

## **Efeito do tempo de condicionamento da superfície cerâmica sobre a resistência adesiva entre uma cerâmica de fluorapatita e um cimento resinoso**

### ***Effect of the conditioning time of the ceramic surface on bond strength between a fluorapatite ceramic and a resin cement***

**Laura CAMPOS**

**Manuela TELLES**

Cirurgiã Dentista – Salvador – BA – Brasil

**Graziela Ávila GALHANO**

**Fernanda Pelogia CAMARGO**

Mestranda – Programa de Pós-Graduação em Odontologia Restauradora – Especialidade em Prótese Dentária – Faculdade de Odontologia de São José dos Campos – UNESP – SP – Brasil

**Luiz Felipe VALANDRO**

Professor Assistente – Departamento de Odontologia Restauradora da Universidade Federal de Santa Maria – UFSM – RS. e Doutorando – Programa de Pós-Graduação em Odontologia Restauradora – Especialidade em Prótese Dentária – Faculdade de Odontologia de São José dos Campos – UNESP – SP – Brasil

**André MALLMANN**

Professor Adjunto – Departamento de Biomateriais e Clínica Integrada III da Fundação Bahiana para o Desenvolvimento das Ciências – FBDC – Doutor em Materiais Dentários – Faculdade de Odontologia de São Paulo – USP – SP – Brasil

---

#### **RESUMO**

O objetivo deste estudo foi avaliar a resistência de união entre uma cerâmica sintética de fluorapatita e leucita livre de feldspato e um cimento resinoso dual, variando o tempo de condicionamento ácido da superfície da cerâmica. Foram confeccionados 16 blocos de cerâmica (IPS d. SIGN- Ivoclar-Vivadent) que foram divididos aleatoriamente em 2 grupos (n=8), conforme o tempo de condicionamento ácido da superfície cerâmica: G1 - condicionamento durante 30 segundos com ácido fluorídrico 10%, seguido da aplicação do agente silano (Primer ceramic, 3M/Espe); G2: condicionamento com ácido fluorídrico 10% durante 2 minutos, seguido da aplicação do silano (Primer ceramic, 3M/Espe). Os blocos de cerâmica foram unidos a blocos de resina composta, recém confeccionados, (Fill Magic, Vigodent) com o cimento resinoso Rely X (3M/Espe) sob uma carga de 750g. Os conjuntos foram armazenados em água por 24h e seccionados em dois eixos, x e y, obtendo-se corpos-de-prova (CP) com área de aproximadamente 0,7 mm<sup>2</sup>. Os CP foram submetidos ao ensaio de microtração a uma velocidade de 0,5 mm/min. Os resultados foram submetidos a duas análises estatísticas utilizando todos os CP, incluindo os com valores zero (G1 = 12,99 ± 6,7 MPa e G2 = 14,97 ± 3,7 MPa) e excluindo os com valores zero (G1 = 20,19 ± 3,8 MPa e G2 = 22,31 ± 2,8 MPa). Não foi observada diferença estatística entre os grupos em nenhuma das análises ( $p > 0,05$ ).

#### **UNITERMOS**

Ácido fluorídrico; adesivos dentinários, resistência; cerâmica; teste de materiais, estudo comparativo

---

## INTRODUÇÃO

Nos últimos anos, com a crescente busca por estética, as cerâmicas odontológicas vem sendo cada vez mais utilizadas. Em contra partida às vantagens estéticas deste material, existem características preocupantes, como a friabilidade e a baixa resistência à tração. Visando minimizar os fracassos, as pesquisas visam a obtenção de cerâmicas mais resistentes, duráveis e estéticas bem como tratamentos de superfície para melhorar a sua adesão à estrutura dental.

Para que uma cimentação adesiva seja efetiva, existe a necessidade de um tratamento prévio das superfícies das peças protéticas e da estrutura dental. A utilização de métodos mecânicos (asperização com brocas e microjateamento com óxido de alumínio), químicos (condicionamento com ácido fluorídrico 2,5-10%, bifluoreto de amônio 10%, flúor fosfato acidulado 4% e aplicação do agente de união silano) e mecânico-químicos (jateamento com oxido de sílica), otimizam a adesão entre a cerâmica e o cimento resinoso<sup>4,11,16,17</sup>.

Para as cerâmicas convencionais do tipo feldspáticas, o tratamento de superfície tradicionalmente empregado consiste na utilização de ácido fluorídrico em concentrações que variam de 2 a 10%, em períodos que variam de 1 a 4 minutos de acordo com cada fabricante, seguido da aplicação de um agente de união silano<sup>2,14</sup>.

Della Bona et al.<sup>8</sup> (2003), avaliaram o modo de fratura de cerâmicas com leucita (IPS Empress) e dissilicato de lítio (IPS Empress 2), tratadas com diferentes ácidos e tempos de aplicação, e verificaram que o condicionamento com ácido fluorídrico 9,5%, associado ao agente silano, produziu valores mais altos de resistência à fratura e que a ação deste ácido foi mais significativa no IPS Empress 1, provavelmente pela presença da sílica na fase vítrea desta cerâmica.

Atualmente existem no mercado algumas cerâmicas sintéticas de fluorapatita, que possuem as mesmas indicações das cerâmicas feldspáticas convencionais, inclusive com propriedades mecânicas semelhantes. Entretanto, enquanto o tempo de condicionamento ácido para as cerâmicas feldspáticas já está fundamentado na literatura<sup>1,9</sup>, para essas novas cerâmicas sintéticas de fluorapatita ainda existem dúvidas quanto

ao melhor tempo de condicionamento com ácido fluorídrico.

Os objetivos deste trabalho foram:

- 1) avaliar a resistência adesiva de um cimento resinoso a uma cerâmica de fluorapatita condicionada com ácido fluorídrico por diferentes tempos,
- 2) analisar se os resultados podem ser alterados se os valores nulos de resistência adesiva são desconsiderados.

## MATERIAL E MÉTODO

**Confeção dos blocos de cerâmica:** Foram confeccionados 16 blocos de cera utilidade, com dimensões de 6mm X 6mm X 6mm, os quais foram incluídos em gesso refratário (Nori-Vest, Noritake) e levados ao forno para desidratação do gesso e evaporação da cera. Desta forma foram obtidas cavidades em refratário para aplicação da cerâmica vítrea de fluorapatita reforçada com leucita (IPS d.SIGN, Ivoclar-Vivadent). O pó da cerâmica e o líquido do sistema cerâmico IPS d.SIGN foram misturado, conforme recomendado pelo fabricante, e a mistura foi então aplicada dentro da cavidade do refratário utilizando uma pincel específico do sistema. Após o preenchimento da cavidade no refratário, o conjunto refratário-cerâmica foi levado ao forno para a sinterização da cerâmica na temperatura especificada pelo fabricante. Considerando que a cerâmica apresenta uma contração de sinterização de aproximadamente 20%, foram obtidos blocos com dimensões de aproximadamente de 5mm X 5mm X 5mm.

Os blocos de cerâmica foram removidos do revestimento refratário com disco de carborundum e em seguida analisados radiograficamente para verificação de falhas internas. Aqueles que apresentaram falhas em sua estrutura foram excluídos desse estudo e novos blocos foram confeccionados.

Os blocos foram regularizados com pontas diamantadas e uma superfície de cada bloco para a cimentação foi aplainada com lixas d'água de granulação 240, 400, 600 e 1200 numa Politriz (Struers) sobre refrigeração e velocidade constantes.

Os blocos foram então divididos aleatoriamente em dois grupos de acordo com tempo de condicionamento com ácido fluorídrico (G1 e G2), como descrito no Quadro 1.

**Quadro 1- Tratamento de superfície da cerâmica e materiais para cimentação**

Grupos	Tratamento de superfície	Sistema de cimentação
G1	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Ácido Fluorídrico 10% (Dentsply) – 30s</li> <li>• Primer silano (3M/Espe) -1 minuto</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Adesivo Single Bond (3M/Espe)</li> <li>• Cimento resinoso RelyX (3M/Espe)</li> </ul>
G2	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Ácido Fluorídrico 10% (Dentsply) – 2 min</li> <li>• Primer silano (3M/Espe) -1 minuto</li> </ul>	

**Confeção dos blocos de resina composta:**

Foram confeccionados 16 blocos de resina composta (Fill Magic-Vigodent) com as mesmas dimensões dos blocos de cerâmica. Para a obtenção desses blocos de resina, cada bloco de cerâmica foi moldado com silicona de adição de consistência pesada (Express STD, 3M/Espe, St. Paul, USA) para a obtenção de uma matriz. A resina composta foi inserida na matriz em incrementos de 2mm e fotopolimerizada por 20 segundos em cada incremento.

**Cimentação dos blocos:** Cada bloco de resina composta foi confeccionado imediatamente antes da cimentação, visando uma união química entre essa resina composta recém polimerizada e o cimento resinoso. Após o tratamento de superfície da cerâmica (Tabela 1), o bloco de resina composta foi assentado sobre o cimento resinoso Rely X ARC (3M/Espe, St. Paul, USA), que estava sobre o bloco de cerâmica. O conjunto cerâmica-cimento-resina foi posicionado em um dispositivo para aplicação de uma carga vertical de 750g durante a fotopolimerização (20 segundos cada face)<sup>16,17</sup>, utilizando a unidade fotoativadora Optliux 400 (Demetron - Kerr), com intensidade de luz de  $\pm 500 \text{ mW/cm}^2$ .

Os conjuntos foram armazenados em água destilada durante a 37°C por 24 horas, até o preparo dos corpos-de-prova (CP).

**Preparo dos corpos-de-prova (CP):** Os conjuntos cerâmica-cimento-resina foram seccionados em dois eixos, x e y, com disco diamantado em baixa rotação sob refrigeração com água, em uma máquina de corte.

Foi obtido CP com aproximadamente  $0,7 \text{ mm}^2$  de área. Os CP foram fixados, apenas nas suas extremidades, com Super Bonder em gel (Loctite) em paquímetros adaptados para o ensaio de microtração.

O dispositivo foi fixado na máquina de ensaio universal EMIC e tracionado a uma velocidade de 0,5 mm/min. A área de cada CP foi mensurada com um paquímetro digital antes do ensaio. A resistência de união (MPa) foi calculada em função da área do CP ( $\text{mm}^2$ ) e do valor da força para rompimento da união (kgF).

Foram realizadas duas análises estatísticas para este estudo. A primeira análise estatística utilizou todos os CP, dando valores zero para as amostras perdidas durante o corte e uma segunda análise foi realizada excluindo-se as amostras que tiveram como resultados valores zero (fraturas durante o corte).

Para cada análise estatística, as médias dos CP de cada bloco foram calculadas resultando em 16 médias, sendo oito para cada grupo. Essas médias foram submetidas ao teste T de Student.

**RESULTADOS**

Os resultados estão apresentados nas Tabelas 1 e 2 (incluindo todos os CP) e 3 (excluindo os CP com valores zero).

Independente dos resultados, incluindo ou excluindo os valores zero, não houve diferença estatística ( $p > 0,05$ ) entre os grupos G1 e G2 (com valores zero  $p = 0,51$ ; sem os valores zero  $p = 0,23$ ).

**Tabela 2– Médias (MPa) dos grupos e número de cp testados/cp totais. Análise estatística utilizando os valores zero**

Grupo	Valores (CP utilizados/CP totais)
G1- 30 segundos	12,99 $\pm$ 6,7 (72/72) <sup>a</sup>
G2- 2 minutos	14,97 $\pm$ 3,7 (72/72) <sup>a</sup>

**Tabela 3– Médias (MPa) dos grupos e número de cp testados/cp totais. Análise estatística desprezando os valores zero**

Grupo	Valores (CP utilizados/CP totais)
G1- 30 segundos	20,19 ± 3,89 (45/72) <sup>a</sup>
G2- 2 minutos	22,31 ± 2,89 (49/72) <sup>a</sup>

## DISCUSSÃO

Visando minimizar a discussão entre diferentes pesquisadores que preconizam o uso ou a exclusão dos valores obtidos com resultados zero, realizou-se duas análises estatísticas neste estudo, com ou sem as amostras com valor zero. Esse tipo de análise foi realizado também por (BOUILLAGUET et al.<sup>5</sup> 2003), que encontraram diferentes resultados nas estatísticas, quando avaliou ou não as amostras com resultado zero. No entanto, diferente destes autores, no nosso estudo não foi observada diferença estatística entre os grupos em nenhuma das análises, porém os valores foram consideravelmente superiores quando não se considerou os corpos-de-prova perdidos (com valor zero).

Comparando diversos tipos de tratamento químico de superfície observa-se que o ácido fluorídrico produz valores de resistência de união mais altos que o condicionamento com ácido fosfórico 37%<sup>10</sup>, bifluoreto de amônio 10% e flúor fosfato acidulado 4%<sup>7</sup>.

A concentração do ácido fluorídrico e o tempo que o mesmo deve permanecer em contato com a superfície da cerâmica variam de acordo com o produto utilizado<sup>13</sup>. A eficácia deste tratamento de superfície nas cerâmicas feldspáticas já está fundamentada, porém uma concentração e duração ideais ainda não foram estabelecidas para algumas cerâmicas, inclusive para as novas cerâmicas sintéticas. Esse fato está refletido na variedade de concentrações comercialmente disponíveis<sup>12</sup>.

O tratamento de superfície preferencial para as cerâmicas com sílica (vitreas ou feldspáticas) é o condicionamento com ácido fluorídrico (2,5-10%) durante 2 a 3 minutos com posterior aplicação de um agente silano<sup>2</sup>.

Neste estudo pode-se observar que para a cerâmica vítrea de fluorapatita e leucita-IPS D. SIGN,

o condicionamento com ácido fluorídrico 10% por 30 segundos já promove uma adesão entre a cerâmica e o cimento resinoso utilizado, semelhante ao condicionamento durante 2 minutos. O efeito do condicionamento com ácido fluorídrico depende da quantidade, tamanho e tipo das moléculas inorgânicas da cerâmica<sup>11</sup>.

Stewart et al.<sup>15</sup> (2002), verificaram que um aumento na concentração de ácido fluorídrico (de 5% a 9,5%) resultou num decréscimo dos valores de resistência adesiva ao cisalhamento.

Borges et al.<sup>3</sup> (2003) avaliaram através de microscopia eletrônica de varredura a ação de diferentes tempos de condicionamento com ácido fluorídrico em diferentes cerâmicas odontológicas. O condicionamento com ácido fluorídrico 10% durante 20 segundos na cerâmica IPS Empress 2 produz um alongamento dos cristais provocando irregularidades superficiais. Para o IPS Empress e para o Cergogold, 60 segundos de condicionamento produz na superfície da cerâmica microretenções semelhantes a colmeias de abelha. Para as cerâmicas com alta conteúdo cristalino (In Ceram Alumina, In Ceram Zircônia e Procera) um condicionamento com ácido fluorídrico 10% durante 2 minutos não provocou mudanças significativas na estrutura superficial. Isso ocorre porque o ácido fluorídrico age na sílica e no In Ceram Alumina e Zircônia a sílica corresponde a apenas 5% enquanto que este componente inorgânico não está presente no sistema Procera.

Também avaliando o tempo de condicionamento ácido (CARNEIRO Jr et al.<sup>6</sup> 1999), verificaram a resistência adesiva entre cerâmica feldspática e resina composta, observando que não houve diferença entre os grupos condicionados com ácido fluorídrico a 10% por 1 ou por 4 minutos, independente dos corpos-de-prova terem sido tratados de forma complementar

com asperização com instrumento cortante rotatório diamantado ou jateados.

Devido a escassez de trabalhos avaliando essas novas cerâmicas sintéticas, acredita-se que outros trabalhos devem ser conduzidos a fim de estabelecer o melhor método de tratamento dessa nova cerâmica, se este tratamento pode seguir os métodos de tratamento de superfícies realizados nas cerâmicas feldspáticas convencionais.

## CONCLUSÃO

O condicionamento com ácido fluorídrico 10% durante 30 segundos produziu valores de resistência

adesiva sem diferença estatística em relação aos valores obtidos com o condicionamento ácido por 2 minutos. Independente da exclusão dos valores nulos de resistência adesiva, os resultados permaneceram inalterados.

## AGRADECIMENTOS

Agradecemos aos fabricantes Ivoclar-Vivadent, 3M/Espe e a Vigodent pela doação dos materiais; ao Laboratório de Prótese Protec (Salvador-BA) pelo suporte na confecção dos blocos cerâmicos.

---

## ABSTRACT

*The aim of this study was to evaluate the ideal time of treatment with hydrofluoric acid for a leucite - fluorapatite based ceramic (IPS d. Sign). Sixteen blocks of ceramic and 16 blocks of composite (Fill magic) had been made and divided in 2 groups: G1 and G2 (n=8). In G1 the ceramic was conditioned during 30 seconds with 10% hydrofluoric acid followed of the application of silane agent (Ceramic Primer); in G2 the ceramic was attacked during 2 minutes with 10% hydrofluoric acid followed of the application of silane primer. The ceramics blocks were cemented to composites blocks using a dual resin cement (Rely X- 3M/Espe) under a load of 750g. The specimens were stored in distilled water at 37°C for 24h and then cut in two axles, x and y, getting themselves specimens (sp) with  $\pm 0.7\text{mm}^2$ . Sp were submitted to microtensile test to 0.5 mm/minute. Data (MPa) were submitted a two statistics analyses using all the sp, including the zero values ( $G1=12.99 \pm 6.7$  MPa and  $G2=14.97 \pm 3.7$  MPa) and excluding the zero values ( $G1=20.19 \pm 3.8$  MPa and  $G2=22.31 \pm 2.8$  MPa). Statistics differences were not observed in none of the analyses ( $p>.05$ ).*

## UNITERMS

*Hydrofluoric acid; dentin bonding agents; resistance; ceramics; materials testing, comparative study*

---

## REFERÊNCIAS

1. Adolphi, D. Restaurados cerâmicos com as novas porcelanas hidrotérmicas de baixa fusão (LFC). Rev Assoc Paul Cir Dent. 1998; v. 52 (3):206-10.
2. Blatz M, Sadan A, Kern M. Resin-ceramic bonding: a review of the literature. J Prosthet Dent. 2003;89:268-74.
3. Borges GA, Spohr AM, Goes MF, Sobrinho LC, Chan DCN. Effect of etching and airborne particle abrasion on the microstructure of different dental ceramics. J Prosthet Dent. 2003; 89:479-88.
4. Bottino MA, Valandro LF, Buso L. Prótese metal-free: tratamento da superfície cerâmica pré-cimentação. In: Atualização Clínica em Odontologia (22º CIOSP); 2004 p.369-411.
5. Bouillaguet S, Troesch S, Wataha JC, Krejci I, Meyer JM, Pashley DH. Microtensile bond strength between adhesive cements and root canal dentin. Dent Mater. 2003; 19(3):199-205.
6. Carneiro Jr AM, Carvalho RCR, Turbino ML. Avaliação in vitro da força de união, através de teste de tração, de porcelana feldspática com diversos tratamentos superficiais à resina composta. Rev Odontol Univ São Paulo. 1999; 13(3) jul./set. p. 257-62.

7. Della Bona A, Anusavice KJ, Hood JAA. Effect of ceramic surface treatment on tensile bond strength to resin cement. *Int J Prosthodont.* 2002; 15:248-53.
8. Della Bona A, Anusavice KJ, Mecholsky Jr JJ. Failure analysis of resin composite bonded to ceramic. *Dent Mater.* 2003;19:693-9.
9. Frankemberger R, Krämer N, Sindel J. Repair strength of etched vs. silica-coated metal-ceramic and all-ceramic restorations. *Oper Dent.* 2000; 25:209-15.
10. Hayakawa T, Horie K, Aida M, Kanaya H, Kobayashi T, Murata Y. The influence of surface conditions and silane agents on the bond of resin to dental porcelain. *Dent Mater* 1992; 8(4):238-40.
11. Martín CL, López SG, Mondelo JMNR. The effect of various surface treatments and bonding agents on the repaired strength of heat-treated composites. *J Prosthet Dent* 2001; 86:481-8.
12. Özcan M, Akkaya A. New approach to bonding all-ceramic adhesive fixed partial dentures: a clinical report. *J Prosthet Dent.* 2002; 88:252-4.
13. Özcan M, Vallittu PK. Effect of surface conditioning methods on the bond strength of luting cement to ceramics. *Dent Mater.* 2003; 19:725-31.
14. Pinto XC, Andrade MF, Oliveira Jr OB, Rastelli ANS. Avaliação in vitro da microinfiltração marginal em restaurações indiretas inlay de porcelana. Efeito de diferentes agentes cimentantes. *J Bras Dent.* 2002; 1(2):113-21.
15. Stewart GP, Jain P, Hodges J. Shear bond strength of resin cement to both ceramic and dentin. *J Prosthet Dent.* 2002; 88(3): 277-84.
16. Valandro LF, Leite F, Scotti R, Bottino MA, Neisser MP. The effect of ceramic surface treatment on the microtensile bond strength between resin cement and alumina-based ceramic. *J Adhesive Dent.* 2004; 6(4):327-32.
17. Valandro LF, Della Bona A, Bottino MA, Neisser MP. The effect of silica coating a densely sintered alumina ceramic on bonding to a resin cement. *J Prosthet Dent.* 2005;93:253-9.

Recebido em: 25/08/04  
Aprovado em: 17/05/05

André Mallmann  
Rua Aratuba, 233, Apto 1104  
Res. Up Tower – Brotas  
CEP 40275-350 – Salvador – BA  
Fones: (71) 452-6502; (71) 99662965  
andremallman@uol.com.br