



INFLUÊNCIA DE ÁCIDOS EXPERIMENTAIS NA RESISTÊNCIA DE UNIÃO DA CERÂMICA

Palavras-Chave: Cerâmicas vítreas; Ácidos condicionantes; Resistência da união

Camila K. Vatanabi* (FOP-aluna), Ana R. Costa (FOP), Lincoln P.S. Borges (FOP), Américo B. Correr (FOP), Fernanda M. Tsuzuki (FOP), Lourenço Correr-Sobrinho (FOP-Orientador)

INTRODUÇÃO:

Nos últimos anos tem aumentado a procura por tratamentos altamente estéticos com sistemas totalmente cerâmicos. As restaurações cerâmicas indiretas quando em uso no meio bucal apresentam sobreposição de materiais, formando um conjunto restaurador com diversas interfaces.¹ A composição das cerâmicas dentais e o procedimento de cimentação entre a cerâmica e a estrutura dental geralmente usando o cimento resinoso² são fatores importantes e devem ser criteriosamente seguidos para obter o sucesso clínico e a longevidade das restaurações.³

O condicionamento ácido das cerâmicas vítreas alterando a sua superfície tem sido realizado com ácido hidrófluorídrico (AHF), seguido da aplicação do silano.⁴ O condicionamento ácido cria microretenções na superfície da cerâmica, as quais atuam como área de imbricamento mecânico do cimento resinoso.^{3,5,6} O tamanho e o número das irregularidades na superfície da cerâmica em função do condicionamento ácido vai determinar a qualidade dessa união estando associada à formulação do ácido, tempo de condicionamento^{5,7} e diluição desse ácido.⁸ Estudos recentes mostraram existir relação direta entre os valores de resistência de união da cerâmica vítrea à base de silicato de lítio e o cimento resinoso.⁶ Devido a toxicidade do AHF⁹, estudos prévios analisando baixas concentrações do ácido (1% e 2,5%) apresentaram menores valores de resistência de união em relação as concentrações de 7,5% e 10%.^{6,10} Por outro lado, outro estudo mostrou que a adição do ácido hidróclorídrico (AHC) ao AHF mostrou aumento significativo na taxa de reação.¹¹ Diversos estudos mostraram que o ácido hidróclorídrico está presente em alguns materiais utilizados na Odontologia como para a técnica de microabrasão do esmalte¹² ou para a técnica do infiltrante de superfície utilizados para controlar a progressão da lesão cáries.¹³ Porém, até o momento, não existem relatos na literatura da associação de diferentes concentrações/proporções do AHF e AHC, assim como diferentes tempos de aplicação, na resistência da união das cerâmicas vítreas.

Desse modo, o objetivo deste estudo foi avaliar o efeito dos tempos de aplicação do AHF e da combinação AHF + AHC em diferentes concentrações na resistência de união ao microcisalhamento (RU μ C) da cerâmica à base de disilicato de lítio IPS e.max Press com cimento resinoso. Avaliar os modos de falhas na interface cerâmica-cimento resinoso.

METODOLOGIA:

Foram obtidos AHF experimental na concentração de 5% e combinação AHF + AHC nas concentrações de 0%, 5%, 15% e 30%. Noventa cerâmicos (8 x 8 com 3 mm de espessura) foram confeccionados com a cerâmica IPS e.max Press (Ivoclar Vivadent, cor LTA2) de acordo com as recomendações do fabricante. Após as amostras cerâmicas foram desincluídas e um dos lados foram submetidas ao acabamento e polimento com lixas de carbeto de silício de granulação 400, 600 e 1.200 (Norton SA) numa politriz (APL4; Arotec) com refrigeração por água e posteriormente limpas em ultra-som com água deionizada durante 15 minutos. Os oitenta blocos cerâmicos foram separados aleatoriamente em 4 grupos (n=20) de acordo com a combinação AHF 5% + AHC nas concentrações de 0%, 5%, 15% e 30%. Cada grupo foi separado em 2 subgrupos (n=10) de acordo com o tempo de aplicação: 10 e 20 segundos (Tabela 1). O grupo controle (n=10) foi o grupo do AHF 5%, aplicado por 20 segundos de acordo com as recomendações do fabricante. Após os tempos de condicionamento ácido (Tabela 1), as superfícies dos blocos cerâmicos foram lavadas com *spray* de ar/água por 1 minuto e secos por 30 segundos.

Tabela 1 - Divisão dos grupos de acordo com o tipo, concentração e tempo de aplicação dos ácidos na cerâmica IPS e.max Press (Ivoclar Vivadent).

Concentração do AHF (%)	Concentração do AHC (%)	Tempo de aplicação (s)
5	0	10
		20
	5	10
		20
	15	10
		20
	30	10
		20
5	-	20

Em seguida, uma camada do silano RelyX Ceramic Primer (3M ESPE) foi aplicado sobre a superfície de todas as cerâmicas com pincel tipo *microbrush* por 15 segundos, deixado reagir por 60 segundos. Após foi aplicado ar quente (Secador para cabelo; Taiff) perpendicularmente à superfície condicionada por 60 segundos, com o objetivo de acelerar a evaporação dos solventes. Uma camada do adesivo Scotchbond MP (3M ESPE) foi aplicado sobre a superfície da amostra e fotoativado por 10 segundos, com fotopolimerizador LED

(Radii Plus, SDI) com intensidade de 1.000 mW/cm^2 aferida com o radiômetro (Modelo 100, Demetron).

Matrizes quadradas (8 mm x 8 mm x 1mm espessura) de silicone de adição pesada Express (3M ESPE), contendo 3 orifícios com formato cilíndrico (1 mm de diâmetro) foram confeccionadas, posicionadas sobre a superfície da cerâmica e estabilizados com fita adesiva. Cada orifício foi preenchido com a pasta base do cimento resinoso (Rely X Ultimate – 3M ESPE, cor A1). Uma tira de poliéster e uma lâmina de vidro foram posicionadas sobre os orifícios preenchidos, seguido de uma carga estática de 250 gramas aplicada perpendicularmente à superfície da amostra, por 1 minuto. Após a remoção da lâmina de vidro, o cimento resinoso foi fotoativado por 40 segundos com fotopolimerizador LED (Radii Plus; SDI). As amostras foram armazenadas em água deionizada numa estufa à $37 \text{ }^\circ\text{C}$, por 24 horas.

Decorrido o período de armazenagem, as matrizes de silicone foram removidas com uma lâmina de bisturi nº 15 para expor os cilindros de cimento resinoso. Cada bloco cerâmico com os cilindros do cimento resinoso foi fixado num dispositivo com adesivo de cianoacrilato em gel (Zapit, Dental Ventures of America) e adaptado na máquina de ensaio universal (EZ Test, EZS, Shimadzu) de tal forma que a linha reta formada pelos cilindros do cimento resinoso ficasse perpendicular à força a ser aplicada. Um fio de aço inoxidável com 0,2 mm de diâmetro foi posicionado em volta do cilindro de cimento resinoso e alinhado com a interface de união. O ensaio de $\text{RU}_{\mu\text{C}}$ foi realizado à velocidade de 1,0 mm/minuto, até ocorrer a falha. Posteriormente, as amostras fraturadas serão analisadas em Microscópio Ótico (Olympus Corp) com 40x de aumento e o tipo de falha será classificado como segue: adesiva (modo 1); coesiva dentro da cerâmica (modo 2); coesiva dentro do cimento resinoso (modo 3); e, mista, envolvendo cerâmica e cimento resinoso (modo 4). Os valores médios de $\text{RU}_{\mu\text{C}}$ obtidos em kgf/cm^2 foram transformados em MPa. Para cada grupo, 10 amostras foram testadas e os valores médios dos três cilindros foram registrados como a resistência de união de cada amostra. Os dados foram submetidos à ANOVA (2 fatores), ANOVA (1 fator) e ao teste de Dunnet's ($\alpha = 0,05$).

RESULTADOS E DISCUSSÃO:

Resistência de união ao microcisalhamento ($\text{RU}_{\mu\text{C}}$)

Os dados foram submetidos ao teste de normalidade (Shapiro-Wilk) e homocedasticidade (Levene) antes de ser analisado com análise de variância 2 fatores (concentração do AHC x tempo de aplicação). Análise de variância 1 fator e teste de Dunnet's foi usado para comparar o grupo controle - ácido AHF 5% x com os grupos experimentais ($\alpha=0,05$).

O tempo de aplicação ($p=0,1070$) e concentração do ácido ($p=0,2103$) não influenciaram na RU μ C (Tabela 2). Diferença significativa ($p<0,000584$) foi observada para as concentrações. Análise de variância 1 fator mostrou diferença entre os grupos ($p<0,05$). A RU μ C do grupo controle foi significativamente maior do que os grupos tratados com ácido hidrocloreídrico 5%, 15% e 30% por 10 segundos. Para os demais grupos experimentais não houve diferença significativa comparado ao grupo controle ($p>0,05$).

Tabela 2 – Média de resistência de união ao microcisalhamento (RU μ C) \pm Desvio Padrão (MPa) após aplicação do AHF associado ao AHC em diferentes tempos de aplicação.

Concentração do AHC	Tempo de Aplicação	
	10 segundos	20 segundos
0%	30,3 \pm 5,5 Aa	34,7 \pm 3,2 Aa
5%	*25,3 \pm 5,3 Aa	30,5 \pm 6,3 Aa
15%	*25,9 \pm 7,0 Aa	31,8 \pm 5,6 Aa
30%	*28,5 \pm 7,1 Aa	34,0 \pm 6,9 Aa
Grupo Controle AHF 5%	35,7 \pm 5,6	

*Asterísticos representam diferença significativa entre os grupos em relação ao grupo controle (AHF 5%).

Valores seguidos pela mesma letra minúscula dentro da mesma coluna e maiúscula na mesma linha são estatisticamente similar ($\alpha = 5\%$).

Análise do modo de falha

Os resultados do modo de falha são apresentados na Tabela 2. Houve predominância de falhas mistas (Modo 4) para todos as concentrações do AHC para o tempo de aplicação de 20 segundos e para as concentrações de 0%, e 30% para o tempo de aplicação de 10 segundos. Por outro lado, para as concentrações do ácido AHC 5% e 15%, houve uma ligeira predominância de falhas adesivas (modo 1) para o tempo de aplicação de 10 segundos.

Tabela 3 –Análise do modo de falha das amostras após o ensaio de RU μ C. % entre os grupos e (número de cilindros).

Tempo de Aplicação	Concentração do AHC	Modos de Falhas			
		Modo 1	Modo 2	Modo 3	Modo 4
10 seg.	0%	36,7 (11)	3,3 (1)	0 (0)	60 (18)
	5%	60 (18)	0 (0)	0 (0)	40 (12)
	15%	53,3 (16)	0 (0)	0 (0)	46,7 (14)
	30%	43,4 (13)	3,3 (1)	0 (0)	53,3 (16)
20 seg.	0%	20 (6)	10 (3)	0 (0)	70 (21)
	5%	33,4 (10)	6,6 (2)	0 (0)	60 (18)
	15%	33,4 (10)	3,3 (1)	0 (0)	63,3 (19)
	30%	23,3 (7)	10 (3)	0 (0)	66,7 (20)
Grupo Controle AHF 5%		13,4 (4)	6,6 (2)	0 (0)	80 (24)

CONCLUSÕES:

Dentro das limitações deste estudo podemos concluir que:

- 1 – A RU μ C do grupo controle foi significativamente superior aos grupos tratados com AHC 5%, 15% e 30% para o tempo de 10 segundos.
- 2 – O tempo de aplicação e a concentração do AHC não influenciaram significativamente na RU μ C.
- 3 - Houve uma predominância de falhas mistas (modo 4), exceto para os grupos com AHC 5% e 15% (modo 1) para o tempo de aplicação de 10 segundos.

BIBLIOGRAFIA

- 1 - Addison O, Fleming GJ. Application of analytical stress solutions to bi-axially loaded dental ceramic-dental cement bilayers. *Dent Mater* 2008;24:1336-42.
- 2 - Aguiar TR, André CB, Correr-Sobrinho L, Arrais CAG, Ambrosano GMB, Giannini M. Effect of storage times and mechanical load cycling on dentin bond strength of conventional and self-adhesive resin luting cements. *J Prosthet Dent* 2014;111:404-10.
- 3 - Guarda GB, Correr AB, Goncalves LS, Costa AR, Borges GA, Sinhoreti MA, Correr Sobrinho L. Effects of surface treatments, thermocycling, and cyclic loading on the bond strength of a resin cement bonded to a lithium disilicate glass ceramic. *Oper Dent*, 2013;38:208-17.
- 4 - Kalavacharla VK, Lawson NC, Ramp LC, Burgess JO. Influence of etching protocol and silane treatment with a universal adhesive on lithium disilicate bond strength. *Oper Dent* 2015;40:372-78.
- 5 - Naves LZ, Soares CJ, Moraes RR, Gonçalves LS, Sinhoreti MA, Correr-Sobrinho L. Surface/interface morphology and bond strength to glass ceramic etched for different periods. *Oper Dent* 2010;35:420-27.
- 6 - Sundfeld D, Correr-Sobrinho L, Pini NIP, Costa AR, Sundfeld RH, Pfeifer CS, Martins LRM. Heat treatment-improved bond strength of resin cement to lithium disilicate dental glass ceramic. *Ceramics Int* 2016;42:10071-78.
- 7 - Güler AU, Yılmaz F, Yenisey M, Güler E, Ural C. Effect of acid etching time and a self-etching adhesive on the shear bond strength of composite resin to porcelain. *J Adhes Dent* 2006;8:21-25.
- 8 - 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 Prosth Dent* 2007;98:17-23.
- 9 - Ozcan M, Allahbeickaraghi A, Dündar M. Possible hazardous effects of hydrofluoric acid and recommendations for treatment approach: a review. *Clin Oral Invest* 2012;16:15-23.
- 10 - Puppini-Rontani J, Sundfeld D, Costa AR, Correr AB, Puppini-Rontani RM, Borges GA, Sinhoreti M, Correr-Sobrinho L. Effect of Hydrofluoric Acid Concentration and Etching Time on Bond Strength to Lithium Disilicate Glass Ceramic. *Oper Dent*. 2017;42:606-15.
- 11 - Monk DJ, Soane DS, Howe RT. Determination of the etching kinetics for the hydrofluoric acid/silicon dioxide system. *J Electrochem Soc* 1993;140:2339-46.
- 12 - Sundfeld RH, Franco LM, Machado LS, Pini N, Salomao FM, Anchieta RB, Sundfeld D. Treatment of enamel surfaces after bracket debonding: case reports and long-term follow-ups. *Oper Dent* 2016;41:8-14.
- 13 – Paris S, Lausch J, Selje T, Dörfer CE, Meyer-Lueckel H. Comparison of sealant and infiltrant penetration into pit and fissure caries lesion *in vitro*. *J Dent* 2014;42:432-38.