

MARCAS COMERCIAIS ÁCIDO FLUORÍDRICO	APLICAÇÃO DO ADESIVO		Valor de P teste t independente (linha)
	NÃO Media (MPa \pm DP)	SIM Media (MPa \pm DP)	
FGM 5%	33,8 (\pm 6,8) A	39 (\pm 5,1) AB	0.072
BM4 5%	30,5 (\pm 5,2) A	35,6 (\pm 5,5) B	0.049*
Potenza 5%	33,3 (\pm 4,6) A	42,6 (\pm 3,7) A	0.000*
Maquira 5%	41,2 (\pm 6,1) B	42,6 (\pm 4,7) A	0.593
Lysanda 5%	41,7 (\pm 7,6) B	40,2 (\pm 5,1) AB	0.604

MARCAS COMERCIAIS ÁCIDO FLUORÍDRICO	APLICAÇÃO DO ADESIVO		Valor de P teste t independente (linha)
	NÃO Media (MPa ± DP)	SIM Media (MPa ± DP)	
IPS Etching 4,8%	44,1 (± 5,9) B	45,1 (± 4,9) A	0.694
Valor de P ANOVA (coluna)	0.000*	0.001*	

* Estatisticamente significativa para $p < 0,05$

Letras diferentes na mesma coluna indicam a presença de diferença estatisticamente significativa entre os grupos (de cada coluna), indicado pelo teste de Tukey.

Especificamente para a concentração de 10%, houve diferença estatística entre as marcas comerciais, com e sem a presença do adesivo ($p < 0,05$) (Tabela 2). Quando o adesivo não foi aplicado, as marcas comerciais FGM, Potenza, Maquira e Dentsply apresentaram, estatisticamente, maiores valores de resistência de união em comparação às marcas Ultradent, BM4 e Lysanda ($p < 0,05$). Quando o adesivo foi aplicado, a marca Ultradent apresentou o maior valor de resistência de união ($p < 0,05$), sendo estatisticamente semelhante às marcas comerciais FGM, Potenza, Maquira, Dentsply e Lysanda ($p > 0,05$) (Tabela 2). A aplicação do adesivo foi estatisticamente positiva para a marca Ultradent ($p < 0,05$), sendo que prejudicou o valor de resistência de união para a marca Maquira ($p < 0,05$) (Tabela 2).

Tabela 2 - Comparação das diferentes marcas de 10%, sem e com adesivo

MARCAS COMERCIAIS ÁCIDO FLUORÍDRICO	APLICAÇÃO DO ADESIVO		Valor de P teste t independente (linha)
	NÃO Média (MPa ± DP)	SIM Média (MPa ± DP)	
Ultradent 9,6%	39,8 (± 4,3) A	48,9 (± 4,1) A	0.000*
FGM 10%	46,6 (± 5,5) B	44,8 (± 4,1) AB	0.408
BM4 10%	38,8 (± 5,4) A	41,5 (± 5,4) B	0.276
Potenza 10%	46,7 (± 5,1) B	46,4 (± 7,1) AB	0.925
Maquira 10%	47,5 (± 2,5) B	42,7 (± 5,3) AB	0.018*
Dentsply 10%	46,0 (± 4,1) B	43,3 (± 6,5) AB	0.275
Lysanda 10%	40,3 (± 7,2) A	42,7 (± 3,7) AB	0.352
P valor ANOVA (coluna)	0.000*	0.042*	

* Estatisticamente significativa para $p < 0,05$

Letras diferentes na mesma coluna indicam a presença de diferença estatisticamente significativa entre os grupos (de cada coluna), indicado pelo teste de Tukey.

A tabela 3 compara as diferentes concentrações de ácido fluorídrico e a influência do adesivo na mesma fabricante do ácido fluorídrico. Para a marca FGM, a concentração de 10% demonstrou melhor desempenho na resistência de união em comparação à 5%, com e sem a aplicação do adesivo ($p < 0,05$). Para BM4, a concentração de 5% sem a aplicação do adesivo demonstrou o menor valor de resistência de união, sendo que a concentração de 10% com a aplicação do adesivo resultou no maior valor ($p < 0,05$). Para Potenza, a concentração de 10% apresentou melhor desempenho de união em comparação à 5% quando o adesivo não foi aplicado; no entanto, não houve diferença estatística entre as duas concentrações quando o adesivo foi aplicado. Para Maquira, a concentração de 10% sem a aplicação do adesivo apresentou o maior valor de resistência de união ($p < 0,05$). Para Lysanda, não houve diferença estatística entre as diferentes concentrações e, também, como não houve influência da aplicação do adesivo nos valores de resistência de união ($p > 0,05$).

Tabela 3 - Comparação entre 5% e 10% da mesma marca comercial, sem e com adesivo

MARCAS COMERCIAIS ÁCIDO FLUORÍDRICO	APLICAÇÃO DO ADESIVO				p
	NÃO		SIM		
	5%	10%	5%	10%	
FGM	33,8 (± 6,8) A	46,6 (± 5,5) B	39,0 (± 5,1) A	44,8 (± 4,1) B	0.000*
BM4	30,5 (± 5,2) A	38,8 (± 5,4) BC	35,6 (± 5,5) AB	41,5 (± 5,4) C	0.000*

MARCAS COMERCIAIS ÁCIDO FLUORÍDRICO	APLICAÇÃO DO ADESIVO				p
	NÃO		SIM		
	5%	10%	5%	10%	
POTENZA	33,3 (± 4,6) A	46,7 (± 5,2) B	42,6 (± 3,7) B	46,5 (± 7,1) B	0.000*
MAQUIRA	41,2 (± 6,1) A	47,6 (± 2,5) B	42,6 (± 4,7) A	42,7 (± 5,3) A	0.033*
LYSANDA	41,7 (± 7,6)	40,3 (± 7,2)	40,2 (± 5,1)	42,7 (± 3,7)	0.756

*Estatisticamente significativa para $p < 0.05$

Letras diferentes na mesma linha indicam a presença de diferença estatisticamente significativa entre os grupos, indicado pelo teste de Tukey.

Tabela 4- Composição dos materiais utilizados na pesquisa

Material	Nome comercial	Fabricante	Composição química
Cerâmica de dissilicato de lítio	IPS e.max Press	Ivoclar Vivadent; Schaan, Liechtenstein	SiO ₂ , Li ₂ O, K ₂ O, MgO, Al ₂ O ₃ , P ₂ O ₅ e outros óxidos*
Silano	Monobond-N	Ivoclar Vivadent; Schaan, Liechtenstein	Ethanol, 3- trimethoxypropyl methacrylate, tetrabutylammonium dihydrogen trifluoride, methacrylate phosphoric acid ester**
Adesivo	Scotchbond	3M	Bisfenol A diglicidil éter dimetacrilato (BisGMA); 2-hidroxietil metacrilato (HEMA)

Material	Nome comercial	Fabricante	Composição química
Cimento resinoso	Variolink Esthetic LC	Ivoclar Vivadent; Schaan, Liechtenstein	Variolink Esthetic is composed of urethane dimethacrylate and further methacrylate monomers. The inorganic fillers are ytterbium trifluoride and spheroid mixed oxide. Initiators, stabilizers and pigments are additional ingredients.
Ácido fluorídrico 1	IPS Ceramic Etching Gel	Ivoclar Vivadent; Schaan, Liechtenstein	5% hydrofluoric acid*
Ácido fluorídrico 2	FGM 10%	FGM	Ácido Fluorídrico a 4, 5 ou 10%, água, espessante, tensoativo e corante.
Ácido fluorídrico 3	FGM 5%	FGM	Ácido Fluorídrico a 4, 5 ou 10%, água, espessante, tensoativo e corante.
Ácido fluorídrico 4	Dentsply 10%	Dentsply	Ácido Fluorídrico 10%, Água, espessante e colorante.
Ácido fluorídrico 5	Lyzanda 10%	Lyzanda	água destilada, carbômero, ácido fluorídrico 10% e pigmento (bula)
Ácido fluorídrico 6	Lyzanda 5%	Lyzanda	água destilada, carbômero, ácido fluorídrico 5% e pigmento (bula)
Ácido fluorídrico 7	BM4 10%	BM4	Ácido Fluorídrico 10%, Água, espessante e colorante.
Ácido fluorídrico 8	BM4 5%	BM4	Ácido Fluorídrico 5%, Água, espessante e colorante.
Ácido fluorídrico 9	Potenza 10%	Potenza	Ácido Fluorídrico 10%, Água deionizada, espessante e colorante.
Ácido fluorídrico 10	Potenza 5%	Potenza	Ácido Fluorídrico 5%, Água deionizada, espessante e colorante.
Ácido fluorídrico 11	Maquira 10%	Maquira	Ácido Fluorídrico 10%, Água, espessante, colorante e água purificada

Material	Nome comercial	Fabricante	Composição química
Ácido fluorídrico 12	Maquira 5%	Maquira	Ácido Fluorídrico 5%, Água, espesante, colorante e água purificada
Ácido fluorídrico 13	Ultradent 9,8%	Ultradent	Ácido Hidro-fluorídrico a 9% Tamponado

Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV)

As imagens resultantes da análise pela microscopia eletrônica de varredura estão representadas nas figuras 4 (ácido fluorídrico 5%) e 5 (ácido fluorídrico 10%). Foi possível observar um padrão de condicionamento superficial do EMX semelhante entre as diferentes marcas comerciais de ácido fluorídrico 5%; o mesmo foi observado para a concentração de 10%. No entanto, verificou-se um condicionamento superficial mais evidente para a concentração de 10%, com maior remoção de matriz vítrea e consequente exposição de cristais de dissilicato de lítio.

Figura 4 - A (FGM 5%); B (Potenza 5%); C (BM4 5%); D (Lyzanda 5%); E (Maquira 5%); F (IPS Etching Gel 4,8%, Ivoclar Vivadent).

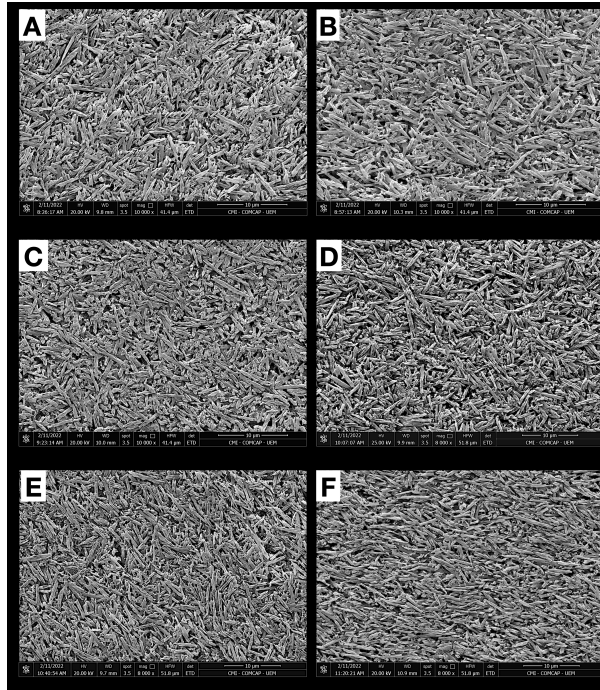
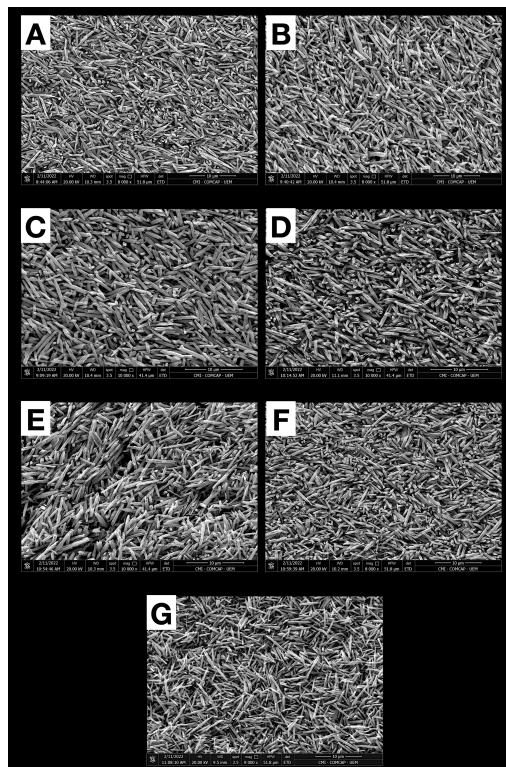


Figura 5 - A (FGM 10%); B (Potenza 10%); C (BM4 10%); D (Lyzanda 10%); E (Maquira 10%); F (Porcelain Etch 9,8%, Ultradent); G (Dentsply 10%).



DISCUSSÃO

O presente estudo avaliou se diferentes marcas comerciais de ácido fluorídrico teriam valores diferentes na resistência de união entre a cerâmica vítrea reforçada por dissilicato e o cimento resinoso, assim como variando as concentrações de 5% e 10% influenciariam no resultado e se o uso de adesivo influencia no mesmo critério. Observou-se que existe sim diferença estatística na resistência de união proporcionada por diferentes marcas comerciais de ácido fluorídrico, assim como a variação da concentração e o uso de adesivo influenciaram nos resultados.

O ácido fluorídrico é obtido pela reação química entre fluoreto de cálcio e ácido sulfúrico:



Quando aplicado na cerâmica vítrea, o ácido fluorídrico ataca a união entre a sílica e o oxigênio (KNOTTER, 2000), baseado na afinidade do fluoreto com a sílica que é superior à do oxigênio (OZCAN; ALLAHBEICKARAGHI; DÜNDAR, 2012) e conseqüentemente é capaz de remover de forma seletivamente a matriz de vidro do dissilicato (Silica = SiO₂)



A partir da reação química citada, ocorre a exposição de cristais de dissilicato de lítio que serão os futuros sítios de união micro-mecânica aos cimentos resinosos (SUNDFELD *et al.*, 2015, SUNDFELD *et al.*, 2016, SUNDFELD *et al.*, 2016). Portanto, o condicionamento com ácido fluorídrico aumenta a área de superfície e melhora a qualidade de cimentação (CANAY; HERESY; ERTAN, 2001, SPOHR *et*

al., 2003, GÜLER *et al.*, 2005) promovendo melhor contato entre a superfície do EMX e o cimento resinoso (KUKIATTRAKOON; THAMMASITBOON, 2007, PANAHA; REZAI; AHMADIAN, 2008).

Neste estudo, confirmou-se a diferença estatística na resistência de união por meio da variação de concentrações de ácido fluorídrico da mesma marca sobre a superfície do dissilicato. Os resultados mostraram valores menores de resistência de união quando utilizados ácidos fluorídricos em concentrações de 5% comparados aos ácidos na concentração de 10%, com a exceção da marca Lyzanda, que não demonstrou diferença estatística entre as diferentes concentrações. Isso é provavelmente explicado pela presença inferior de microporosidades nas cerâmicas, proporcionadas pelos ácidos de concentrações menores, promovendo redução do contato entre a superfície da cerâmica e o cimento resinoso, resultando em um menor coeficiente de união, já que a resistência de união é diretamente influenciada pela rugosidade da superfície da cerâmica (KUKIATTRAKOON; THAMMASITBOON, 2007). Estes resultados estão de acordo com estudos passados, que relatavam maior força de união ao microcislamento nos ácidos fluorídricos em maiores concentrações (SUNDFELD *et al.*, 2015; SUNDFELD *et al.*, 2016; MOURA *et al.*, 2002; PROCHNOW *et al.*, 2018).

A eficácia do ácido fluorídrico depende da concentração, tempo de condicionamento, temperatura e dissolução da solução ácida (SUNDFELD *et al.*, 2015, GUARDA *et al.*, 2013, TIAN *et al.*, 2014, SUNDFELD *et al.*, 2016, NAVES *et al.*, 2010). A concentração esta diretamente relacionada à eficácia do ácido fluorídrico em remover a matriz de vidro do dissilicato de lítio, ou seja, quanto maior a concentração inicial, maior a concentração de ácido fluorídrico ionizado disponível para reagir com a matriz de vidro. (VENTURINI *et al.*, 2015).

Quando comparamos os ácidos de diferentes marcas comerciais na mesma concentração de 5% obtemos resultados diferentes estatisticamente. O motivo pode estar na composição química no momento da fabricação dos mesmos, sendo utilizados diferentes espessantes e soluções aquosas, podendo haver uma mudança de pH da solução em que o ácido fluorídrico se encontra, o que pode interferir na capacidade do ácido em remover a matriz de vidro do dissilicato de lítio (KNOTTER, 2000). Quando ácidos fluorídricos de diferentes marcas comerciais foram submetidos a análise de concentração, foi observado que existe uma diferença estatística significativa na concentração exibida no frasco pelo fabricante . O tipo de espessante utilizado pode interferir no potencial de ação do ácido fluorídrico, já que algumas das marcas utilizadas possuíam consistências muito diferentes, o que pode interferir na tensão superficial do ácido e a superfície do dissilicato de lítio, assim, conseqüentemente, no resultado condicionamento superficial.

As análises no microscópio eletrônico de varredura (MEV) nos apresentam imagens das cerâmicas de dissilicato de lítio após a aplicação de ácido fluorídrico por 20 segundos. As imagens nos mostram como os ácidos na concentração de 10% foram eficazes na remoção da matriz de vidro e exposição dos cristais de dissilicato de lítio, enquanto os ácidos na concentração de 5% tiveram uma efetividade menor (Figuras 4 e 5).

O uso de adesivo aumentou a resistência de união entre o cimento resinoso e o EMX, sendo que em apenas dois grupos os resultados foram diferentes. Para Lyzanda, não houve aumento da resistência de união significativa na aplicação de adesivo e, para Maquira, na concentração de 10%, em que houve uma redução na força de união com o uso do adesivo. A aplicação de adesivo pós-silanização

funciona como um agente intermediário que facilita a penetração dos monômeros da resina e cimento resinoso nas irregularidades formadas pelo condicionamento ácido prévio, o que resulta no aumento da união micro-mecânica (D'ARCANGELO; VANINI, 2007) e no aumento da força de união de cimentação (PAPACCHINI *et al.*, 2008). Também, promove uma interface de união mais homogênea (SUNDFELD *et al.*, 2015), o que contribuirá para a longevidade clínica das restaurações em cerâmica. Alguns artigos relatam que o uso de adesivo não interferiu na força de união entre a cerâmica vítrea e cimento resinoso (Lima RBW *et al.*, 2022).

A variedade de marcas disponíveis no mercado pode deixar o profissional confuso com relação ao material de seleção ideal na prática clínica. O objetivo do estudo é mostrar ao profissional que a mesma concentração em diferentes marcas comerciais possuem resultados de resistência de união diferentes. Outras variáveis poderiam ser discutidas, como o aumento do tempo de condicionamento ou alterações na temperatura da cerâmica e ácido fluorídrico, sendo necessário mais estudos para indicação da técnica e produto ideal para a cimentação.

CONCLUSÃO

Conclui-se que os ácidos fluorídricos de maior concentração proporcionam superiores resultados de resistência de união em relação aos de menor concentração. As diferentes marcas comerciais, que a princípio deveriam apresentar semelhante eficácia condicionante, mostraram diferentes resultados na resistência de união nas mesmas concentrações. Sendo assim, o profissional deverá escolher criteriosamente o produto a se trabalhar na prática clínica. No geral, o uso do adesivo aumenta a resistência de união entre a cerâmica vítrea reforçada por dissilicato de lítio e cimento resinoso, sendo recomendado a sua aplicação após silanilização.

REFERÊNCIAS

- ADDISON, O.; MARQUIS, P. M.; FLEMING, G. J. Quantifying the strength of a resin-coated dental ceramic. **J Dent Res**, v. 87, n. 6, p. 542-7, 2008.
- AKGUNGOR, G.; AKKAYAN, B.; GAUCHER, H. Influence of ceramic thickness and polymerization mode of a resin luting agent on early bond strength and durability with a lithium disilicate-based ceramic system. **J Prosthet Dent**, v. 94, p. 234–41, 2005
- CANAY, S.; HERESY, N.; ERTAN, A. Effect of different acid treatments on a porcelain surface. **Journal of Oral Rehabilitation**, v. 28, n. 1, p. 95-101, 2005.
- CEKIC-NAGAS, I.; CANAY, S.; SAHIN, E. Bonding of resin core materials to lithium disilicate ceramics: the effect of resin cement film thickness. **Int J Prosthodont**, v. 23, p. 469–71, 2010.
- COLLARES, K. *et al.* A practice-based research network on the survival of ceramic inlay/onlay restorations. **Dent mater**, v. 32, n. 5, p. 687-94, 2016.
- D'ARCANGELO, C.; VANINI, L. Effect of three surface treatments on the adhesive properties of indirect composite restorations. **J Adhes Dent**, v. 9, n. 3, p. 319-26, 2007.
- DE CASTRO, H. L.; PASSOS, S. P.; ZOGHEIB, L. V.; BONA, A. D. Effect of cement shade and light-curing unit on bond strength of a ceramic cemented to dentin. **J Adhes Dent**, v. 14, p. 155–60, 2012.
- DE MUNCK, J. *et al.* A critical review of the durability of adhesion to tooth tissue: methods and results. **J Dent Res**, v. 84, n. 2, p. 118-32, 2005.
- DEJAK, B.; MLOTKOWAKI, A. A comparison of stresses in molar teeth restored with inlays and direct restorations, including polymerization shrinkage of composite resin and tooth loading during mastication. **Dent Mater**, v. 31, n. 3, e77-e87, 2015.
- GU, X. H.; KERN, M. Marginal discrepancies and leakage of all-ceramic crowns: influence of luting agents and aging conditions. **Int J Prosthodont**, v. 16, p. 109–16, 2003.
- GUARDA, G. B. *et al.* Effects of surface treatments, thermocycling, and cyclic loading on the bond strength of a resin cement bonded to a lithium disilicate glass ceramic. **Operative Dentistry**, v. 38, n. 2, p. 208-217, 2013.
- GÜLER, A. U.; YILMAZ, F.; URAL, C.; GÜLER, E. Evaluation of 24-hour shear bond strength of resin composite to porcelain according to surface treatment. **Int J Prosthodont**, v. 18, n. 2, p. 156-60, 2005.
- HÖLAND, W.; SCHWEIGER, M.; FRANK, M.; RHEINBERGER, V. A comparison of the microstructure and properties of the IPS Empress 2 and the IPS Empress glass-ceramics. **Journal of Biomedical Materials Research**, v. 53, n. 4, p. 297-303, 2000.

HORN, H. R. Porcelain laminate veneers bonded to etched enamel. *Dent Clin North Am*, v. 27, p. 671–84, 1983.

KERN, M. Resin bonding to oxide ceramics for dental restorations. *J Adhes Sci Technol*, v. 23, p. 1097–111, 2009.

KNOTTER, D. M. Etching Mechanism of Vitreous Silicon Dioxide in HF-Based Solutions. *Journal of the American Chemical Society*, v. 122, n. 18, p. 4345–4351, 2000.

KÜHNEN, Nicole Hübbe et al. Avaliação do pH e concentração de ácido fluorídrico condicionador de cerâmica utilizado em Odontologia. DEPARTAMENTO DE ODONTOLOGIA, 2016. Tese de Doutorado. Universidade Federal de Santa Catarina.

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

Lima RBW, Muniz IAF, Campos DES, Murillo-Gómez F, Andrade AKM, Duarte RM, de Souza GM. Effect of universal adhesives and self-etch ceramic primers on bond strength to glass ceramics: A systematic review and meta-analysis of in vitro studies. *J Prosthet Dent*. 2022

MATINLINNA, J. P.; LUNG, C. Y. K.; TSOI, J. K. H. Silane adhesion mechanism in dental applications and surface treatments: A review. *Dent Mater*, v. 34, n. 1, p. 13-28, 2018.

MATINLINNA, J. P.; VALLITTU, P. K. Silane based concepts on bonding resin composite to metals. *J Contemp Dent Pract*, v. 1, n. 8, (2), p. 1-8, 2007.

MENG, X.; YOSHIDA, K.; TAIRA, Y.; KAMADA, K.; LUO, X. Effect of siloxane quantity and ph of silane coupling agents and contact angle of resin bonding agent on bond durability of resin cements to machinable ceramic. *J Adhes Dent*, v. 13, p. 71–8, 2011.

MIOTTI, L. L. *et al.* Is Conventional Resin Cement Adhesive Performance to Dentin Better Than Self-adhesive? A Systematic Review and Meta-Analysis of Laboratory Studies. *Oper Dent*, v. 1, n. 45, (5), p. 484-495, 2020.

MOURA, D.M.D., et al. Hydrofluoric acid concentration, time and use of phosphoric acid on the bond strength of feldspathic ceramics. *Brazilian Oral Research*, v. 34, n. 18, 2020.

NAVES, L. Z. *et al.* Surface/ Interface Morphology and Bond Strength to Glass Ceramic Etched for Different Periods *Operative Dentistry*, v. 35, n. 4, p. 420-427, 2010.

OZCAN, M.; ALLAHBEICKARAGHI, A.; DÜNDAR, M. Possible hazardous effects of hydrofluoric acid and recommendations for treatment approach: a review. **Clin Oral Investig**, v. 16, n. 1, p. 15-23, 2012.

PANAH, F. G.; REZAI, S. M.; AHMADIAN, L. The influence of ceramic surface treatments on the micro-shear bond strength of composite resin to IPS Empress 2. **J Prosthodont**, v. 17, n. 5, p. 409-14, 2008.

PAPACCHINI, F. *et al.* Flowable composites as intermediate agents without adhesive application in resin composite repair. **American Journal of Dentistry**, v. 21, n. 1, p. 53-58, 2008.

PAUL, S. J.; PLISKA, P.; PIETROBON, N.; SCHARER, P. Light transmission of composite luting resins. **Int J Periodontics Restorative Dent**, v. 16, p. 164–73, 1996.

PIEGER, S.; SALMAN, A.; BIDRA, A. S. Clinical outcomes of lithium disilicate single crowns and partial fixed dental prostheses: a systematic review. **J Prosthet Dent**, v.112, n. 1, p. 22-30, 2014.

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

PUPPIN-RONTANI, J. *et al.* Effect of Hydrofluoric Acid Concentration and Etching Time on Bond Strength to Lithium Disilicate Glass Ceramic. **Oper Dent**, v. 42, n. 6, p. 606-615, 2017.

RAPOSO, L. H. A. *et al.* Restaurações totalmente cerâmicas: características, aplicações clínicas e longevidade. **Pro-odonto prótese e dentística**, v. 2, p. 1-66, 2014.

SIMONSEN, R. J.; CALAMIA, J. R. Tensile bond strength of etched porcelain. **J Dent Res**, v. 62, p. 297, 1983.

SPOHR, A. M.; SOBRINHO, L. C.; CONSANI, S.; SINHORETI, M. A.; KNOWLES, J. C. Influence of surface conditions and silane agent on the bond of resin to IPS Empress 2 ceramic. **Int J Prosthodont**, v. 16, n. 3, p. 277-282, 2003.

SUNDFELD, D. *et al.* Heat treatment-improved bond strength of resin cement to lithium disilicate dental glass-ceramic. **Ceram Int**, v. 42, n. 8, p. 10071-8, 2016.

SUNDFELD, D. *et al.* The Effect of Hydrofluoric Acid Concentration and Heat on the Bonding to Lithium Disilicate Glass Ceramic. **Braz Dent J**, v.27, n. 6, p. 727-33, 2016.

SUNDFELD NETO, D. *et al.* The effect os hydrofluoric Acid Concentration on the Bond Strength and Morphology of the Surface and Interface of Glass Ceramics to a Resin Cement. **Operative Dentistry**, v. 40, n. 5, p. 470-479, 2015.

SUNICO-SEGARRA, M.; SEGARRA, A. Resin cements: factors affecting clinical performance. In *A Practical Clinical Guide to Resin Cements* (pp. 9-22). Springer, Berlin, Heidelberg. (2015).

TIAN, T.; TSOI, J. K.; MATINLINNA, J. P.; BURROW, M. F. Aspects of bonding between resin luting cements and glass ceramic materials. **Dent Mater**, v. 30, n. 7, e147-62, 2014

UCTASLI, S.; HASANREISOGLU, U.; WILSON, H. J. The attenuation of radiation by porcelain and its effect on polymerization of resin cements. **J Oral Rehabil**, v. 21, p. 565–75, 1994.

VENTURINI, A. B.; PROCHNOW, C.; RAMBO, D.; GUNDEL, A.; VALANDRO, L. F. Effect of hydrofluoric acid concentration on resin adhesion to a feldspathic ceramic. **J Adhes Dent**, v. 17, n. 4, p. 313-20, 2015.

WITZEL, M. F.; BRAGA, R. R.; SINGER, J. M.; AZEVEDO, C. L. Bond strength between polymer resin-based cement and porcelain–dentin surfaces: influence of polymerization mode and early cyclic loading. **Int J Prosthodont**, v. 16, p. 145–9, 2003.