



**INSTITUTO SUPERIOR DE CIÊNCIAS DA SAÚDE  
EGAS MONIZ**

**MESTRADO INTEGRADO EM MEDICINA DENTÁRIA**

**“INFLUÊNCIA DA APLICAÇÃO DE DIFERENTES AGENTES DE  
SILANIZAÇÃO E TEMPOS DE ATUAÇÃO DE ÁCIDO  
HIDROFLURÍDRICO NA RESISTÊNCIA ADESIVA ( $\mu$ TBS) DE  
UMA CERÂMICA IPS E.MAX”**

Trabalho submetido por  
**Beatriz Miranda Monteiro Marinho**  
para a obtenção do grau de Mestre em Medicina Dentária

**setembro de 2017**





**INSTITUTO SUPERIOR DE CIÊNCIAS DA SAÚDE  
EGAS MONIZ**

**MESTRADO INTEGRADO EM MEDICINA DENTÁRIA**

**“INFLUÊNCIA DA APLICAÇÃO DE DIFERENTES AGENTES DE  
SILANIZAÇÃO E TEMPOS DE ATUAÇÃO DE ÁCIDO  
HIDROFLURÍDRICO NA RESISTÊNCIA ADESIVA ( $\mu$ TBS) DE  
UMA CERÂMICA IPS E.MAX”**

Trabalho submetido por  
**Beatriz Miranda Monteiro Marinho**  
para a obtenção do grau de Mestre em Medicina Dentária

Trabalho orientado por  
**Prof. Doutor José João Baltazar Mendes**

e coorientado por  
**Mestre Inês Caetano André dos Santos**

**setembro de 2017**



## AGRADECIMENTOS

Ao Prof. Doutor José João Mendes, pela orientação, simpatia, disponibilidade e motivação, indispensáveis à realização deste trabalho bem como ao longo de todo o meu percurso académico.

À Mestre Inês Caetano Santos, por toda a ajuda, preocupação, apoio e entusiasmo ao longo de todo este trabalho.

Ao Professor Doutor Mário Polido por toda a receptividade e acessibilidade ao Laboratório de Biomateriais.

Ao Dr. João Rua e ao Mestre Paulo Monteiro, pela confiança e apoio indispensável para a realização deste trabalho.

Ao Prof. Luís Proença, por estar sempre disponível na realização da análise estatística.

Ao Prof. Doutor José João Mendes, Dr. João Rua e ao Mestre Paulo um agradecimento especial por terem possibilitado a realização da primeira parte laboratorial deste projeto em parceria com o Dr. Marco Gresnigt na Universidade de Groningen, Holanda. Não poderia ter sido uma melhor experiência.

Ao Dr. Marco Gresnigt, pela sua hospitalidade e ajuda durante os dias passados em Groningen e por mesmo estando longe se mostrar sempre disponível.

À Matilde, por toda a companhia, apoio, paciência e gargalhadas ao longo de todos estes meses de trabalho, sem ela teria sido muito mais difícil.

A todos os meus colegas, por terem feito destes últimos 5 anos muito mais fáceis.

Aos meus pais, irmãos e avós, por acreditarem sempre em mim e me fazerem crer que tudo é possível com esforço e dedicação.

Ao Bernardo, por toda a paciência, amor e incentivo, e por me fazer ver que todos os problemas se resolvem.

Às minhas amigas de sempre, que mesmo sem perceber me apoiaram sempre ao longo de todo este trabalho.

A todos, muito obrigada!



## RESUMO

**Objetivo:** Avaliar a influência da aplicação de diferentes agentes de silanização e tempos de atuação de ácido hidrofúorídrico (9,5%) na resistência adesiva ( $\mu$ TBS) de uma cerâmica vítrea de dissilicato de lítio (IPS e.max).

**Materiais e Métodos:** Vinte e um blocos de cerâmica vítrea de dissilicato de lítio IPS e.max (Ivoclar Vivadent) foram divididos aleatoriamente em quatro grupos ( $n=3$ ), de acordo com o tipo de silano: Bis-silane (G1), Monobond Plus (G2), Espe Sil (G3) e Monobond Etch and Prime (G4). Cada um destes grupos foi subdividido em dois subgrupos de acordo com o tempo de condicionamento com ácido hidrofúorídrico: 20 (T1) ou 60 segundos (T2), com exceção do grupo G4. Os procedimentos foram precedidos pelo aquecimento do silano a 100°C, seguindo-se a aplicação do sistema adesivo OptiBond FL na superfície das amostras de cerâmica. Posteriormente foi aderida a cada amostra resina composta pré-aquecida a 55°C em camadas, tendo sido cada camada fotopolimerizada. Após 24 horas em água destilada a 37°C, as amostras foram seccionadas, obtendo palitos com a secção de  $1\pm 0,2\text{mm}^2$ . Os palitos foram submetidos a termociclagem (10.000 ciclos, 30s, 5-55°C) e depois, testados em tensão até ocorrer fratura numa máquina de testes universal. O tipo de fratura foi analisado sob um microscópio ótico com ampliação de 20x. Na análise estatística utilizou-se o ANOVA *two-way* e Qui-Quadrado com  $p \leq 0,05$  (SPSS24.0).

**Resultados:** A análise estatística demonstrou que a resistência adesiva à microtração foi significativamente influenciada pelo tempo de condicionamento com ácido hidrofúorídrico,  $p \leq 0,001$ . No entanto, não existem diferenças estatisticamente significativas entre os diferentes tipos de agente de silanização,  $p = 0,519$ .

**Conclusão:** A resistência adesiva da cerâmica IPS e.max foi significativamente influenciada pelos tempos de condicionamento com ácido hidrofúorídrico a 9,5% em todos os grupos, exceto no G4. Os diferentes tipos de silanos não apresentaram diferenças significativas entre eles, embora os valores de adesão tenham sido consideravelmente melhores nas amostras tratadas com o Bis Silane (G1). O G4 foi significativamente pior ( $p < 0,000$ ) do que todos os grupos tratados com ácido hidrofúorídrico.

**Palavras-chave:** Cerâmica, Dissilicato de Lítio, Silano, Ácido Hidrofúorídrico, Resistência adesiva







## ABSTRACT

**Objectives:** To evaluate the influence of different silanes and hydrofluoric acid (9,5%) application time on the bond strength ( $\mu$ TBS) of a lithium disilicate ceramic (IPS e.max).

**Materials and Methods:** Twenty-One A3 IPS e.max blocks (Ivoclar Vivadent) were randomly time divided into four main groups (n=3), according to the silane type and hydrofluoric acid application: Bis-silane (G1), Monobond Plus (G2), Espe Sil (G3) and Monobond Etch and Prime (G4); and into two subgroups according to the hydrofluoric acid application time: 20 (T1) or 60 seconds (T2), except in the G4 group. These procedures were followed by pre-heating the silane at 100 degrees in an oven followed by application of OptiBond FL adhesive (Kerr) on the IPS e.max ceramic surface. Then a resin based composite material, pre-heated at 55 degrees Enamel Plus HFO (Micerium) in a white dentin shade (UD0) was applied and light cured. The blocks were stored for 24h in distilled water in an oven at 37°C and thermocycled (10.000 cycles, 30s, 5-55°C). The samples were cut in the “X” and “Y” directions, to obtain beams with a cross-section of  $1\pm 0,2 \text{ mm}^2$  and tested in tension mode (0,5mm/min rate) until failure using a universal testing machine. The failure types were analyzed under an optical microscope (x20). For the statistical analysis, ANOVA two-way and post-hoc  $p\leq 0,05$  (SPSS 24.0) tests were used.

**Results:** Statistical analysis showed that the microtensile adhesive strength was significantly ( $p\leq 0.001$ ) increased by the hydrofluoric acid etching time. However, there are no statistically significant ( $p = 0.519$ ) differences between the different types of silanes. Regarding the silane / time relationship, the *two-way* ANOVA test identified statistically significant ( $p\leq 0.001$ ) differences in adhesive resistance results.

**Conclusion:** The adhesive strength of the IPS e.max ceramic was significantly increased by the conditioning times with 9,5% hydrofluoric acid in all groups except G4. The different types of silanes did not present significant differences among them, although the adhesion values were considerably higher in the samples treated with the Bis Silane (G1). Monobond Etch and Prime was significantly worse ( $p < 0,000$ ) than all hydrofluoric acid groups.

**Keywords:** Ceramic, Lithium Disilicate, Silane, Hydrofluoric acid, Bond Strength

# INDÍCE GERAL

<b>I. INTRODUÇÃO</b> .....	13
1. Cerâmicas Dentárias .....	13
1.1. Cerâmicas vítreas .....	14
1.2. Cerâmicas vítreas reforçadas com a adição de componente cristalina .....	14
1.3. Cerâmicas cristalinas com infiltração de material vítreo .....	15
1.4. Cerâmicas policristalinas .....	16
1.5. Fraturas Cerâmicas .....	17
2. Sistemas CAD/CAM .....	18
3. Tratamentos de Superfície .....	20
3.1. Ácido Hidrofluorídrico .....	20
3.2. Ácido Ortofosfórico .....	23
3.3. Óxido de Alumínio .....	23
3.4. Silanização .....	25
4. Resinas Compostas .....	28
4.1. Classificação das Resinas Compostas .....	29
5. Adesão .....	31
5.1. Classificação dos Sistemas Adesivos .....	32
6. Testes Laboratoriais .....	34
6.1. Termociclagem .....	34
6.2. Microtração .....	35
<b>II. OBJETIVO</b> .....	35
<b>III. HIPÓTESES DE ESTUDO</b> .....	37
<b>IV. MATERIAIS E MÉTODOS</b> .....	39
<b>V. RESULTADOS</b> .....	51
<b>VI. DISCUSSÃO</b> .....	57
<b>VII. CONCLUSÕES</b> .....	63
<b>VIII. BIBLIOGRAFIA</b> .....	65

## ÍNDICE DE FIGURAS

<b>Figura 1.</b> Imagem de MEV do efeito do condicionamento com ácido hidrofúorídrico a 4,8% durante 20 segundos numa cerâmica de dissilicato de lítio. As setas indicam as microretenções. (Adaptado de Lise <i>et al.</i> , 2015). .....	21
<b>Figura 2.</b> Imagem de MEV da superfície de uma cerâmica vítrea de dissilicato de lítio IPS e.max (Ivoclar Vivadent): (B) sem tratamento de superfície; (C) após condicionamento com ácido hidrofúorídrico 9,5% durante 20 segundos (Adaptado de Menees <i>et al.</i> , 2014).....	22
<b>Figura 3.</b> Imagens de MEV de uma cerâmica de dissilicato de lítio sem tratamento de superfície (A) e após jateamento com óxido de alumínio. (Adaptado de Guarda <i>et al.</i> , 2013) .....	24
<b>Figura 4.</b> Esquema representativo da reação entre as moléculas de silano e as superfícies revestidas por sílica. (Karabela & Sideridou, 2011).....	25
<b>Figura 5.</b> Efeito dos grupos Alcoxi na reação de hidrólise do Silano (Yao <i>et al.</i> , 2017). .....	26
<b>Figura 6.</b> Estrutura química do 3-metacriloxipropiltrimetoxissilano. (Hooshmand <i>et al.</i> , 2004) .....	26
<b>Figura 7.</b> Classificação das resinas compostas segundo o tamanho das partículas de carga. (Adaptado de Ferracane, 2011) .....	30
<b>Figura 8.</b> Bloco de IPS e.max (Ivoclar vivadent) .....	40
<b>Figura 9.</b> Bloco de cerâmica cortado em duas partes iguais.....	40
<b>Figura 10.</b> Micrótopo manual Isomet 1000, Buehler Ltd, Lake Bluff, IL, USA .....	40
<b>Figura 11.</b> Ácido hidrofúorídrico a 9,5% (Porcelain Etchant, Bisco Inc., Schaumburg, USA) .....	41
<b>Figura 12.</b> Lavagem abundante com água durante 20 segundos .....	41
<b>Figura 13.</b> Ácido ortofosfórico (35%) (Ultra-Etch, Ultradent Inc.).....	42
<b>Figura 14.</b> Bis-Silane (Bisco Inc., Schaumburg, USA) .....	42
<b>Figura 15.</b> Espe-Sil (3M ESPE).....	42

<b>Figura 16.</b> Monobond Etch&Prime (Ivoclar Vivadent).....	42
<b>Figura 17.</b> Monobond Plus (Ivoclar Vivadent).....	42
<b>Figura 18.</b> Aplicação do agente de silanização Monobond Plus (Ivoclar Vivadent)....	43
<b>Figura 19.</b> Optibond FL (Kerr, Scafati, Itália).....	43
<b>Figura 20.</b> Condensação da resina composta com o auxílio de um molde de silicone.	44
<b>Figura 21.</b> Resina composta (Enamel Plus Hri, Micerium S.p.a).....	44
<b>Figura 22.</b> fotopolimerizador Elipar TM DeepCure-S (3M ESPE).....	44
<b>Figura 23.</b> Esquema da constituição de cada grupo experimental.....	46
<b>Figura 24.</b> Isomet 1000, Buehler Ltd, Lake Bluff, IL, USA.....	46
<b>Figura 25.</b> Corte de uma amostra no eixo X e Y .....	47
<b>Figura 26.</b> Palitos obtidos com o micrótomo automático.....	47
<b>Figura 27.</b> Termocicladora (Julabo FT 200).....	48
<b>Figura 28.</b> Craveira digital.....	48
<b>Figura 29.</b> Máquina de testes universal. ....	49
<b>Figura 30.</b> cola de cianoacrilato (Zapit, Dental Ventures of America, Corona, CA, USA) .....	49
<b>Figura 31.</b> Palito fixado num jig de Geraldeli .....	49
<b>Figura 32.</b> Jig de Geraldeli na máquina de testes universal.....	49
<b>Figura 33.</b> Esquema representativo dos tipos de fratura.....	50

## ÍNDICE DE TABELAS

<b>Tabela 1.</b> Materiais utilizados no estudo.....	39
<b>Tabela 2.</b> Grupos experimentais e respectivos protocolos de aplicação.....	45
<b>Tabela 3.</b> Valores da resistência adesiva à microtração (média ± desvio-padrão, em MPa). .....	51

## INDÍCE DE GRÁFICOS

<b>Gráfico 1.</b> Resistência adesiva à microtração com o tempo de exposição ao HF 20 segundos (T1).....	52
<b>Gráfico 2.</b> Resistência adesiva à microtração com o tempo de exposição ao HF 60 segundos (T2).....	52
<b>Gráfico 3.</b> Comparação da resistência adesiva entre todos os grupos. ....	53
<b>Gráfico 4.</b> Resistência adesiva à microtração no grupo G3 .....	54
<b>Gráfico 5.</b> Distribuição do modo de falha.....	55

## LISTA DE ABREVIATURAS

**Al<sub>2</sub>O** - Óxido de alumínio

**Bis-GMA** - Bisfenol-A glicidil metacrilato

**CAD/CAM** - *Computer-aided design/Computer-aided manufacturing*

**EDGMA** - Dimetacrilato de etilenoglicol

**GPDM** - Dimetacrilato de Glicerol-fosfato

**K<sub>2</sub>O** - Óxido de Potássio

**Kg** - Quilograma

**Li<sub>2</sub>O** - Óxido de Lítio

**MEV**- Microscopia Eletrónica de Varrimento

**MgO** – Óxido de Magnésio

**MPa** - Mega Pascal

**P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>** - Pentóxido de Fósforo

**SiO<sub>2</sub>** - Dióxido de sílica

**TEGDMA** - Trietilenoglicol dimetacrilato

**UDMA** - Uretano dimetacrilato

**Y-TZP** - Zircónia tetragonal policristalina estabilizada com ítria

**mm<sup>2</sup>** - milímetro quadrado

**mm/min** - milímetro por minuto

**mW/cm<sup>2</sup>** - mili Watt por centímetro quadrado

**nm** - nanómetro

**µm** - Micrómetro

**3-MPS** - 3-metacriloxipropiltrimetoxisilano

**10-MDP** - 10- metacriloxidildihidrogeno fosfato

**HF** - Ácido Hidrofluorídrico

**BS** - Bis-Silane (Bisco Inc., Schaumburg, USA)

**MP** - Monobond Plus (Ivoclar Vivadent)

**ES** - Espe Sil (3M ESPE)

**MEP** - Monobond Etch and Prime (Ivoclar Vivadent)







## I. INTRODUÇÃO

### 1. Cerâmicas Dentárias

Desde sempre que o Homem se preocupa e interessa pela sua aparência, nomeadamente pelo seu sorriso e dentes, considerando-os parte integrante tanto da sua beleza como saúde. Assim sendo, a perda ou danos nos dentes tem repercussões tanto a nível social, como psicológico, principalmente em zonas que comprometam a estética (Kelly, Nishimura, & Campbell, 1996).

A procura por materiais que substituam os dentes perdidos vem desde há muitos séculos atrás, mantendo-se praticamente subdesenvolvida até ao século XVIII, no qual, em 1774, Alex Duchateau utilizou pela primeira vez a cerâmica para confeccionar uma prótese total, introduzindo, juntamente com Nicholas Dubois de Chemant, a arte das cerâmicas na Medicina Dentária (Gomes, Assunção, Rocha, & Santos, 2008; Kelly *et al.*, 1996; Kina, 2005).

Em 1903, Land introduziu a primeira coroa de cerâmica feldspática aumentando o interesse por materiais restauradores não metálicos e biocompatíveis. Nos anos setenta (1965) McLean e O'Brian, na tentativa de melhorar as propriedades mecânicas da cerâmica, adicionaram óxido de alumínio a cerâmicas feldspáticas, no entanto, o seu uso foi descontinuado devido a resultados clínicos a curto prazo que revelavam pouco brilho, fraca integridade marginal bem como a resistência, que continuava comprometida (Guess *et al.*, 2011).

Conhecidas por se assemelharem ao dente natural, graças às suas propriedades óticas, químicas e físicas, as cerâmicas apresentam uma excelente capacidade de reproduzir as características dos dentes. A constante procura pela estética levou a que nos anos oitenta fosse introduzida no mercado a primeira coroa totalmente cerâmica que fomentou o interesse por restaurações totalmente cerâmicas (Gomes *et al.*, 2008; Kelly *et al.*, 1996).

Os atributos das cerâmicas baseiam-se na sua natureza vítrea e cristalina, que lhes confere uma reflexão ótica muito semelhante aos dentes naturais, nas suas propriedades de solubilidade e corrosão adequadas ao meio oral, no facto de serem ótimos isolantes e apresentarem ainda uma baixa condutividade e difusidade térmica e elétrica (Kina, 2005).

Existe alguma dificuldade no que respeita à classificação das cerâmicas. Apesar de não existir uma classificação universal, podemos organizar as cerâmicas de acordo com a sua aplicação clínica, método de fabrico, temperatura de fusão ou microestrutura (Craig & Powers, 2012; Martínez *et al.*, 2007).

Será abordada a classificação de acordo com a microestrutura, proposta por Giordano & McLaren, em 2010.

### 1.1. Cerâmicas vítreas

De acordo com Giordano & McLaren (2010), as cerâmicas vítreas têm origem em materiais constituídos na sua maioria por sílica ou quartzo e com alto teor em alumina. Os alumino-silicatos que encontramos na natureza, que contêm potássio e sódio, são conhecidos por feldspatos. Estes podem ser modificados de forma a criar as cerâmicas usadas atualmente em Medicina Dentária (Giordano & McLaren, 2010).

Estas cerâmicas são maioritariamente usadas como revestimento de infraestruturas metálicas ou cerâmicas pois apresentam uma baixa resistência à flexão (Giordano & McLaren, 2010; Gomes *et al.*, 2008).

### 1.2. Cerâmicas vítreas reforçadas com a adição de componente cristalina

A composição destas cerâmicas difere das cerâmicas vítreas na sua fase cristalina, pois apresentam quantidades variáveis de cristais adicionados à sua matriz vítrea. Os cristais principais são a leucite, a fluorapatite e o dissilicato de lítio (Giordano & McLaren, 2010).

Podemos dividir esta classe de cerâmicas em três subgrupos: Cerâmicas vítreas com quantidade baixa a moderada de leucite, Cerâmicas vítreas com alto conteúdo de leucite (aproximadamente 50%) e Cerâmicas vítreas com dissilicato de lítio (Giordano & McLaren, 2010)

As cerâmicas vítreas com quantidade baixa a moderada de leucite, também designadas como cerâmicas feldspáticas, contêm aproximadamente 15 a 25% de leucite. Estes

crístais inibem a propagação das microfissuras, aumentando a resistência da cerâmica, assim esta cerâmica é habitualmente utilizada como revestimento de restaurações metalocerâmicas e ainda em *inlays*, *onlays* e facetas (Denry & Holloway, 2010; Giordano & McLaren, 2010).

As cerâmicas vítreas com alto conteúdo de leucite (cerca de 50%) apresentam uma melhoria das propriedades físicas e mecânicas da cerâmica, bem como o aumento da resistência à fratura e maior resistência às alterações de temperatura e à abrasão (Drummond, King, Bapna, & Koperski, 2000).

Um dos primeiros e mais populares sistemas desta categoria é o IPS Empress criado pela Ivoclar Vivadent. Desde o seu aparecimento, o desenvolvimento de novas técnicas de processamento noutros sistemas foi também evoluindo, tal como a versão maquinável IPS Empress CAD (Ivoclar Vivadent) (Giordano & McLaren, 2010).

Por último, as cerâmicas vítreas com dissilicato de lítio, foram introduzidas pela Ivoclar Vivadent pela primeira vez, como IPS Empress II, apresentando-se atualmente na forma injetável como IPS e.max Press (Ivoclar Vivadent) e na forma maquinável para Cerec como IPS e.max CAD (Ivoclar Vivadent).

Quanto à sua composição, a matriz vítrea é composta por uma matriz de silicato de lítio que equivale a aproximadamente 70% do seu conteúdo. Esta matriz vítrea de alta densidade leva a uma resistência à flexão cerca de três vezes maior do que a resistência à flexão das cerâmicas com alto conteúdo de leucite (Drummond *et al.*, 2000; Giordano & McLaren, 2010).

Apesar do seu elevado conteúdo cristalino, consegue manter a translucidez devido ao baixo índice de refração dos cristais de dissilicato de lítio. Este detalhe influencia a sua aplicabilidade clínica, e permite a utilização destas cerâmicas em tanto em regiões posteriores como em regiões anteriores estéticas (Giordano & McLaren, 2010)

### 1.3. Cerâmicas cristalinas com infiltração de material vítreo

Comercializados pela VITA Zahnfabrik como VITA In-Ceram, estes sistemas consistem em, pelo menos, duas fases interligadas em toda a extensão do material. A microestrutura é obtida através de uma matriz de alumina porosa, na qual os poros são preenchidos por vidro de aluminossilicato de lantânio. Estes sistemas diferem das categorias anteriores,

nas quais não há junção dos cristais. Existem disponíveis no mercado três sistemas infiltrados por vidro (Giordano & McLaren, 2010):

a) VITA In-Ceram SPINELL: consiste numa matriz de alumina e magnésio reforçada por uma fase cristalina. É o sistema que apresenta valores mais altos de translucidez mas, uma vez que a translucidez e a resistência são grandezas inversamente proporcionais, a resistência é relativamente baixa comparativamente com os outros sistemas. Está indicada para coroas anteriores (Giordano & McLaren, 2010; Martins *et al.*, 2010)

b) VITA In-Ceram ALUMINA: este sistema contém cerca de 70% a 85% de alumina. Apresenta uma resistência alta e uma translucidez alta a moderada, contudo, inferior ao sistema In-Ceram ZIRCONIA. Está indicado para coroas unitárias posteriores e anteriores, e próteses parciais fixas de 3 elementos anteriores. (Giordano & McLaren, 2010; Gomes *et al.*, 2008)

c) VITA In-Ceram ZIRCONIA: é composto por cerâmica à base de alumina infiltrada por vidro e reforçada por óxido de zircônio ( $ZrO_2$ ), cerca de 30-35%, o que leva a uma maior resistência à flexão (Gomes *et al.*, 2008). Por ser um sistema com opacidade equiparável às ligas metálicas, está indicado para regiões posteriores como coroas unitárias sobre dentes ou implantes e próteses parciais fixas de três elementos (Giordano & McLaren, 2010).

#### 1.4. Cerâmicas policristalinas

Neste grupo encontram-se as cerâmicas com policristais de alumina ou zircónia sem qualquer matriz vítrea. A sua composição química consiste numa estrutura policristalina densa, com os cristais firmemente condensados (Giordano & McLaren, 2010).

As cerâmicas de zircónia apresentam diversas vantagens em relação a outras cerâmicas devido aos mecanismos de endurecimento presentes na sua microestrutura, que lhes confere propriedades mecânicas vantajosas (Piconi & Maccauro, 1999).

A cerâmica à base de zircónia, quando sujeita a temperaturas elevadas assume uma forma tetragonal. Porém, à temperatura ambiente apresenta-se na sua forma estável ou

monoclínica, esta forma gera um aumento de *stress* interno. Para obter a cerâmica utilizada nas restaurações indiretas, cerâmica à base de zircónia tetragonal policristalina estabilizada com ítria, adiciona-se óxido de ítrio à zircónia pura, estabilizando assim a fase tetragonal (Y-TZP) à temperatura ambiente e aumentando a resistência à flexão e fratura. O resultado é então, uma cerâmica de elevada resistência mecânica e resistência à flexão, entre os 1000 e 1500 MPa, que se apresenta como um material extremamente atrativo na Dentisteria Restauradora, principalmente em zonas de alto compromisso mecânico (Gomes *et al.*, 2008; Kim *et al.*, 2015; Martínez Rus *et al.*, 2007).

### 1.5. Fraturas Cerâmicas

Um dos principais problemas que afeta a longevidade das restaurações cerâmicas é a fratura das mesmas. Teoricamente, quase todos os sistemas cerâmicos atuais apresentam uma adequada resistência à fratura, uma vez que todos ultrapassam o valor limite de 100 MPa, estabelecido pela norma ISO 6872 (Martínez Rus *et al.*, 2007).

No entanto, as fraturas ocorrem, e existem diversas razões para que tal aconteça. Os micro defeitos do material em si, as mudanças de temperatura da cavidade oral, o pH salivar, a fadiga cíclica resultante das forças mastigatórias, técnicas de confecção defeituosas, as forças oclusais e os hábitos parafuncionais são algumas das causas das fraturas cerâmicas (Lung & Matinlinna, 2012; Raposo *et al.*, 2009).

A falha das restaurações cerâmicas deve-se à sua incapacidade de deformação plástica, o que as torna um material com baixa maleabilidade quando sujeito a um *stress* elevado. Juntamente a este facto, as fissuras pré-existentes (*cracks*) formadas durante todo o processamento, manuseamento e/ou acabamento, podem aumentar gradualmente com o passar do tempo, devido a reatividade das suas ligações iónicas e covalentes com a água, quando submetidas a cargas externas (Salazar Marocho, Studart, Bottino, & Bona, 2010).

Outro facto que reduz a resistência das cerâmicas é a fadiga cíclica a que estão submetidas. Esta deterioração é significativa em materiais como as cerâmicas de zircónia, que apresentam mecanismos de endurecimento, nomeadamente na passagem da fase tetragonal para a monocíclica. Alguns estudos sobre o comportamento clínico destas restaurações sugerem que a presença e propagação de fissuras sujeitas a fadiga,

resultantes de forças mastigatórias cíclicas, seja um dos principais motivos para o fracasso prematuro das mesmas (Salazar Marocho *et al.*, 2010).

Atualmente, as cerâmicas de zircônia e alumina são utilizadas como materiais para infraestruturas de restaurações que serão sujeitas a elevadas concentrações de stress, como é o caso de coroas totais posteriores e próteses parciais fixas. Estas infraestruturas de elevada resistência, são revestidas por uma cerâmica feldspática que lhes confere uma alta estética e biomimetismo. Podemos encontrar estes materiais disponíveis em blocos pré-fabricados para o sistema CAD/CAM, no entanto, estudos feitos neste campo apresentam um *follow-up* de apenas 3-5 anos, o que torna a fiabilidade das restaurações à base de zircônia questionável, apesar do seu bom desempenho clínico (Borba *et al.*, 2011).

Através de um estudo realizado por Borba e os seus colaboradores (2011), concluiu-se que o conteúdo altamente cristalino e homogéneo, ou seja, pouco poroso, resulta em valores mais elevados de resistência à flexão, baixa degradação e baixa suscetibilidade à propagação de fissuras.

Uma vez que as cerâmicas de revestimento, são maioritariamente constituídas por matrizes vítreas, apresentam uma maior taxa de degradação ao longo do tempo demonstrando, neste estudo, valores baixos de resistência à flexão e à propagação de fissuras (Borba *et al.*, 2011).

As principais causas de insucesso das restaurações cerâmicas, sugeridas por Conrad *et al.* (2007), variam de acordo com o tipo de próteses: em próteses parciais fixas de óxido de alumínio e dissilicato de lítio ocorre principalmente a fratura do conector; em próteses de zircônia, as fraturas mais comuns são fraturas coesivas da cerâmica de revestimento e no caso de próteses parciais fixas metalo-cerâmicas, ocorrem maioritariamente fraturas dos dentes bem como cáries recorrentes. Cada sistema cerâmico tem as suas indicações específicas e a sua escolha deve ser feita de forma criteriosa, de maneira a garantir a longevidade do tratamento (Conrad *et al.*, 2007; Gomes *et al.*, 2008).

## **2. Sistemas CAD/CAM**



A aplicação de sistemas de *Computer-Aided Design/Computer-assisted Manufacture (CAD/CAM)* aumentou drasticamente nos últimos anos, levando à introdução de diversos sistemas no mercado. As principais vantagens do uso de tecnologia computadorizada prendem-se no rigor e precisão na construção das peças protéticas bem como no seu preço e tempo requerido (Karl, 2015).

O *CAD/CAM* foi introduzido na Medicina Dentária Restauradora por Duret e Preston, em 1970, o que potenciou o desenvolvimento em grande escala de novos materiais dentários e novas tecnologias digitais. Desde essa altura muitas mudanças têm vindo a ocorrer nos consultórios e laboratórios de prótese dentária (Van Noort, 2012).

A possibilidade de transformar rápida e previsivelmente um bloco de cerâmica numa restauração indireta e, com isso, melhorar as suas propriedades físicas, impulsionou o desenvolvimento das técnicas de confeção controladas por computador. Este tipo de materiais e processo de fabrico garantem peças protéticas de alto valor estético, estabilidade e ajustes marginais precisos (Martin & Jedykiewicz, 1999).

Os sistemas *CAD/CAM* compõem-se por três elementos principais: uma unidade que faz a aquisição de imagem, recolhendo os dados da região a ser preparada e das estruturas vizinhas e transformando-os de seguida em impressões digitais; um *software* que projeta as restaurações virtuais e faz a definição de todos os parâmetros de fresagem; e por último, uma unidade de fresagem para fabricar a restauração final a partir de blocos do material restaurador (Galhano, Pellizzer, & Mazaro, 2012). Os dois primeiros elementos do sistema executam funções importantes na fase *CAD* enquanto o terceiro é responsável pela fase *CAM* (Ting-shu & Jian, 2015).

Existem dois tipos de sistemas *CAD/CAM* que são comumente utilizados, um implica a trituração do substrato e o outro consiste numa técnica aditiva baseada na impressão tridimensional (3D) (Isso & Cho, 2016).

A técnica subtrativa consiste exclusivamente na redução de material de um bloco pré-fabricado para criar a forma da restauração desejada, designado como método de subtração. O fabrico da restauração segundo esta abordagem pode criar formas completas de um modo eficaz, mas à custa de desperdícios de grandes quantidades de material, visto

que aproximadamente 90% do bloco pré-fabricado é removido para criar a restauração dentária (Uzun, 2008; Van Noort, 2012; Walia, Thomas, Sandhu, & Santos, 2009).

Como alternativa, surgiu o método de adição, no qual são utilizados sofisticados sistemas de leitura que permitem transferir um modelo tridimensional para o computador e neste se pode analisar, modificar e desenhar a futura restauração com rigor e detalhe. Atualmente, esta leitura já pode ser feita recorrendo a sistemas de *scanner* intra-oral criados para esse fim (Lava™ C.O.S. da 3M, Trios™ da 3Shape e iTero™ da Cadent). Uma vez transferida a informação para o computador, depois de analisada e modificada através de um software específico (*CAD*), inicia-se a fase de produção. A produção é feita em unidades de fresagem, que podem ser totalmente controladas pelo computador (*CAM*) ou manualmente (Van Noort, 2012; Walia *et al.*, 2009).

### 3. Tratamentos de Superfície

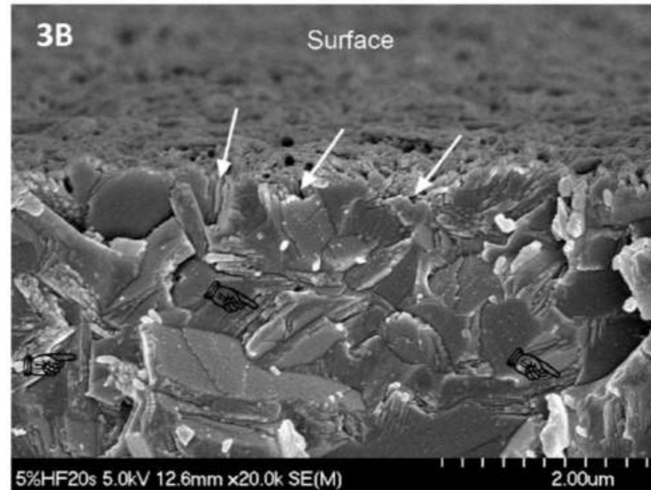
#### 3.1. Ácido Hidrofluorídrico

O ácido hidrofluorídrico (HF) é um ácido inorgânico que tem sido utilizado no tratamento de superfície de restaurações cerâmicas antes do procedimento adesivo. Em 1983 Horn demonstrou a sua capacidade de dissolver a fase vítrea de determinadas cerâmicas, conduzindo a uma superfície mais propícia à adesão (Addison, Marquis, & Fleming, 2007).

No entanto, nem todas as cerâmicas respondem da mesma maneira ao condicionamento com HF. As cerâmicas que apresentam zircónia e/ou alumina como principais constituintes, por terem baixo teor em sílica, não são suscetíveis a este ácido, sendo consideradas ácido-resistentes (Kiyani, Saraceni, Silveira, Aranha, & Eduardo, 2007; Yassini & Tabari, 2005). Pelo contrário, as cerâmicas vítreas tais como as cerâmicas de dissilicato de lítio, por apresentarem sílica incorporada na sua matriz, consideram-se ácido-sensíveis, sendo bastante suscetíveis ao HF (Colares *et al.*, 2013).

A aplicação de HF na cerâmica, dissolve a sua matriz vítrea resultando numa superfície porosa, com conseqüente exposição dos cristais (Sundfeld *et al.*, 2016), que vão atuar

como microretenções (Figura 1) favorecendo a adesão do agente de ligação (silano) e da resina composta à cerâmica (Colares *et al.*, 2013; Lise, Perdigão, Van Ende, Zidan, & Lopes, 2015).



**Figura 1.** Imagem de MEV do efeito do condicionamento com ácido hidrófluorídrico a 4,8% durante 20 segundos numa cerâmica de dissilicato de lítio. As setas indicam as microretenções. (Adaptado de Lise *et al.*, 2015).

Ao condicionar-se a superfície de uma cerâmica com HF aumenta-se a área de superfície bem como a molhabilidade da mesma potenciando a adesão de materiais resinosos (Colares *et al.*, 2013). Micromecanicamente, é possível quebrar as ligações Si-O. Estas ligações químicas podem ser depois restabelecidas através da aplicação de um agente de ligação, como é o caso do silano, e da posterior aplicação do sistema adesivo (Bacchi, Cavalcante, Scheneider, & Consani, 2010; Loomans *et al.*, 2011).

De acordo com Lise *et al.* (2015), o ácido hidrófluorídrico pode ser aplicado em diferentes concentrações, que variam de 2,5 a 10% bem como por diferentes períodos de tempo, dependendo da classificação macroestrutural da cerâmica, uma vez que diferentes concentrações e tempos podem diminuir a resistência do material (Chen, Matsumura, & Atsuta, 1998; Lise *et al.*, 2015).

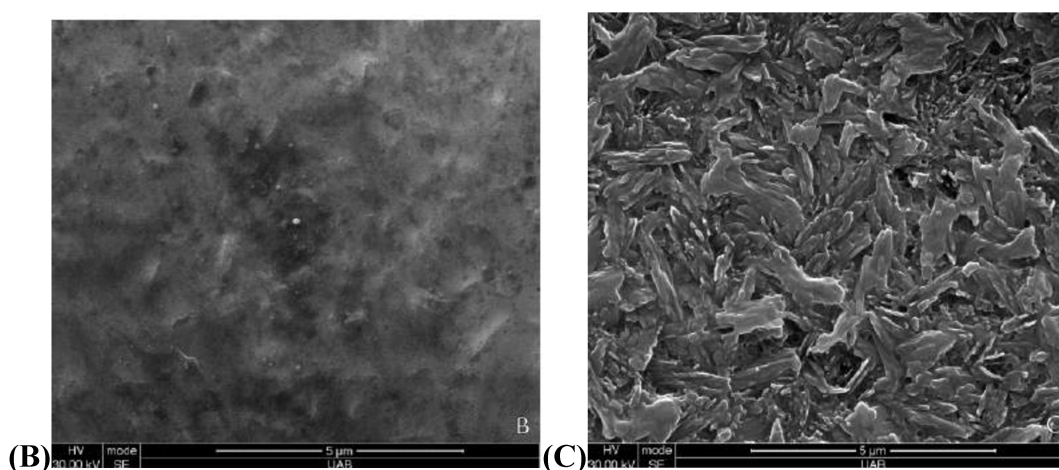
A escolha de uma maior ou menor concentração, bem como tempo de exposição do HF deve-se à quantidade de fase vítrea presente em cada tipo de cerâmica (Xiaoping, Dongfeng, & Silikas, 2014; Zogheib, Bona, Kimpara, & McCabe, 2011).

As cerâmicas ácido-sensíveis são compostas por uma matriz vítrea e por cristais, que podem ser, mono ou dissilicato de lítio ou ainda leucita, o que faz com que a concentração e o tempo de exposição ao ácido afetem de maneira diferente a resistência destas cerâmicas (Addison *et al.*, 2007; Hooshmand, Parvizi, & Keshvad, 2008; Zogheib *et al.*, 2011).

No caso das cerâmicas feldspáticas, estas compõem-se, principalmente, por uma matriz de vidro amorfo, ou seja, sem ou quase sem fase cristalina, o que leva a que o condicionamento com HF a 5% ou 9,5% entre diferentes tempos não diminua significativamente a sua resistência (Addison *et al.*, 2007; Hooshmand *et al.*, 2008).

A diversidade de materiais cerâmicos com microestruturas distintas é a essencial razão para que não seja possível executar um protocolo único de condicionamento com HF (Özcan & Vallittu, 2003).

Um estudo, realizado por Menees *et al.* (2014), refere que o condicionamento com HF deve ser o tratamento de superfície de eleição nas cerâmicas de dissilicato de lítio, pois não só tem uma distribuição uniforme pela superfície, como provoca uma alteração menos severa da mesma (Figura 2) (Menees, Lawson, Beck, & Burgess, 2014).



**Figura 2.** Imagem de MEV da superfície de uma cerâmica vítrea de dissilicato de lítio IPS e.max (Ivoclar Vivadent): (B) sem tratamento de superfície; (C) após condicionamento com ácido hidrófluorídrico 9,5% durante 20 segundos (Adaptado de Menees *et al.*, 2014)

De acordo com um estudo realizado por Kalavacharla *et al.* (2014), as cerâmicas de dissilicato de lítio, segundo as instruções do fabricante, devem ser condicionadas com ácido hidrófluorídrico a 5% durante um período de 20 segundos. No entanto, a partir de imagens de Microscopia Eletrônica de Varrimento (MEV), observou-se um melhor padrão de condicionamento da superfície da cerâmica de dissilicato de lítio com o condicionamento com HF a 9,5% durante 60 segundos (Kalavacharla *et al.*, 2014).

Após o condicionamento ácido é necessária a aplicação de um agente de acoplamento (silano) na superfície da cerâmica de maneira a criar uma interação química, através de ligações de siloxano, entre a sílica presente na fase vítrea da cerâmica e o metacrilato da resina composta. Ao realizar o condicionamento seguido de silanização ocorre um aumento de energia superficial e da molhabilidade, diminuindo o ângulo de contacto entre a resina e a cerâmica e promovendo uma ligação química entre as mesmas (Fornazari, Wille, Meda, Brum, & Souza, 2017; Lise *et al.*, 2015)

### 3.2. Ácido Ortofosfórico

Relativamente à aplicação de ácido ortofosfórico na superfície das cerâmicas, este tem apenas a função de limpeza superficial e não produz microrugosidades, como ocorre no esmalte e na dentina, nem altera o padrão morfológico das cerâmicas/resinas compostas. Ao remover os detritos e contaminantes orgânicos, expõe as irregularidades e as partículas inorgânicas existentes na superfície, promovendo assim, um contacto entre a resina e a superfície cerâmica com retenções mecânicas criadas pelo HF (Masioli *et al.*, 2006; Sobreira, Azevedo, Filho, Vidal, Barros & Ferreira, 2008; Bacchi *et al.*, 2010).

### 3.3. Óxido de Alumínio

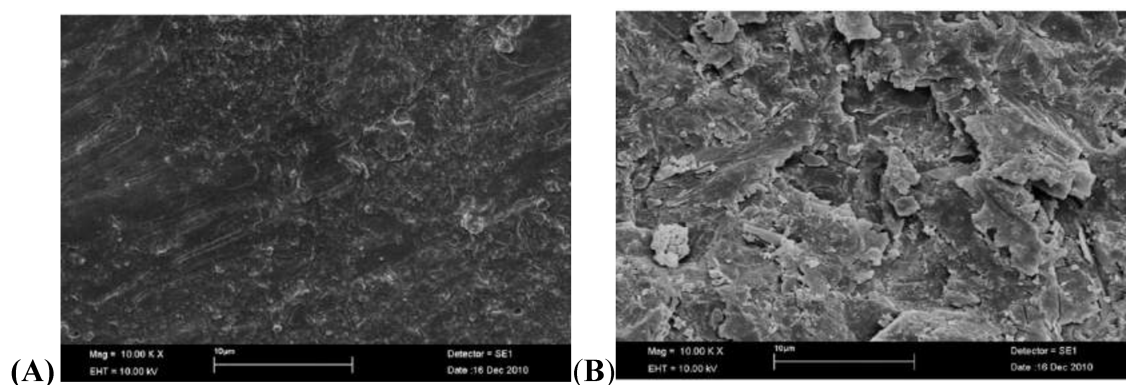
O jateamento com partículas de óxido de alumínio consiste na aplicação de partículas abrasivas sob pressão, durante alguns segundos, numa superfície a ser aderida (Özcan & Vallittu, 2003).

Esta técnica aumenta a área superficial e promove a formação de retenções micromecânicas, diminuindo a tensão superficial através da formação de uma camada

irregular nas cerâmicas e resinas compostas. Além disso, promove a limpeza do substrato, ao remover a camada superficial contaminada (Özcan & Vallittu, 2003).

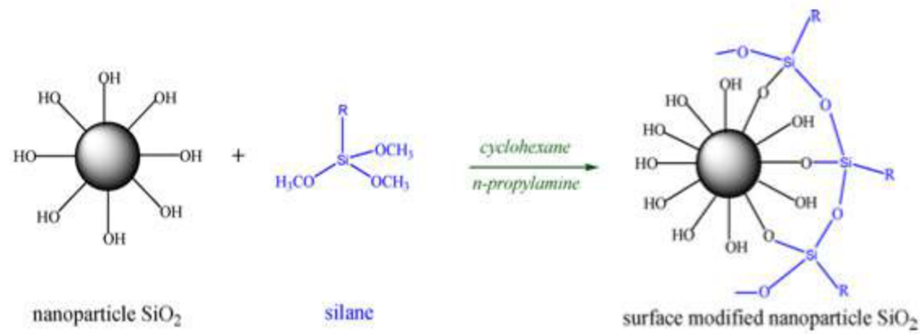
Quando as partículas atingem a superfície, desfazem parcialmente o substrato, criando microrugosidades (Figura 3), que facilitam a penetração dos monómeros de silano, da resina adesiva e da resina composta (Makishi *et al.*, 2016).

O jateamento tem demonstrado bons resultados na adesão de restaurações indiretas em resina composta e cerâmica, bem como na reparação intraoral de restaurações em cerâmica com resina composta (Duzyol, Sagsoz, Polat Sagsoz, Akgul, & Yildiz, 2016; Soares, Giannini, Oliveira, Paulillo, & Martins, 2004)



**Figura 3.** Imagens de MEV de uma cerâmica de dissilicato de lítio sem tratamento de superfície (A) e após jateamento com óxido de alumínio. (Adaptado de Guarda *et al.*, 2013)

A silicatização da superfície através de sistemas como o Rocatec™ ou CoJet™ (3M, ESPE), inicialmente desenvolvidos para peças metálicas, tornou-se também útil no tratamento de superfície das cerâmicas ácido-resistentes com alto teor em alumina e zircônio e com baixo teor em sílica. Estes sistemas baseiam-se na deposição de partículas de óxido de alumínio revestidas por sílica, normalmente com 30  $\mu$ m de tamanho na superfície da restauração. A pressão e temperatura geradas durante o processo criam depressões permitindo a incorporação da sílica no substrato, tornando-o mais recetivo ao silano e aumentando o potencial adesivo destes materiais (Figura 4) (Della Bona, Borba, Benetti, & Cecchetti, 2007; Özcan & Vallittu, 2003; Soares *et al.*, 2004).



**Figura 4.** Esquema representativo da reação entre as moléculas de silano e as superfícies revestidas por sílica. (Karabela & Sideridou, 2011)

Nas cerâmicas de Dissilicato de lítio, por não serem cerâmicas ácido-resistentes e já conterem sílica na sua fase vítrea, este procedimento não está indicado (Della Bona *et al.*, 2007).

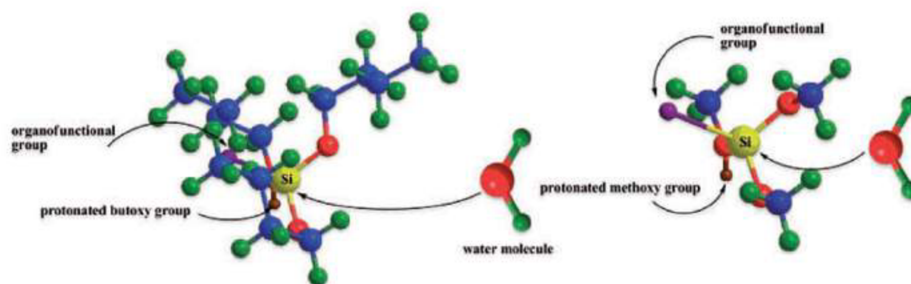
### 3.4. Silanização

Os silanos são cada vez mais utilizados em Medicina Dentária devido à sua extrema importância nos sistemas de reparação de cerâmicas e na adesão de cerâmicas a resinas compostas bem como à estrutura dentária, servindo de agente de ligação entre os diferentes materiais (Hooshamnd, Vannort, & Keshvad, 2004; Lung & Matinlinna, 2012).

Sendo moléculas bifuncionais, os silanos contêm um grupo organo-funcional, o qual reage com a matriz orgânica, e três grupos alcoxi hidrolisáveis (Lise *et al.*, 2015).

O silano pode ser representado com a seguinte fórmula química,  $Z-(CH_2)_n-Si-(OR)_3$ , sendo que, o Z representa o grupo organo-funcional que reage com a matriz orgânica da resina composta, o  $CH_2$  é o grupo de ligação e o OR representa o grupo alcoxi (Yao *et al.*, 2017).

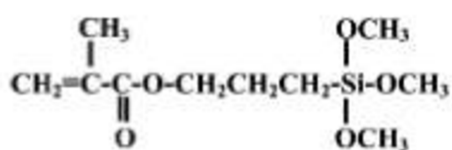
Para exercerem a sua função de agentes de ligação os grupos alcoxi dos silanos devem então interagir com a sílica presente nas cerâmicas vítreas, e, para que isso ocorra, necessitam de ser ativados através de uma reação de hidrólise, a um pH entre 3 e 5 (Figura 5) (Yao *et al.*, 2017; Zakir *et al.*, 2016).



**Figura 5.** Efeito dos grupos Alcoxi na reação de hidrólise do Silano (Yao *et al.*, 2017).

O grupo organofuncional do silano consiste em duplas ligações de carbono (C=C) que podem reagir com os grupos funcionais presentes na matriz orgânica das resinas compostas. Esta reação inicia-se através dos iniciadores presentes nas resinas que se decompõem quando fotopolimerizados libertando radicais livres, os quais reagem tanto com os monómeros da resina como com o silano, originando ligações simples de carbono C-C e formando assim, a ligação entre um material inorgânico como a cerâmica e a resina composta (Yao *et al.*, 2017).

Em Medicina Dentária, o silano mais utilizado é o 3-metacriloxipropiltrimetoxisilano (3-MPS) devido à compatibilidade do seu grupo metacrilato com os dimetacrilatos das resinas compostas (Figura 6) (Hooshmand *et al.*, 2004).



**Figura 6.** Estrutura química do 3-metacriloxipropiltrimetoxisilano. (Hooshmand *et al.*, 2004)

Atualmente, os silanos comerciais classificam-se em dois grupos, os não hidrolisados e os pré-hidrolisados. Os primeiros consistem no silano (não hidrolisado) diluído numa solução de etanol, separada de uma solução aquosa de ácido acético. Antes da sua aplicação, as duas soluções devem ser misturadas para que ocorra a ativação do silano através da reação de hidrólise (Alex, 2008; Hooshmand *et al.*, 2004; Lung & Matinlinna, 2012).



Os silanos pré-hidrolisados consistem, geralmente, num frasco que dispõe de 1 a 5% de silano numa solução aquosa ou álcool, com ácido acético, cujo pH varia entre 4 e 5. Estudos prévios demonstram que estes silanos (pré-hidrolisados) têm um maior grau de hidrólise que proporciona uma maior adesão a longo prazo. No entanto, apresentam um prazo de validade curto, assim, se o aspeto do silano for baço ou leitoso, este não deve ser utilizado, uma vez que poderá indicar que algum tipo de precipitação possa ter ocorrido (Alex, 2008; Hooshmand *et al.*, 2004; Lung & Matinlinna, 2012).

Os silanos não hidrolisados (geralmente em dois frascos) vieram compensar a desvantagem que se encontra nos silanos pré-hidrolisados (um frasco) apresentando uma maior validade (Yao *et al.*, 2017).

Mais recentemente, surgiram no mercado agentes de silanização nos quais foi introduzida a molécula 10-MDP, tais como o Monobond Plus (Ivoclar Vivadent). Estes agentes, são considerados como *primers* universais, uma vez que incluem a molécula 3-MPS, que forma ligações estáveis com as cerâmicas à base de sílica e, por sua vez, o 10-MDP que se liga aos óxidos das cerâmicas (Cardenas *et al.*, 2017; Zakir *et al.*, 2016).

Em relação ao modo de aplicação, deve ser aplicada uma quantidade mínima de silano na superfície das cerâmicas/resinas compostas pois, mais do que uma ou duas camadas pode criar uma camada intrinsecamente fraca, dado que as ligações entre moléculas de silano são ligações fracas (Alex, 2008).

Relativamente ao aquecimento dos silanos, vários estudos provam que aquecer a superfície silanizada permite obter melhores valores de adesão (Peixoto F., Batitucci, Daroz, & Sampaio F., 2013). Em 1995, Roulet *et al.* demonstraram que o aquecimento a 100°C duplicou os valores de resistência adesiva. Outra vantagem do aquecimentos dos silanos deve-se ao facto destes serem instáveis sob condições húmidas, assim sendo, o seu tratamento térmico elimina contaminantes, como a água e o álcool, que prejudicam a adesão melhorando a resistência adesiva entre a resina e a cerâmica (Ho & Matinlinna, 2011).

## 4. Resinas Compostas

As resinas compostas são dos materiais mais utilizados na Medicina Dentária. São utilizadas na maioria das vezes como materiais de restauração direta e indireta, mas também podem ser usadas como selantes de fissuras, em cimentação de coroas, cimentos endodônticos, facetas, próteses parciais fixas, bem como no campo da ortodontia (Ferracane, 2011).

Desde o aparecimento das primeiras resinas compostas há mais de 50 anos, a sua popularidade foi imediata, uma vez que apresentam propriedades estéticas e mecânicas consideradas ideais. A composição das resinas compostas desenvolveu-se significativamente a partir do momento em que foram introduzidas no mundo da Medicina Dentária (Canché-Escamilla, Duarte-Aranda, & Toledano, 2014).

De um modo geral são compostas por quatro constituintes: uma matriz polimérica orgânica, partículas de carga inorgânica, um agente de acoplamento e um sistema iniciador-acelerador da reação de polimerização (Ferracane, 2011; Karabela & Sideridou, 2011; Scougall-Vilchis, Hotta, Hotta, Idono, & Yamamoto, 2009).

A matriz orgânica é constituída maioritariamente por monómeros dimetacrilato sendo o Bisfenol-Aglicidil metacrilato (Bis-GMA), o monómero mais utilizado. Este monómero, introduzido por Bowen em 1962, por apresentar uma elevada viscosidade, encontra-se dissolvido com outros monómeros de baixo peso molecular, tal como o dimetacrilato de etilenoglicol (EDGMA), o trietilenoglicol dimetacrilato (TEGDMA), o uretano dimetacrilato (UDMA) entre outros, de modo a obter uma consistência clinicamente aceitável (Ferracane, 2011; Rodrigues, Scherrer, Ferracane, & Bona, 2008; Zimmerli, Strub, Jeger, Stadler, & Lussi, 2010).

Este conjunto de monómeros, quando ativado pela luz, cria uma rede de polímeros tridimensional, sendo fundamental a presença de um fotoiniciador e de um acelerador, para que esta reação ocorra, normalmente uma canforoquinona e uma amina terciária respetivamente. A este fenómeno dá-se o nome de fotopolimerização (Ferracane, 2011; Rodrigues, Scherrer, Ferracane, & Bona, 2008; Zimmerli, Strub, Jeger, Stadler, & Lussi, 2010).

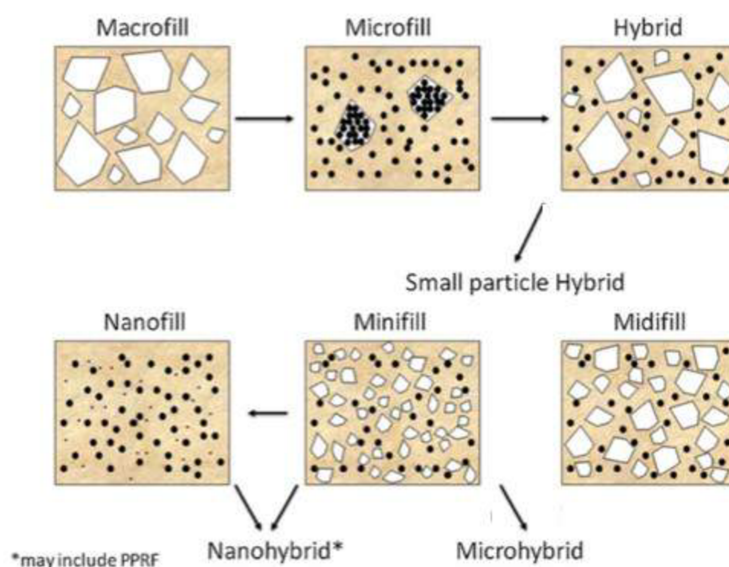
As partículas de carga inorgânica apresentam diferentes tamanhos e formas e são constituídas majoritariamente por quartzo, cerâmica ou sílica combinadas com óxidos de bário, estrôncio, zinco, alumínio e zircônio, que lhes conferem radiopacidade. São adicionadas à matriz orgânica de forma a melhorar a resistência às forças de compressão, tensão e desgaste, a aumentar a dureza, a reduzir as alterações dimensionais bem como a contração de polimerização e a absorção de água e ainda de forma a facilitar a manipulação das resinas compostas. (Beun, Glorieux, Devaux, Vreven, & Leloup, 2007; Ferracane, 2011; Zimmerlic *et al.*, 2010).

Em relação à união das duas fases da resina (orgânica e inorgânica), esta é feita a partir da incorporação de uma molécula bifuncional, o agente de silanização (Anusavice *et al.*, 2013). O mecanismo de união entre a matriz orgânica e as partículas de carga inorgânicas ocorre através da ligação dos monómeros da matriz com o grupo funcional orgânico do silano que, por outro lado, se liga à superfície das partículas de carga inorgânica através da condensação dos grupos silanol com os grupos hidroxilo das partículas de sílica do substrato inorgânico (D'Alpino *et al.*, 2016). Quando ocorre a polimerização, os grupos metacrilato do organossilano formam ligações covalentes com a resina, fortalecendo a ligação entre as duas fases (Anusavice *et al.*, 2013).

Diversas medidas têm sido tomadas para melhorar o desempenho clínico das resinas compostas. Como exemplo, na porção inorgânica, têm sido feitas alterações na carga, tamanho, silanização e desenvolvimento de novas partículas. A pesquisa na área da matriz orgânica é feita no sentido do desenvolvimento de novos monómeros e, principalmente, na criação de métodos que reduzam o stress associado à contração de polimerização (Beun *et al.*, 2007; Ferracane, 2011).

#### 4.1. Classificação das Resinas Compostas

Quanto à classificação das resinas compostas, há uma tendência para classificar as resinas compostas de acordo com o tamanho das partículas (Figura 1), devido à grande influência que estas têm nas propriedades físicas destes materiais. (Hervás-García, Martínez-Lozano, Cabanes-Vila, Barjau-Escribano, & Fos-Galve, 2006; Karabela & Sideridou, 2011; Zimmerli *et al.*, 2010).



**Figura 7.** Classificação das resinas compostas segundo o tamanho das partículas de carga. (Adaptado de Ferracane, 2011)

Lutz e Phillips dividiram as resinas compostas em três tipos; as macroparticuladas com partículas entre 0,1 e 100  $\mu\text{m}$ , as microparticuladas com partículas com 0,04  $\mu\text{m}$  e por fim as híbridas com partículas de tamanhos variáveis (Hervás-García *et al.*, 2006).

As resinas macroparticuladas foram as primeiras resinas compostas introduzidas no mercado, são materiais bastante resistentes com partículas de grandes dimensões (10-100 $\mu\text{m}$ ), no entanto o seu polimento é difícil de executar e apresentam uma baixa resistência à abrasão, que resulta em restaurações com superfícies rugosas e com baixa translucidez. São materiais antigos que se encontram em desuso (Anusavice, Shen, & Rawls, 2013; Ferracane, 2011).

As microparticuladas surgiram com o intuito de melhorar a estética pouco conseguida das resinas macroparticuladas, são compostas por partículas cujo tamanho varia entre 0,01 a 0,05  $\mu\text{m}$ . A sua superfície é facilmente polida, porém apresenta fracas propriedades mecânicas principalmente quando aplicadas em zonas submetidas a grandes cargas oclusais, devido ao seu conteúdo em partículas ser relativamente baixo (Ferracane, 2011).

Um dos avanços mais relevantes nos últimos anos foi a investigação e aplicação da nanotecnologia nas resinas compostas (Beun *et al.*, 2007; Karabela & Sideridou, 2011).

As resinas compostas híbridas oferecem propriedades estéticas razoáveis, mas excelentes propriedades mecânicas devido à incorporação de partículas, cujo tamanho médio varia entre 15-20  $\mu\text{m}$  e 0,01 e 0,05  $\mu\text{m}$  (Karabela & Sideridou, 2011).

As resinas compostas nanoparticuladas aliam as boas propriedades mecânicas das resinas híbridas com a elevada estética e qualidade de polimento das resinas microparticuladas. As dimensões diminuídas das suas partículas (0,1-100 nm) e a sua distribuição vasta de tamanhos, faz com que se consiga obter um aumento no volume das partículas de carga, diminuindo a contração de polimerização e melhorando as propriedades mecânicas, tais como, a resistência à tensão, à compressão e à fratura. Por outro lado, o tamanho reduzido das partículas obtém também ótimas propriedades óticas, uma vez que o seu diâmetro é impossível de detetar no espectro de luz visível (Beun *et al.*, 2007; Karabela & Sideridou, 2011).

As resinas compostas nanoparticuladas combinam as excelentes propriedades mecânicas, obtidas pelas resinas compostas híbridas com a estética e ótimo polimento conseguidos pelas microparticuladas, através da combinação de nanopartículas de tamanhos compreendidos entre os 40 e 50 nm, designadas nanómeros, com aglomerados destas partículas, os *nanoclusters* (Curtis, Palin, Fleming, Shortall, & Marquis, 2009; Karabela & Sideridou, 2011)

Os *nanoclusters*, devido ao mecanismo de abrasão, fragmentam-se em nanopartículas que, devido à sua dimensão na ordem dos nanómetros, mantêm a superfície polida durante mais tempo, quando comparada com os outros sistemas de resinas compostas referidos anteriormente (Zimmerli *et al.*, 2010).

## 5. Adesão

O sucesso de um tratamento restaurador depende dos materiais que irão garantir a adesão entre os diferentes substratos (Lorenzoni e Silva, Pamato, Kuga, So, & Pereira, 2016).

Segundo Anusavice *et al.* (2013) podemos definir adesão como uma atração superficial promovida por uma força entre moléculas ou átomos de duas espécies diferentes. Esta

adesão pode ser química (ligações covalentes, pontes de hidrogênio, ligações de Van der Waals), mecânica (ligações estruturais) ou ainda uma combinação mecânico-química.

A adesão de um material à estrutura dentária, pode ser obtida quando temos como substratos o esmalte e a dentina, no entanto pode também ser feita entre diferentes materiais (cerâmica-resina, resina-resina, metal-cerâmica, entre outros). Os sistemas adesivos são constituídos por três elementos básicos: ácido, *primer* e adesivo (Anusavice *et al.*, 2013; Breschi, Ferracane, Cadenaro, Mazzoni, & Hilton, 2013).

Buonocore, em 1955, demonstrou o efeito do ácido ortofosfórico no esmalte, introduzindo a técnica do condicionamento ácido, desde então o avanço no campo da adesão foi exponencial com o aparecimento de diversos sistemas adesivos e com o desenvolvimento de várias técnicas adesivas (Anusavice *et al.*, 2013; Perdigão & Geraldeli, 2003).

## 5.1. Classificação dos Sistemas Adesivos

A classificação dos sistemas adesivos mais aceita atualmente tem por base a sua forma de interação com as estruturas dentárias e no número de etapas necessárias para a sua aplicação (Bart Van Meerbeek *et al.*, 2003).

Podem ser classificados em dois grupos, sendo um deles designado como *etch and rinse*, neste, o ácido que condiciona a superfície dentária encontra-se separado dos outros componentes e é sempre removido/lavado após a sua aplicação, sendo removida simultaneamente a *smear-layer*.

*Smear-layer* define-se como a camada microscópica de detritos que cobre a superfície do esmalte e da dentina, produzida pelo corte mecânico da superfície dentária (Anusavice *et al.*, 2013).

De seguida, aplica-se o *primer*, uma solução que contém monómeros, como o HEMA, com dois grupos funcionais – um grupo hidrofílico, com afinidade para a superfície da dentina e um grupo hidrofóbico que proporciona a ligação com os monómeros de metacrilato das resinas (Cardoso *et al.*, 2011).

Os monómeros do *primer* encontram-se diluídos em solventes orgânicos, tal como a acetona ou o álcool e a água que, possuem a capacidade de remover a água residual da superfície do dente, preparando a rede de colagénio, para receber a resina adesiva hidrofóbica (Cardoso *et al.*, 2011).

A resina adesiva, ou *bonding*, ao ser aplicada, penetra na malha de colagénio bem como nos túbulos dentinários e copolimeriza com o *primer*, resultando na formação de uma camada híbrida, constituída por *primer*, *bonding* e colagénio dentinário, que, através da presença de *resin tags* (extensões de resina adesiva polimerizada no interior dos túbulos dentinários e nas porosidades criadas pelo condicionamento ácido), possibilita a retenção micromecânica da resina composta (Cardoso *et al.*, 2011; B Van Meerbeek *et al.*, 1993)

Estes sistemas adesivos podem ser aplicados em três (ácido + *primer* + adesivo) ou duas etapas (ácido + *primer* e adesivo) (Breschi *et al.*, 2013; Bart Van Meerbeek *et al.*, 2003).

Na tentativa de simplificar e diminuir o tempo de trabalho, surgiu o segundo grupo de sistemas adesivos, o dos adesivos *self-etch* ou autocondicionantes. Neste, o *primer* já se encontra associado ao ácido (*primer* ácido), originando monómeros acídicos, levando a que o condicionamento ácido da estrutura dentária e as funções do *primer* ocorram em simultâneo (Perdigão & Geraldini, 2003; Bart Van Meerbeek *et al.*, 2003).

Estes sistemas, *self-etch*, podem ser aplicados em dois (*primer* ácido + adesivo) passos ou num único (*primer* ácido e adesivo) (Breschi *et al.*, 2013).

A simplificação da técnica teve como objetivo a diminuição do tempo de aplicação dos sistemas adesivos bem como do risco de cometer erros de manipulação. Além disso, uma vez que a *smear-layer* não é removida na sua totalidade, a sensibilidade pós-operatória é teoricamente menor (De Munck *et al.*, 2005; Perdigão & Geraldini, 2003; Bart Van Meerbeek *et al.*, 2003).

Alguns sistemas *self-etch* podem conter monómeros funcionais, tanto no *primer* como no *bonding* (resina adesiva) de modo a associar a adesão química à adesão micromecânica existente. O monómero ácido de metacrilóxido dihidrogênio fosfato (10-MDP) contém um grupo polimerizável que reage com outros monómeros resinosos através da copolimerização e um grupo funcional ácido que lhe fornece a capacidade de interagir e ligar à hidroxiapatite da dentina e do esmalte. (Fukegawa *et al.*, 2006; Kim *et al.*, 2015).

As moléculas de fosfato presentes no 10-MDP conseguem ligar-se diretamente aos grupos hidroxilo presentes na superfície de cerâmicas que não contêm sílica, tais como as cerâmicas de zircônia (Fornazari *et al.*, 2017).

Recentemente, foram desenvolvidos e introduzidos no mercado os sistemas adesivos universais, também denominados multi-modo. Estes sistemas, estão indicados para aderir materiais restauradores à base de metacrilato, tanto à estrutura dentária como a outros substratos como resinas compostas, cimentos resinosos, cimentos de ionómero de vidro, metal e cerâmica feldspática ou reforçada (Breschi *et al.*, 2013).

Existem ainda alguns sistemas adesivos universais que contêm agentes de silano na sua composição, possibilitando a adesão a superfícies cerâmicas bem como a reparação das mesmas com resina composta (Anusavice *et al.*, 2013; Breschi *et al.*, 2013).

## 6. Testes Laboratoriais

### 6.1. Termociclagem

Os materiais restauradores utilizados regularmente em Medicina Dentária são submetidos a alterações térmicas que ocorrem no meio oral. A ocorrência de alguns insucessos clínicos como a alteração de cor e a infiltração marginal que pode, por sua vez, levar a cáries secundárias, podem estar associados a estas mudanças térmicas (Gale & Darvell, 1999).

A temperatura intraoral pode variar de acordo com a rotina alimentar, ingestão de bebidas quentes ou frias bem como com a respiração. A estas alterações estão sujeitos tanto os materiais restauradores, como a superfície dos dentes (Cenci *et al.*, 2008; Gale & Darvell, 1999).

Por intermédio de estudos de termociclagem, pode-se simular a reação dos materiais mediante a entrada de substâncias quentes ou frias na cavidade oral, demonstrando a relação do coeficiente linear de expansão térmica entre o dente e o material restaurador (Cenci *et al.*, 2008).



Segundo Gale e Darvell (1999), as temperaturas escolhidas na maioria dos estudos, são exageradamente extremas para representar as oscilações de temperatura da cavidade oral, sugerindo um intervalo entre os 15°C e os 45°C, com uma variação de tempo entre os 28 segundos e os 35 segundos. Porém, os valores mais utilizados, segundo a norma ISSO/TS 11405: 2003, são uma variação entre os 5°C e os 55°C, com um intervalo de 30 segundos (Stewardson, Shortall, & Marquis, 2010).

Outro parâmetro que deve ser controlado é o número de ciclos a efetuar, apesar de o número de ciclos experienciados *in vivo* ser indeterminado, foi feita uma estimativa que defende a ocorrência de 10.000 ciclos no espaço de um ano (Gale & Darvell, 1999).

Em relação às condições em que os ciclos decorrem, defende-se o uso de água destilada, no entanto existem estudos feitos com saliva artificial, sendo que Gale & Darvell (1999) aconselham o seu uso ao invés da água destilada, pois a saliva artificial permite uma maior aproximação às condições da cavidade oral.

## 6.2. Microtração

Os testes de microtração ( $\mu$ TBS) atingiram nos últimos anos uma grande importância no mundo da investigação, uma vez que superam algumas limitações dos testes de resistência ao cisalhamento (A. M. de Andrade *et al.*, 2010; Gallusi, Galeano, Libonati, Giuca, & Campanella, 2009; Lula *et al.*, 2014).

A principal característica destes testes consiste no reduzido tamanho das amostras, que leva a uma melhor distribuição do *stress*, reduzindo também o número de amostras necessárias para o estudo. A hipótese de existirem defeitos originados por fraturas no substrato é também reduzida, levando a que a força adesiva possa ser medida em pequenas áreas. Assim, atualmente, são considerados os testes mais válidos para avaliar as forças adesivas (Gallusi *et al.*, 2009; Lula *et al.*, 2014).

A desvantagem mais referida na maioria dos estudos é a fratura precoce dos palitos na fase de preparação das amostras. Nesta fase podem também originar-se defeitos estruturais e *cracks* que influenciam os valores da força adesiva (Gallusi *et al.*, 2009).

Os resultados dos testes de microtração podem ser afetados por variados fatores referentes à amostra, à camada adesiva, ao substrato e à interface adesiva (Lula *et al.*, 2014).



## **II. OBJETIVO**

O objetivo deste estudo é:

Avaliar a influência da aplicação de diferentes agentes de silanização e tempos de atuação de ácido hidrofluorídrico (9,5%) na resistência adesiva ( $\mu$ TBS) de uma cerâmica vítrea de dissilicato de lítio (IPS e.max).

## **III. HIPÓTESES DE ESTUDO**

### **Hipótese nula:**

A resistência adesiva ( $\mu$ TBS) da cerâmica não é influenciada pelos diferentes tipos de agentes de silanização.

### **Hipótese alternativa:**

A resistência adesiva ( $\mu$ TBS) da cerâmica é influenciada pelos diferentes tipos de agentes de silanização.

### **Hipótese nula:**

A resistência adesiva ( $\mu$ TBS) da cerâmica não é influenciada pelo condicionamento com ácido hidrofluorídrico a 9,5% durante diferentes tempos.

### **Hipótese alternativa:**

A resistência adesiva ( $\mu$ TBS) da cerâmica é influenciada pelo condicionamento com ácido hidrofluorídrico a 9,5% durante diferentes tempos.

*Influência da aplicação de diferentes agentes de silanização e tempos de atuação de ácido hidrofluorídrico na resistência adesiva ( $\mu$ TBS) de uma cerâmica IPS e.max*

## IV. MATERIAIS E MÉTODOS

### 1. Materiais

*Tabela 1.* Materiais utilizados no estudo.

<b>Tipo de Material</b>	<b>Nome Comercial</b>	<b>Composição</b>	<b>LOTE</b>	<b>Validade</b>
Cerâmica	IPS e.max CAD (Ivoclar Vivadent, Schann, Liechtenstein)	SiO <sub>2</sub> , Li <sub>2</sub> O, K <sub>2</sub> O, MgO, Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> e outros óxidos	V49313	-
Resina Composta	Enamel Plus Hri (Micerium S.p.a)	UDMA, Bis-GMA, Butanodiol, Dimetacrilato, Partículas de vidro, Nanopartículas de óxido de zircónia	2017000418 2016001162 2016008171	1/22
Silano	Bis-silane (Bisco Inc., Schaumburg, USA)	Etanol, Metacriloxipropiltrimetoxisilano, Ácido propanóico	1600001184 1600001185	14/18
Silano	Monobond Plus (Ivoclar Vivadent)	Etanol, Metacrilato de sulfido, Metacrilato de ácido fosfórico, Metacrilato de silano	V21266	
Silano	Espe Sil (3M ESPE)	MPS – 3- metacriloxipropiltrimetoxisilano, Etanol	632307	6/19
Silano	Monobond Etch &Prime (Ivoclar Vivadent)	Etanol, Água, Polifluoreto de amónio, Metacrilato de silano	W05619	1/19
Ácido Hidrofluorídrico 9,5%	Porcelain Etchant (Bisco Inc., Schaumburg, USA)	Ácido Hidrofluorídrico, Ácido sulfúrico poliacrilamida metilpropano	1600002039	3/19
Adesivo	Optibond FL (Kerr, Scafati, Itália)	Bis-GMA, HEMA, GPDM, vidro de borossilicato de bário- alumínio, hexafluorossilicato de disódio, sílica fumada	6158322	5/18

## **2. Metodologia**

### **2.1. Seleção das amostras**

Para constituir a amostra desta investigação foram selecionados onze blocos pré-sinterizados de cerâmica vítrea de dissilicato de lítio IPS e.max (Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein) (Figura 8) com as seguintes dimensões, 12x14x7. Cada bloco foi dividido em duas partes iguais (Figura 9) no micrótopo manual (Isomet 1000, Buehler Ltd, Lake Bluff, IL, USA) (Figura 10), constituindo uma amostra total de vinte e dois blocos.



**Figura 8.** Bloco de IPS e.max (Ivoclar vivadent)



**Figura 9.** Bloco de cerâmica cortado em duas partes iguais.



**Figura 10.** Micrótopo manual Isomet 1000, Buehler Ltd, Lake Bluff, IL, USA

Foram estudados quatro agentes de silanização comerciais: Bis-silane (Bisco Inc., Schaumburg, USA), Espe Sil (3M ESPE), Monobond Plus (Ivoclar Vivadent) e Monobond Etch and Prime (Ivoclar Vivadent) e dois tempos de aplicação de ácido hidrófluorídrico com concentração de 9,5%.

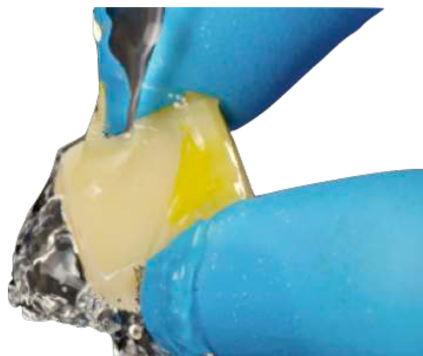
Os blocos foram separados aleatoriamente em quatro grupos, de acordo com o agente de silanização a ser utilizado: **G1** (Bis silane); **G2** (Espe Sil); **G3** (Monobond Plus) e **G4** (Monobond Etch and Prime). Todos os grupos, exceto o **G4**, foram subdivididos em dois subgrupos de acordo com o tempo de aplicação do ácido hidrófluorídrico: **T1** (20 segundos) e **T2** (60 segundos) (n=3).

## **2.2. Preparação das amostras**

Todos os blocos de IPS e.max, exceto os três blocos tratados com o agente de silanização Monobond Etch and Prime (Ivoclar Vivadent), **G4**, foram sujeitos a condicionamento ácido com ácido hidrófluorídrico a 9,5% (Porcelain Etchant, Bisco Inc., Schaumburg, USA) (Figura 11) deixando-se atuar durante 20 ou 60 segundos (**T1** e **T2** respectivamente), seguido de lavagem abundante durante 20 segundos num agente neutralizador e secagem por 5 segundos com jato de ar (Figura 12).



*Figura 11.* Ácido hidrófluorídrico a 9,5% (Porcelain Etchant, Bisco Inc., Schaumburg, USA)



*Figura 12.* Lavagem abundante com água durante 20 segundos

Após a secagem foi aplicado ácido ortofosfórico com concentração de 35% (Ultra-Etch, Ultradent Inc.) (Figura 13) com um *microbrush* durante 1 minuto, seguido de lavagem abundante durante 20 segundos.



**Figura 13.** Ácido ortofosfórico (35%) (Ultra-Etch, Ultradent Inc.)

Depois da secagem com jato de ar durante 5 segundos, as amostras foram colocadas no banho por ultrassons com água destilada durante 5 minutos.

Os diferentes agentes silano foram aplicados com um *microbrush*, de acordo com as instruções do fabricante (Tabela 2): **G1**, **G2**, **G3** e **G4** (Figuras 14, 15, 16, 17 e 18) sendo que, após a sua aplicação, foram aquecidos no forno a 100°C durante 1 minuto, com exceção do **G4**.



**Figura 14.** Bis-Silane (Bisco Inc., Schaumburg, USA)



**Figura 15.** Espe-Sil (3M ESPE)

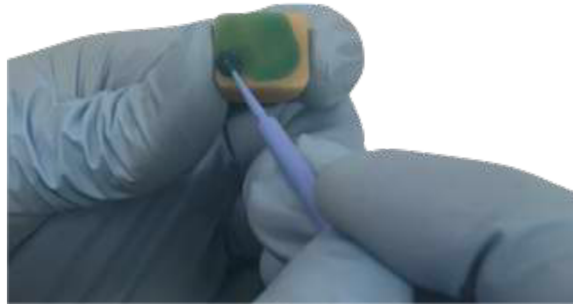


**Figura 16.** Monobond Etch&Prime (Ivoclar Vivadent)



**Figura 17.** Monobond Plus (Ivoclar Vivadent)





**Figura 18.** Aplicação do agente de silanização Monobond Plus (Ivoclar Vivadent)

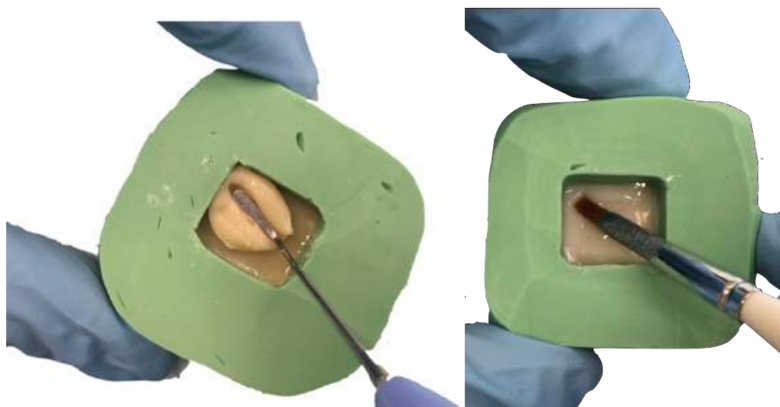
Após a aplicação dos agentes de silanização, as amostras exceto as amostras do **G4**, foram colocadas durante 1 minuto no forno (D.I-500 Coltène) a 100°C.

De seguida foram aplicadas com um *microbrush*, duas camadas do adesivo Optibond FL (Kerr, Scafati, Itália) (Figura 19), sem fotopolimerizar.



**Figura 19.** Optibond FL (Kerr, Scafati, Itália)

Posteriormente, aplicou-se e condensou-se com o auxílio de um molde de silicone (Figura 20) e dos instrumentos LM 6840 Xsi (Style Italiano) uma primeira camada de 1mm de espessura e três restantes com 2mm de espessura de resina composta (Enamel Plus Hri D0, Micerium S.p.a) (Figura 21) previamente aquecida no forno ENA Heat (Micerium S.p.a., Avegno, Ge, Italy) a 55°C.



**Figura 20.** Condensação da resina composta com o auxílio de um molde de silicone



**Figura 21.** Resina composta (Enamel Plus Hri, Micrium S.p.a)

Cada camada foi fotopolimerizada durante 40 segundos com um fotopolimerizador Elipar TM DeepCure-S (3M ESPE) (Figura 22). A calibração do fotopolimerizador foi efetuada entre cada amostra do grupo para garantir que a intensidade luminosa se mantinha com valores de  $1470 \text{ mW/cm}^2$ .



**Figura 22.** fotopolimerizador Elipar TM DeepCure-S (3M ESPE)

**Tabela 2.** Grupos experimentais e respectivos protocolos de aplicação.

GRUPO	PROTOCOLO
<b>G1 (BS)</b>	Misturou-se uma gota da solução A e uma gota da solução B, aplicou-se 1 camada fina na superfície, deixou-se atuar 30s e secou-se com seringa de ar durante 5s
<b>G2 (MP)</b>	Aplicou-se 1 camada fina na superfície, deixou-se atuar 60s e secou-se com seringa de ar durante 5s
<b>G3 (ES)</b>	Aplicou-se 1 camada fina na superfície, deixou-se atuar 5min e secou-se com seringa de ar durante 5s
<b>G4 (MEP)</b>	Aplicou-se 1 camada fina durante 20s, deixou-se atuar 40s, lavou-se abundantemente e secou-se com seringa de ar durante 10s

A Figura 23 representa de forma esquematizada a constituição dos grupos.

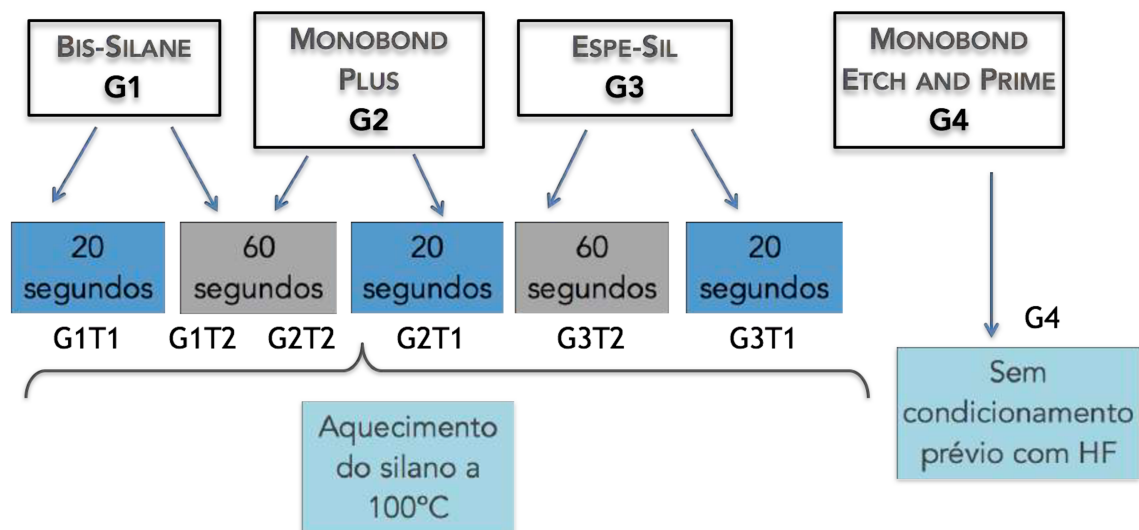


Figura 23. Esquema da constituição de cada grupo experimental.

### 2.3. Seccionamento das amostras

As amostras foram seccionadas no micrótopo manual de tecidos duros (Isomet 1000, Buehler Ltd, Lake Bluff, IL, USA) (Figura 24).



Figura 24. Isomet 1000, Buehler Ltd, Lake Bluff, IL, USA

As amostras de ambos os grupos foram seccionadas com lâmina de disco diamantada a baixa-rotação, sob irrigação com água destilada, com seccionamento na direção X e Y,

perpendicular à superfície de adesão (Figura 25 e 26). Obtendo-se palitos com uma área média de  $1 \pm 0,2\text{mm}^2$ .



**Figura 25.** Corte de uma amostra no eixo X e Y



**Figura 26.** Palitos obtidos com o micrótomo automático.

De seguida procedeu-se à termociclagem dos palitos devidamente acondicionados e individualizados, foram sujeitos a 10.000 ciclos térmicos, em imersões cíclicas em água destilada a  $5^\circ$  e  $55^\circ \pm 2^\circ\text{C}$ , durante 30 segundos cada, com intervalo de 5 segundos entre cada banho (Figura 27).



**Figura 27.** Termocicladora (Julabo FT 200)

#### **2.4. Teste da resistência adesiva à microtração**

Os palitos foram medidos com uma craveira digital (Storm Digital Caliper CDC/N 0 150mm, Pontoglio, BS, Italy) com uma sensibilidade de 0,02mm (Figura 28), de modo a obter-se a área da superfície de adesão, e possibilitar o cálculo das forças da microtração em MegaPascais (MPa).



**Figura 28.** Craveira digital.

O teste da resistência à microtração foi realizado na máquina de testes universal (Shimadzu Autograph AG-IS, Tokyo, Japan) (Figura 29).



**Figura 29.** Máquina de testes universal.

Cada palito foi fixado com cola de cianoacrilato (Zapit, Dental Ventures of America, Corona, CA, USA) (Figura 30) no *jig* de aço inoxidável de Geraldeli, (Figura 31 e 32) de forma manual e calibrada. A máquina de testes universal foi programada de forma a ser aplicada uma carga de tensão de 0,5 mm/min nas amostras, até ocorrer fratura.



**Figura 30.** cola de cianoacrilato (Zapit, Dental Ventures of America, Corona, CA, USA)



**Figura 31.** Palito fixado num *jig* de Geraldeli. **Figura 32.** *Jig* de Geraldeli na máquina de testes universal.

## 2.5. Classificação do modo de falha

As falhas resultantes do teste da microtração foram analisadas no microscópio ótico com uma ampliação de 20x, para caracterização das falhas em adesiva, coesiva (falha na cerâmica ou na resina), ou mista (falha adesiva e coesiva) (Figura 33). Cada falha foi registrada para posterior análise estatística.

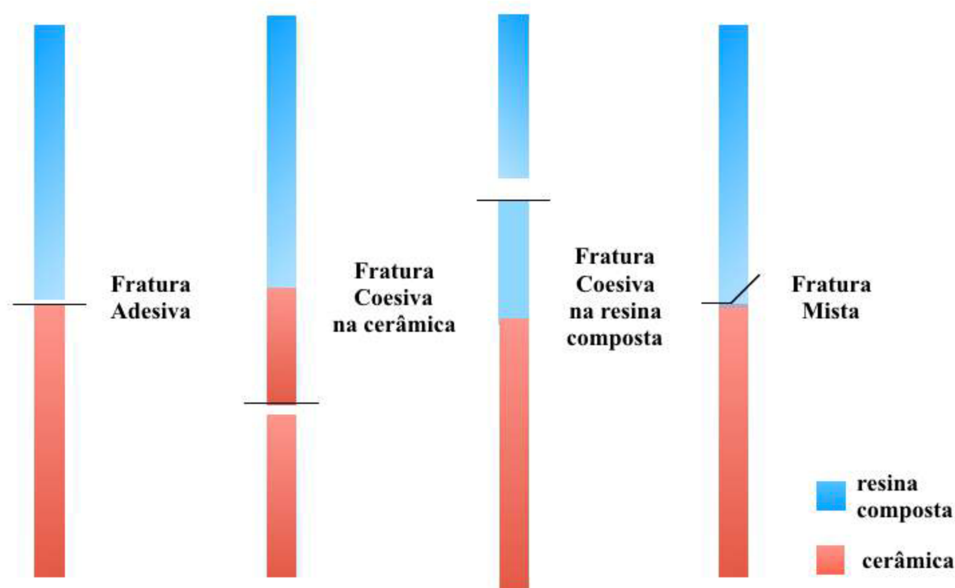


Figura 33. Esquema representativo dos tipos de fratura.

## 2.6. Análise estatística

A análise estatística foi realizada através do *software* IBM SPSS Statistics na versão 24.0 para Windows e envolveu medidas de estatística descritiva e inferencial.

Foi utilizado o teste *two-way* ANOVA, para a comparação dos valores de resistência adesiva nos diferentes grupos bem como da relação silano vs tempo, e o teste Qui-Quadrado, para a análise do tipo de fratura em cada grupo.

Fixou-se um nível de significância de 5% para aceitar ou rejeitar as hipóteses nulas.



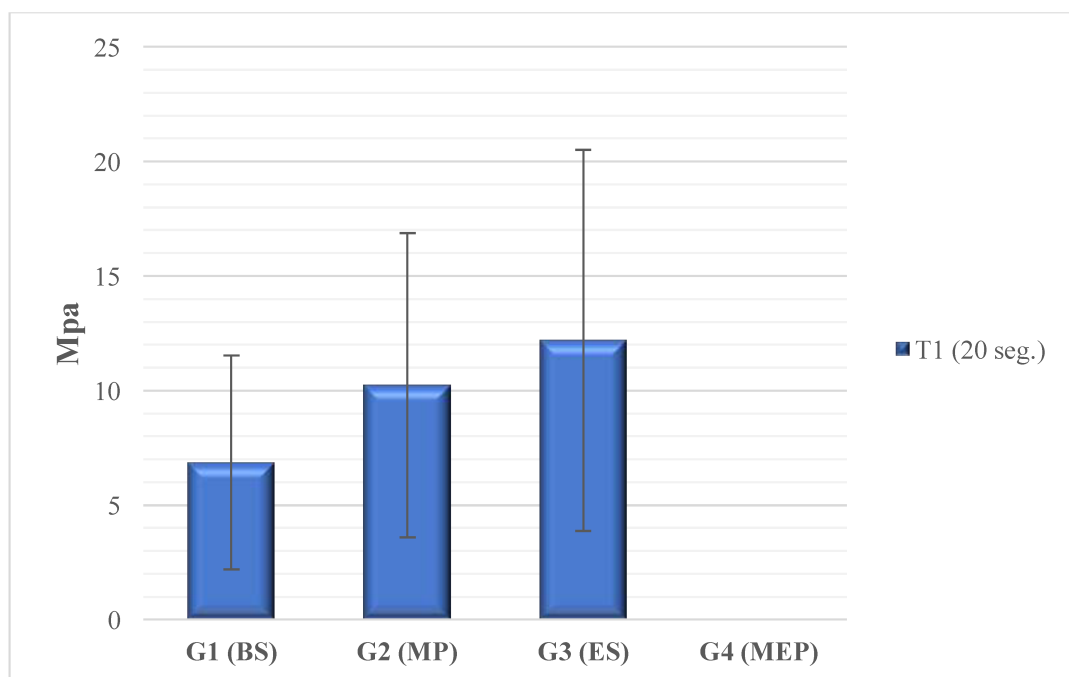
## V. RESULTADOS

As médias e os respectivos desvios-padrões dos valores de resistência adesiva à microtração estão descritos na Tabela 3 e representados nos Gráficos 1, 2)

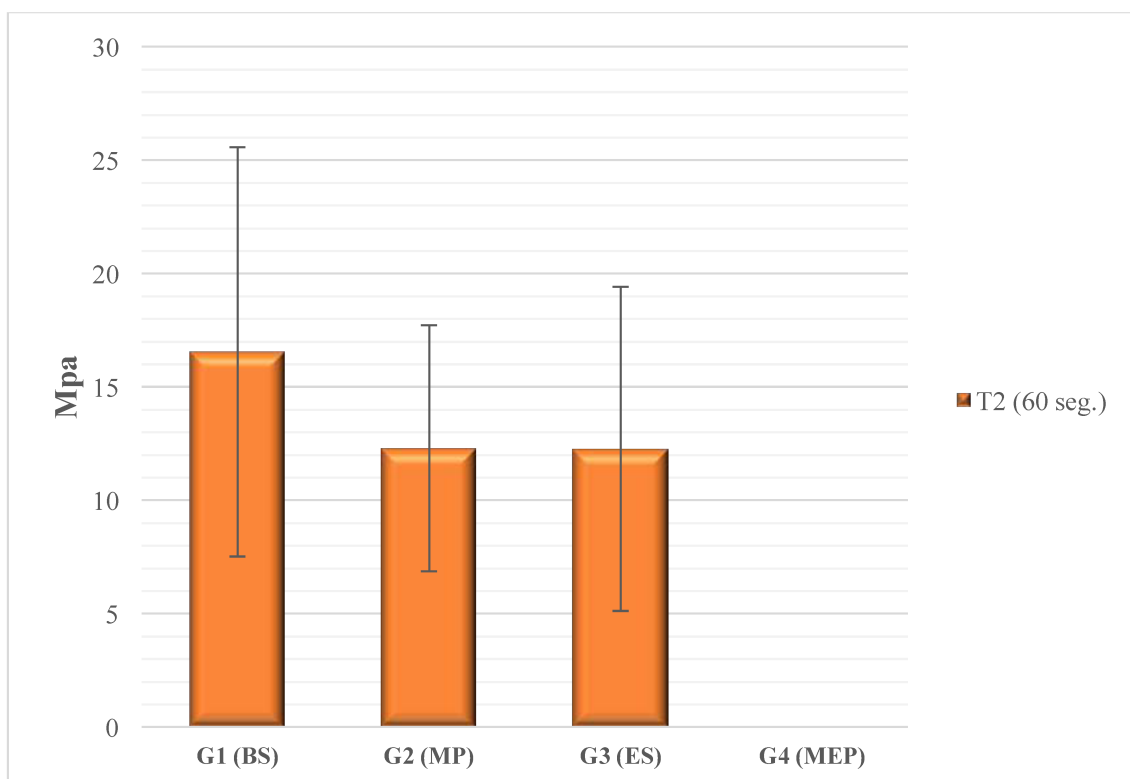
**Tabela 3.** Valores da resistência adesiva à microtração (média  $\pm$  desvio-padrão, em MPa).

<b>Grupo</b>	<b>T1 (20 seg.)</b>	<b>T2 (60 seg.)</b>
<b>G1</b>	6,85 $\pm$ 4,67	16,55 $\pm$ 9,02
<b>G2</b>	10,24 $\pm$ 6,64	12,29 $\pm$ 5,42
<b>G3</b>	12,19 $\pm$ 8,33	12,27 $\pm$ 7,14
<b>G4</b>	Falha dos blocos pré-teste	

A análise estatística demonstrou que a resistência adesiva à microtração foi significativamente influenciada pelo tempo de condicionamento com ácido hidrofúorídrico,  $p \leq 0,001$ . No entanto, não existem diferenças estatisticamente significativas entre os diferentes tipos de agente de silanização,  $p = 0,519$ .

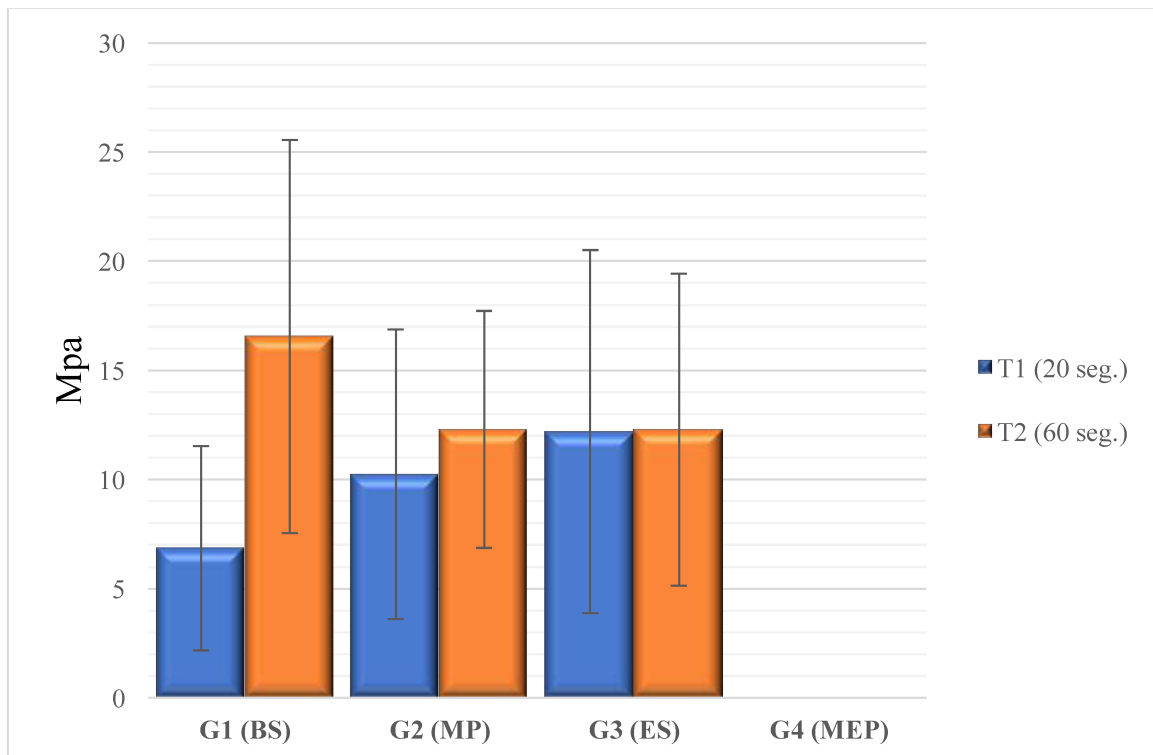


**Gráfico 1.** Resistência adesiva à microtração com o tempo de exposição ao HF 20 segundos (T1).



**Gráfico 2.** Resistência adesiva à microtração com o tempo de exposição ao HF 60 segundos (T2).

Apesar de não haver diferença estatisticamente significativa conseguimos, através das médias dos valores de resistência adesiva à microtração, verificar que o **G1T2** (BS, 60 seg.) apresenta valores de resistência adesiva bastante superiores (Gráfico 3).

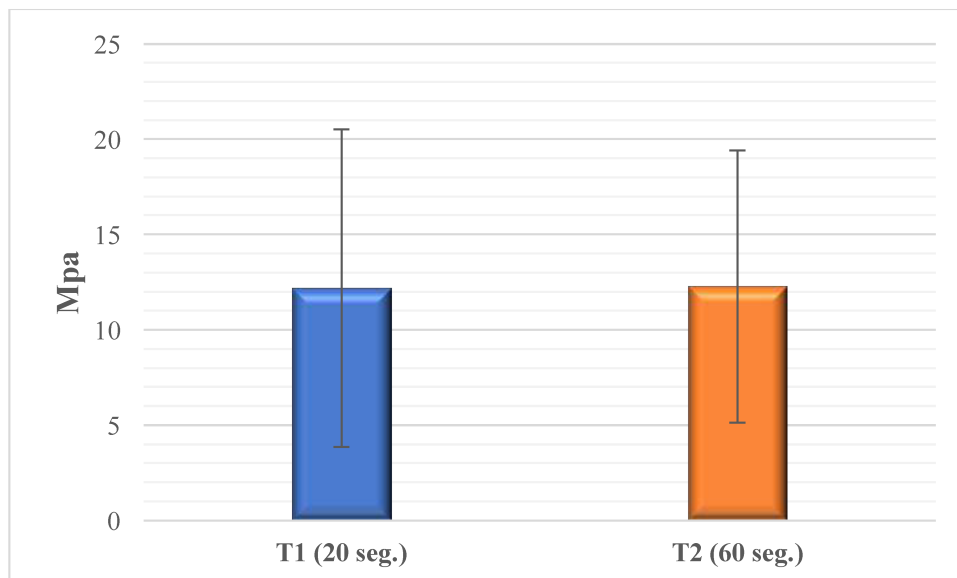


**Gráfico 3.** Comparação da resistência adesiva entre todos os grupos.

Quanto à relação silano/tempo, o teste ANOVA *two-way* identificou diferenças estatisticamente significativas nos resultados de resistência adesiva,  $p \leq 0,001$ . A resistência adesiva em cada grupo é influenciada pelo tempo de condicionamento ácido, existem valores de adesão superiores em todos grupos, com exceção, do **G4**, utilizando 60 segundos de condicionamento prévio, da cerâmica, com HF a 9,5% (**T2**).

No grupo **G4** não foi possível efetuar o teste de resistência adesiva à microtração, pois os blocos sofreram falha adesiva durante o processo de corte no micrótomo automático.

O **G3** apresenta uma média de valores de resistência adesiva tempos muito semelhantes em cada um dos tempos **T1** e **T2** (Gráfico 4).



**Gráfico 4.** Resistência adesiva à microtração no grupo G3

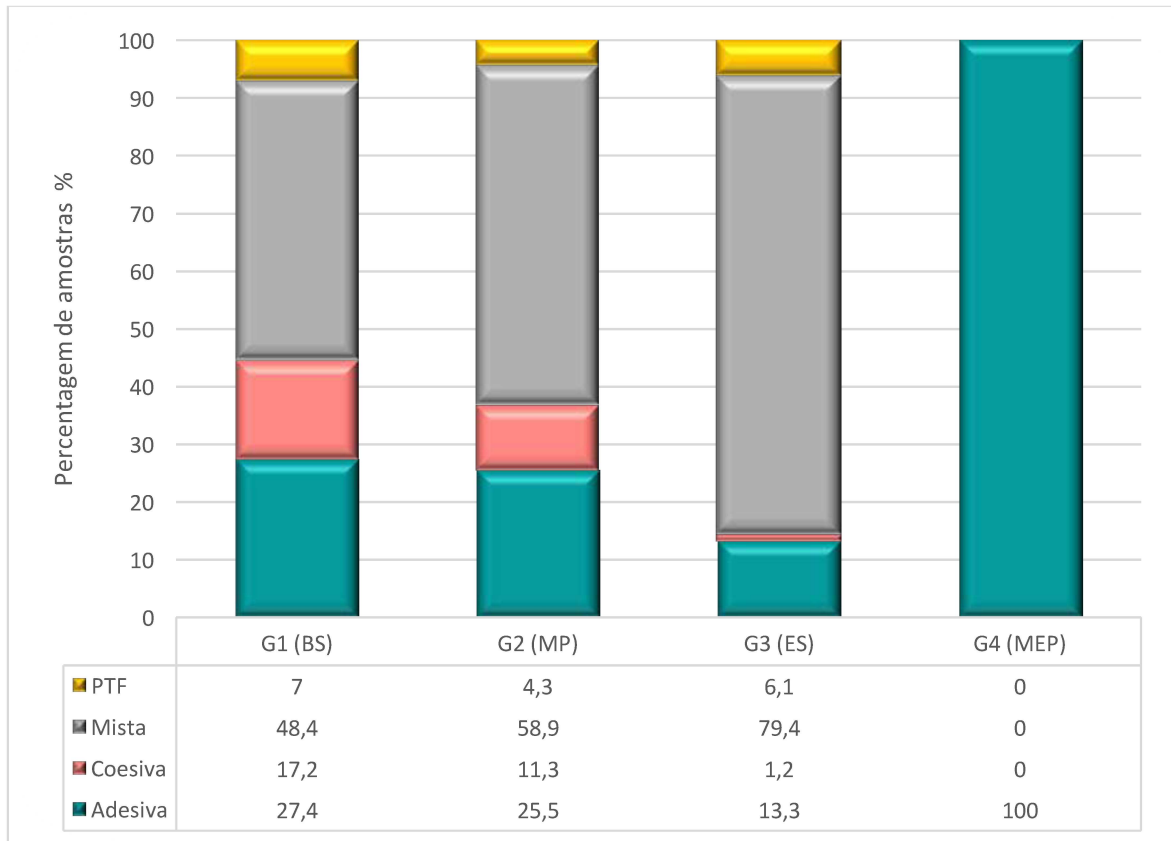
Em relação à distribuição do modo de falha o teste do qui-Quadrado identificou diferenças estatisticamente significativas,  $p \leq 0,001$ , a distribuição do modo de falha está representada no Gráfico 5.

Todas as amostras com exceção do **G4** apresentaram uma prevalência de falhas do tipo Mista.

Nos grupos **G1** e **G2**, apesar da maioria das falhas serem do tipo mista, verificou-se também uma percentagem considerável do tipo adesiva.

As falhas do tipo coesiva não foram significantes em nenhum dos grupos.

Nas amostras do **G4** todas as falhas pré-teste foram do tipo adesiva.



**Gráfico 5.** Distribuição do modo de falha.

*Influência da aplicação de diferentes agentes de silanização e tempos de atuação de ácido hidrófluorídrico na resistência adesiva ( $\mu$ TBS) de uma cerâmica IPS e.max*

## VI. DISCUSSÃO

Diversos estudos referem o efeito positivo do condicionamento das cerâmicas de dissilicato de lítio com ácido hidrofúorídrico, seguido da aplicação de um agente de silanização, de maneira a conseguir uma melhor adesão com materiais à base de metacrilatos (Duzyol *et al.*, 2016; Kalavacharla, Lawson, Ramp, & Burgess, 2014; Lise *et al.*, 2015).

Os silanos reduzem a tensão superficial da cerâmica, gerando uma maior molhabilidade, o que facilita um dos processos essenciais para que ocorra adesão. Assim, a matriz resinosa hidrofóbica consegue aderir a superfícies hidrofílicas que contêm sílica (Matinlinna & Vallittu, 2007).

A silanização da superfície tratada com HF é um procedimento já bem estabelecido pela literatura para aumentar a adesão de materiais resinosos à cerâmica de dissilicato de lítio (Kim, Park, Lee, & Kim, 2015). Como já referido, este condicionamento é responsável por remover seletivamente a matriz vítrea da superfície da cerâmica, criando microporosidades que auxiliam a retenção micromecânica do adesivo (Matinlinna & Vallittu, 2007; Özcan & Volpato, 2015; Reston *et al.*, 2008). A duração do condicionamento e a concentração do ácido hidrofúorídrico são variáveis que dependem da composição da cerâmica vítrea (Özcan & Volpato, 2015; Reston *et al.*, 2008). No entanto, vários estudos referem diferentes concentrações e tempos de aplicação do HF nas cerâmicas vítreas de dissilicato de lítio.

Segundo um estudo realizado por Kalavacharla *et al.* (2014), as cerâmicas de dissilicato de lítio, segundo as instruções do fabricante, devem ser condicionadas com ácido hidrofúorídrico a 5% durante um período de 20 segundos, de maneira a minimizar os danos sobre a superfície cerâmica. No entanto, a partir de imagens de MEV, observa-se um melhor padrão de condicionamento da superfície da cerâmica de dissilicato de lítio com o condicionamento com HF a 9,5% durante 60 segundos (Kalavacharla *et al.*, 2014). Os resultados deste estudo estão em concordância com estes últimos valores de Kalavacharla *et al.* (2014).

Soares *et al.* (2009) referem também que o HF a 9,5% durante 20 segundos é eficaz na remoção da segunda fase cristalina e da matriz vítrea de cerâmicas vítreas de dissilicato

de lítio, sem causar danos na cerâmica, resultando numa superfície apropriada e que possibilita a adesão a resinas compostas. Neste estudo de Soares *et al.* (2009) observou-se ainda que a resistência à tração da união entre uma resina composta e a cerâmica, condicionada previamente com HF a 9,5%, aumentou depois da aplicação do agente de silanização.

A adesão química é adquirida a partir do agente de silanização, nomeadamente através dos seus grupos terminais silanol e organofuncional que se ligam, respetivamente, à sílica e aos monómeros de resina. A silanização da superfície tratada com ácido hidrofúorídrico é, então, um procedimento já bem estabelecido pela literatura para aumentar a adesão à cerâmica de dissilicato de lítio (Zohairy *et al.*, 2004; Kim *et al.*, 2015).

Devido a todas as discordâncias em relação ao melhor protocolo de condicionamento com HF seguido de silanização nas cerâmicas vítreas, e pelo aparecimento de novos agentes de silanização no mercado mantém-se a pesquisa e investigação sobre este assunto.

No mercado, encontram-se disponíveis diversos agentes de silanização, que variam quanto à sua composição química, modo de manipulação e indicações clínicas. Estes, podem ser classificados em silanos não-hidrolisados (sistemas de dois frascos), pré-hidrolisados (sistemas de um frasco), sistemas universais e, mais recentemente, autocondicionantes.

Neste estudo, avaliou-se na cerâmica vítrea de dissilicato de lítio IPS e.max, a influência nas forças de resistência à microtração o tempo de condicionamento, com ácido hidrofúorídrico a 9,5%, seguido da aplicação de quatro tipos diferentes de agentes de silanização.

Após o tratamento de superfície, todas as amostras foram submetidas a um mecanismo de envelhecimento que consistiu na imersão das amostras em banhos cíclicos de água destilada a 5° e 55°C, durante 30 segundos cada, num total de 10000 ciclos térmicos de maneira a simular cerca de um ano em meio oral (De Munck *et al.*, 2005; Gale & Darvell, 1999).

Para testar a resistência adesiva utilizou-se o teste da microtração ( $\mu$ TBS) uma vez que, atualmente, é considerado o melhor e mais válido teste para avaliar as forças adesivas



entre materiais restauradores, especialmente após terem sido submetidos a mecanismos de envelhecimento (Armstrong *et al.*, 2017; B. Van Meerbeek *et al.*, 2010).

A formação de palitos é uma prática comum em estudos sobre adesão, uma vez que, de acordo com a teoria de Griffith, é possível relacionar pequenas áreas e elevados valores de tensão (O. S. de Andrade, de Goes, & Montes, 2007).

Os resultados do teste de microtração demonstraram diferenças significativas na resistência adesiva dos diferentes agentes de silano, após condicionamento com HF durante 20 (**T1**) ou 60 (**T2**) segundos. Todas as amostras revelaram melhores resultados quando condicionadas durante 60 segundos com HF. Estes resultados corroboram os resultados do estudo de Kalavacharla *et al.* (2014).

Apesar de as diferenças entre os agentes de silanização dos grupos **G1**, **G2** e **G3** não serem estatisticamente significativas, o grupo **G1**, no qual se utilizou o agente de silanização não-hidrolisado Bis-Silane (Bisco Inc., Schaumburg, USA) apresentou os melhores resultados de adesão quando condicionado, previamente, durante 60 segundos (**G1T2**).

Pelo contrário o **G3**, no qual foi utilizado um agente de silanização pré-hidrolisado apresentou valores mais baixos de resistência adesiva à microtração nos dois tempos (**T1** e **T2**).

Os agentes de silano não-hidrolisados (**G1**), são constituídos por dois frascos, sendo que um contém o MPS, e o outro contém o ácido e o solvente (Hooshmand *et al.*, 2004). Nestes, é necessário misturar as duas soluções de maneira a ativar o agente de silano, antes da aplicação do mesmo na superfície do substrato (Zakir *et al.*, 2016). Está reportado que estes sistemas apresentam uma maior estabilidade, uma vez que a sua ativação é feita em ambiente clínico aquando da mistura do conteúdo dos dois frascos (El Zohairy, De Gee, Hassan, & Feilzer, 2004; Lung & Matinlinna, 2012).

Nos sistemas pré-hidrolisados (**G3**), o agente de silanização tem um tempo de vida mais curto, o que pode comprometer a sua eficácia se o clínico não estiver ciente de quando a solução foi ativada (Alex, 2008; Pegoraro, da Silva, & Carvalho, 2007; Santos, Santos, & Rizkalla, 2009).

Segundo Hooshmand *et al.* (2004), nestes agentes de silanização, os grupos silanol iniciam a sua condensação e formam dímeros, oligómeros e polímeros de alto peso molecular que comprometem o prazo de validade.

O Monobond Plus (Ivoclar Vivadent) (**G2**) é classificado como um *primer* universal e reúne diferentes agentes de união na mesma solução. De acordo com o fabricante, além do metacrilato de silano (MPS) responsável pela ligação aos substratos ricos em sílica, o Monobond Plus (Ivoclar Vivadent) inclui um metacrilato de ácido fosfórico (10-MDP), que lhe permite interagir com diversos substratos tais como cerâmicas vítreas, cerâmicas ricas em óxidos, metal e resinas. O 10-MDP é um monómero adesivo bifuncional, com um terminal de fosfato hidrofílico que se une aos óxidos presentes nas cerâmicas e um terminal de metacrilato hidrofóbico que copolimeriza com os monómeros da resina composta (Kim *et al.*, 2015; Zakir *et al.*, 2016).

O grupo **G2** não apresentou diferenças significativas em relação aos valores de resistência adesiva dos outros agentes de silanização, o que poderá indicar que a utilização de um *primer* universal nas cerâmicas de dissilicato de lítio, não apresenta vantagens em relação aos agentes de silano sem 10-MDP. Este facto poderá dever-se à capacidade de o 10-MDP se ligar bem aos óxidos presentes nos substratos sem sílica, tais como o metal ou a zircónia, e, neste estudo foi utilizada uma cerâmica com a presença de sílica (Fornazari *et al.*, 2017; Makishi *et al.*, 2016).

Os resultados obtidos no grupo **G2** estão em concordância com os resultados da investigação de Cardenas *et al.*, (2017), que concluíram não haver melhorias na resistência adesiva de uma cerâmica de dissilicato de lítio utilizando o agente de silanização Monobond Plus com 10-MDP.

O grupo **G4**, no qual foi apenas aplicado o novo sistema Monobond Etch and Prime (Ivoclar Vivadent), apresentou uma falha pré-teste total na interface adesiva. Estes resultados estão de acordo com o estudo realizado por El-Damhoury & Gaintantzopoulou (2016), que concluiu que o MEP exhibe fracos valores de resistência adesiva quando usado como pré-tratamento em cerâmicas vítreas de dissilicato de lítio. O MEP, contém na sua composição polifluoreto de amónio e metacrilato de silano, que permite juntar o condicionamento ácido e a silanização num só passo e foi desenvolvido com o objetivo de simplificar o processo de adesão em cerâmicas vítreas. O polifluoreto

de amónio apresenta uma menor acidez em relação ao HF, esperando-se então um menor condicionamento ácido da superfície cerâmica. Através de imagens de MEV pode verificar-se que o condicionamento efetuado pelo MEP cria uma menor rugosidade superficial quando comparado com o pré-tratamento da cerâmica com HF seguido da aplicação de um agente de silanização, principalmente em cerâmicas vítreas de dissilicato de lítio (El-Damanhoury & Gaintantzopoulou, 2016).

A resistência adesiva pode também ter sido comprometida durante a termociclagem, uma vez que a interface adesiva sofre degradação hidrolítica com o tempo, já que as resinas compostas se mostram permeáveis à água. As ligações por pontes de hidrogénio entre o silano e sílica, presente na superfície da cerâmica, são também vulneráveis à hidrólise (Ho & Matinlinna, 2011).

A determinação do modo de falha permite uma compreensão mais abrangente dos mecanismos envolvidos na resistência adesiva à microtração, assim como a determinação do elemento mais fraco do complexo cerâmica/resina. Predominam as fraturas do tipo mista, na face adesiva e na resina composta, em todos os grupos com exceção do **G4**.

Nas amostras do grupo **G4** todas as falhas pré-teste foram do tipo adesiva. Este facto poderá indicar que a interface adesiva estaria fortemente comprometida.

A ausência de falhas coesivas na cerâmica pode ser explicada pelo elevado limiar de *stress* para que ocorra a fratura destes materiais (Hooshmand, Van Noort, & Keshvad, 2002).

*Influência da aplicação de diferentes agentes de silanização e tempos de atuação de ácido hidrofluorídrico na resistência adesiva ( $\mu$ TBS) de uma cerâmica IPS e.max*

## VII. CONCLUSÕES

De acordo com os resultados obtidos neste estudo, é possível concluir que:

Os diferentes tipos de agentes de silanização não apresentaram diferenças significativas entre si, apesar de os valores de adesão serem consideravelmente mais elevados nas amostras tratadas com o agente de silanização Bis Silane (**G1**). Assim, a primeira hipótese nula deve ser aceite;

A resistência adesiva da cerâmica IPS e.max foi significativamente influenciada pelos diferentes tempos de condicionamento com ácido hidrofúorídrico a 9,5% em todos os grupos com exceção do **G4**. Assim, a segunda hipótese nula deve ser rejeitada;

Todos os grupos, **G1**, **G2** e **G3** demonstraram valores mais elevados de adesão quando o ácido hidrofúorídrico foi aplicado durante 60 segundos (**T2**);

No grupo em que foi utilizado o agente de silanização Monobond Etch and Prime (Ivoclar Vivadent), **G4**, não foi possível avaliar a resistência adesiva, devido à falha pré-teste dos blocos, podendo concluir-se que a interface adesiva criada com este sistema estaria fortemente comprometida.

### Implicações Clínicas

A realização deste estudo sugere que o protocolo de tratamento de superfície de uma cerâmica vítrea de dissilicato de lítio, de modo a obter melhores resultados de resistência adesiva, poderá consistir na utilização um agente de silanização não-hidrolisado, como o Bis-Silane (Bisco Inc., Schaumburg, USA), precedido de um condicionamento com ácido hidrofúorídrico a uma concentração de 9,5% durante 60 segundos.

### Perspetivas Futuras

Estudos futuros deveriam:

Testar diferentes concentrações de ácido hidrofúorídrico no condicionamento de cerâmicas de dissilicato de lítio.

Testar o condicionamento com ácido hidrofluorídrico, previamente ao tratamento com o agente de silanização Monobond Etch and Prime (Ivoclar Vivadent) em cerâmicas de dissilicato de lítio.

Por outro lado, dado que o MEP é um agente de silanização recente no mercado, poderia ser útil estudar a sua aplicação em materiais que tenham indicação do fabricante para o condicionamento com ácido hidrofluorídrico.

## VIII. BIBLIOGRAFIA

- Addison, O., Marquis, P. M., & Fleming, G. J. P. (2007). The impact of hydrofluoric acid surface treatments on the performance of a porcelain laminate restorative material. *Dental Materials*, 23(4), 461–468.  
<https://doi.org/10.1016/j.dental.2006.03.002>
- Alex, G. (2008). Preparing porcelain surfaces for optimal bonding. *Compendium of continuing education in dentistry (Jamesburg, N.J. : 1995)*, 29(6), 324–35; quiz 336.
- Andrade, A. M. de, Moura, S. K., Reis, A., Loguercio, A. D., Garcia, E. J., & Grande, R. H. M. (2010). Evaluating resin-enamel bonds by microshear and microtensile bond strength tests: effects of composite resin. *Journal of Applied Oral Science*, 18(6), 591–598. <https://doi.org/10.1590/S1678-77572010000600010>
- Anusavice, K. J., Shen, C., & Rawls, H. R. (2013). *Phillip's Science of Dental Materials* (12.<sup>a</sup> ed.). St. Louis, Missouri: Elsevier.
- Armstrong, S., Breschi, L., Zaccan, M., Pfeifferkorn, F., Ferrari, M., & Van Meerbeek, B. (2017). Academy of Dental Materials guidance on in vitro testing of dental composite bonding effectiveness to dentin/enamel using micro-tensile bond strength (TBS) approach. *Dental Materials*, 33(2), 133–143.  
<https://doi.org/10.1016/j.dental.2016.11.015>
- Bacchi, A., Cavalcante, L. M. A., Scheneider, L. F. J., & Consani, R. L. X. (2010). Reparos em restaurações de resina composta – revisão de literatura. *Rfo*, 15(3), 331–335.
- Beun, S., Glorieux, T., Devaux, J., Vreven, J., & Leloup, G. (2007). Characterization of nanofilled compared to universal and microfilled composites. *Dental Materials*, 23(1), 51–59. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2005.12.003>
- Borba, M., de Araújo, M. D., Fukushima, K. A., Yoshimura, H. N., Cesar, P. F., Griggs, J. A., & Della Bona, Á. (2011). Effect of the microstructure on the lifetime of dental ceramics. *Dental Materials*, 27(7), 710–721.  
<https://doi.org/10.1016/j.dental.2011.04.003>
- Breschi, L., Ferracane, J. L., Cadenaro, M., Mazzoni, A., & Hilton, T. J. (2013). Adhesion to enamel and dentin. Em T. J. Hilton, J. L. Ferracane, & J. C. Broome (Eds.), *Fundamentals of Operative Dentistry: A Contemporary Approach, Fourth*

- Edition* (4.<sup>a</sup> ed., pp. 207–248). Hanover Park, Illinois: Quintessence.
- Canché-Escamilla, G., Duarte-Aranda, S., & Toledano, M. (2014). Synthesis and characterization of hybrid silica/PMMA nanoparticles and their use as filler in dental composites. *Materials Science and Engineering: C*, *42*, 161–167. <https://doi.org/10.1016/j.msec.2014.05.016>
- Cardenas, A. M., Siqueira, F., Hass, V., Malaquias, P., Gutierrez, M. F., Reis, A., ... Loguercio, A. D. (2017). Effect of MDP-containing Silane and Adhesive Used Alone or in Combination on the Long- term Bond Strength and Chemical ... Effect of MDP-containing Silane and Adhesive Used Alone or in Combination on the Long-term Bond Strength and Chemical Interaction wi. *J Adhes Dent*, *19*(March), 1–10. <https://doi.org/10.3290/j.jad.a38414>
- Cardoso, M., de Almeida Neves, A., Mine, A., Coutinho, E., Van Landuyt, K., De Munck, J., & Van Meerbeek, B. (2011). Current aspects on bonding effectiveness and stability in adhesive dentistry. *Australian Dental Journal*, *56*(SUPPL. 1), 31–44. <https://doi.org/10.1111/j.1834-7819.2011.01294.x>
- Carvalho, R. M., Santiago, S. L., Silveira, R. R., Tay, F. R., & Pashley, D. H. (2003). Effects of HEMA / Solvent Combinations on Bond Strength to Dentin. *Stat*, 597–601. <https://doi.org/10.1177/154405910308200805>
- Cenci, M. S., Pereira-Cenci, T., Donassollo, T. A., Sommer, L., Strapasson, A., & Demarco, F. F. (2008). Influence of thermal stress on marginal integrity of restorative materials. *Journal of applied oral science : revista FOB*, *16*(2), 106–10. <https://doi.org/10.1590/S1678-77572008000200005>
- Chen, J. H., Matsumura, H., & Atsuta, M. (1998). Effect of different etching periods on the bond strength of a composite resin to a machinable porcelain. *Journal of dentistry*, *26*(1), 53–58. [https://doi.org/10.1016/S0300-5712\(96\)00078-4](https://doi.org/10.1016/S0300-5712(96)00078-4)
- Colares, R. C. R., Neri, J. R., Souza, A. M. B. de, Pontes, K. M. de F., Mendonca, J. S., & Santiago, S. L. (2013). Effect of Surface Pretreatments on the Microtensile Bond Strength of Lithium-Disilicate Ceramic Repaired with Composite Resin. *Brazilian Dental Journal*, *24*(4), 349–352. <https://doi.org/10.1590/0103-6440201301960>
- Curtis, A. R., Palin, W. M., Fleming, G. J. P., Shortall, A. C. C., & Marquis, P. M. (2009). The mechanical properties of nanofilled resin-based composites: Characterizing discrete filler particles and agglomerates using a micromanipulation technique. *Dental Materials*, *25*(2), 180–187.



- <https://doi.org/10.1016/j.dental.2008.05.013>
- D'Alpino, P. H. P., Svizero, N. da R., Bim Júnior, O., Valduga, C. J., Graeff, C. F. de O., & Sauro, S. (2016). Effects of age condition on the distribution and integrity of inorganic fillers in dental resin composites. *Clinical Oral Investigations*, 20(5), 1011–1019. <https://doi.org/10.1007/s00784-015-1599-9>
- de Andrade, O. S., de Goes, M. F., & Montes, M. A. J. R. (2007). Marginal adaptation and microtensile bond strength of composite indirect restorations bonded to dentin treated with adhesive and low-viscosity composite. *Dental Materials*, 23(3), 279–287. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2006.01.028>
- De Munck, J., Van Landuyt, K., Peumans, M., Poitevin, A., Lambrechts, P., Braem, M., & Van Meerbeek, B. (2005). A Critical Review of the Durability of Adhesion to Tooth Tissue: Methods and Results. *Journal of Dental Research*, 84(2), 118–132. <https://doi.org/10.1177/154405910508400204>
- Della Bona, A., Borba, M., Benetti, P., & Cecchetti, D. (2007). Effect of surface treatments on the bond strength of a zirconia-reinforced ceramic to composite resin. *Brazilian oral research*, 21(1), 10–15. <https://doi.org/10.1590/S1806-83242007000100002>
- Denry, I., & Holloway, J. A. (2010). Ceramics for dental applications: A review. *Materials*, 3(1), 351–368. <https://doi.org/10.3390/ma3010351>
- Drummond, J. L., King, T. J., Bapna, M. S., & Koperski, R. D. (2000). Mechanical property evaluation of pressable restorative ceramics. *Dental materials : official publication of the Academy of Dental Materials*, 16(3), 226–33. [https://doi.org/10.1016/S0109-5641\(00\)00013-0](https://doi.org/10.1016/S0109-5641(00)00013-0)
- Duzyol, M., Sagsoz, O., Polat Sagsoz, N., Akgul, N., & Yildiz, M. (2016). The Effect of Surface Treatments on the Bond Strength Between CAD/CAM Blocks and Composite Resin. *Journal of Prosthodontics*, 25(6), 466–471. <https://doi.org/10.1111/jopr.12322>
- El-Damanhoury, H. M., & Gaintantzopoulou, M. D. (2016). Self-etching ceramic primer versus hydrofluoric acid etching: Etching efficacy and bonding performance. *Journal of Prosthodontic Research*. <https://doi.org/10.1016/j.jpjor.2017.06.002>
- El Zohairy, A., De Gee, J., Hassan, M., & Feilzer, J. (2004). The effect of adhesives with various degrees of hydrophilicity on resin ceramic bond durability. *Dental*

- Materials*, 20(8), 778–787. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2003.05.010>
- Ferracane, J. L. (2011). Resin composite—State of the art. *Dental Materials*, 27(1), 29–38. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2010.10.020>
- Fornazari, I., Wille, I., Meda, E., Brum, R., & Souza, E. (2017). Effect of Surface Treatment, Silane, and Universal Adhesive on Microshear Bond Strength of Nanofilled Composite Repairs. *Operative Dentistry*, 42(4), 367–374. <https://doi.org/10.2341/16-259-L>
- Fukegawa, D., Hayakawa, S., Yoshida, Y., Suzuki, K., Osaka, a, & Van Meerbeek, B. (2006). Chemical interaction of phosphoric acid ester with hydroxyapatite. *Journal of dental research*, 85(10), 941–944. <https://doi.org/10.1177/154405910608501014>
- Gale, M. S., & Darvell, B. W. (1999). Thermal cycling procedures for laboratory testing of dental restorations. *Journal of Dentistry*, 27(2), 89–99. [https://doi.org/10.1016/S0300-5712\(98\)00037-2](https://doi.org/10.1016/S0300-5712(98)00037-2)
- Galhano, G. Á. P., Pellizzer, E. P., & Mazaro, J. V. Q. (2012). Optical Impression Systems for CAD-CAM Restorations. *Journal of Craniofacial Surgery*, 23(6), e575–e579. <https://doi.org/10.1097/SCS.0b013e31826b8043>
- Gallusi, G., Galeano, P., Libonati, A., Giuca, M. R., & Campanella, V. (2009). Evaluation of bond strength of different adhesive systems: Shear and Microtensile Bond Strength Test. *ORAL & implantology*, 2(4), 19–25.
- Giordano, R., & McLaren, E. A. (2010). Ceramics overview: classification by microstructure and processing methods. *Compendium of continuing education in dentistry (Jamesburg, N.J. : 1995)*, 31(9), 682–4, 686, 688, 700.
- Gomes, E. a., Assunção, W. G., Rocha, E. P., & Santos, P. H. (2008). Cerâmicas odontológicas: o estado atual. *Cerâmica*, 54(331), 319–325. <https://doi.org/10.1590/S0366-69132008000300008>
- Guess, P. C., Schultheis, S., Bonfante, E. A., Coelho, P. G., Ferencz, J. L., & Silva, N. R. F. A. (2011). All-Ceramic Systems: Laboratory and Clinical Performance. *Dental Clinics of North America*, 55(2), 333–352. <https://doi.org/10.1016/j.cden.2011.01.005>
- Ha, S., & Cho, J. (2016). Comparison of the fit accuracy of zirconia-based prostheses generated by two CAD/CAM systems. *The Journal of Advanced Prosthodontics*, 8(6), 439. <https://doi.org/10.4047/jap.2016.8.6.439>
- Hervás-García, A., Martínez-Lozano, M. A., Cabanes-Vila, J., Barjau-Escribano, A., &

- Fos-Galve, P. (2006). Composite resins. A review of the materials and clinical indications. *Medicina oral, patologia oral y cirugia bucal*, 11(2), E215-20.
- Ho, G. W., & Matinlinna, J. P. (2011). Insights on Ceramics as Dental Materials. Part I: Ceramic Material Types in Dentistry. *Silicon*, 3(3), 109–115.  
<https://doi.org/10.1007/s12633-011-9078-7>
- Hooshmand, T., Parvizi, S., & Keshvad, A. (2008). Effect of Surface Acid Etching on the Biaxial Flexural Strength of Two Hot-Pressed Glass Ceramics. *Journal of Prosthodontics*, 17(5), 415–419. <https://doi.org/10.1111/j.1532-849X.2008.00319.x>
- Hooshmand, T., Van Noort, R., & Keshvad, A. (2002). Bond durability of the resin-bonded and silane treated ceramic surface. *Dental Materials*, 18(2), 179–188.  
[https://doi.org/10.1016/S0109-5641\(01\)00047-1](https://doi.org/10.1016/S0109-5641(01)00047-1)
- Hooshmand, T., Van Noort, R., & Keshvad, A. (2004). Storage effect of a pre-activated silane on the resin to ceramic bond. *Dental Materials*, 20(7), 635–642.  
<https://doi.org/10.1016/j.dental.2003.08.005>
- Kalavacharla, V., Lawson, N., Ramp, L., & Burgess, J. (2014). Influence of Etching Protocol and Silane Treatment with a Universal Adhesive on Lithium Disilicate Bond Strength. *Operative Dentistry*, 141223114750005.  
<https://doi.org/10.2341/14-116-L>
- Karabela, M. M., & Sideridou, I. D. (2011). Synthesis and study of properties of dental resin composites with different nanosilica particles size. *Dental Materials*, 27(8), 825–835. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2011.04.008>
- Karl, M. (2015). In vitro studies on CAD/CAM restorations fabricated with Procera technology: an overview. *Quintessence international (Berlin, Germany : 1985)*, 46(7), 561–74. <https://doi.org/10.3290/j.qi.a33937>
- Kelly, J. R., Nishimura, I., & Campbell, S. D. (1996). Ceramics in dentistry: Historical roots and current perspectives. *The Journal of Prosthetic Dentistry*, 75(1), 18–32.  
[https://doi.org/10.1016/S0022-3913\(96\)90413-8](https://doi.org/10.1016/S0022-3913(96)90413-8)
- Kim, E.-C., Park, H., Lee, S.-I., & Kim, S.-Y. (2015). Effect of the Acidic Dental Resin Monomer 10-methacryloyloxydecyl Dihydrogen Phosphate on Odontoblastic Differentiation of Human Dental Pulp Cells. *Basic & Clinical Pharmacology & Toxicology*, 117(5), 340–349. <https://doi.org/10.1111/bcpt.12404>
- Kina, S. (2005). Cerâmicas dentárias. *Dental Press*, 2(2), 111–128.

- Kiyan, V. H., Saraceni, C. H. C., Silveira, B. L., Aranha, A. C. C., & Eduardo, C. P. (2007). The Influence of Internal Surface Treatments on Tensile Bond Strength for Two Ceramic Systems. *Operative Dentistry*, 32(5), 457–465. <https://doi.org/10.2341/06-131>
- Lise, D., Perdigão, J., Van Ende, A., Zidan, O., & Lopes, G. (2015). Microshear Bond Strength of Resin Cements to Lithium Disilicate Substrates as a Function of Surface Preparation. *Operative Dentistry*, 40(5), 524–532. <https://doi.org/10.2341/14-240-L>
- Loomans, B. A. C., Vivan Cardoso, M., Roeters, F. J. M., Opdam, N. J. M., De Munck, J., Huysmans, M. C. D. N. J. M., & Van Meerbeek, B. (2011). Is there one optimal repair technique for all composites? *Dental Materials*, 27(7), 701–709. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2011.03.013>
- Lorenzoni e Silva, F., Pamato, S., Kuga, M., So, M., & Pereira, J. (2016). Bond strength of adhesive resin cement with different adhesive systems. *Journal of Clinical and Experimental Dentistry*, 9(1), 0–0. <https://doi.org/10.4317/jced.53099>
- Lula, E. C. de O., LEITE, T. H. M., ALVES, C. M. C., SANTANA, I. L., ALMEIDA, A. M. L., & COSTA, J. F. (2014). Parameters that influence microtensile bond testing of adhesive systems. *RGO - Revista Gaúcha de Odontologia*, 62(1), 65–70. <https://doi.org/10.1590/1981-86372014000100000101620>
- Lung, C. Y. K., & Matinlinna, J. P. (2012). Aspects of silane coupling agents and surface conditioning in dentistry: An overview. *Dental Materials*, 28(5), 467–477. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2012.02.009>
- Makishi, P., André, C., Silva, J. L. e, Bacelar-Sá, R., Correr-Sobrinho, L., & Giannini, M. (2016). Effect of Storage Time on Bond Strength Performance of Multimode Adhesives to Indirect Resin Composite and Lithium Disilicate Glass Ceramic. *Operative Dentistry*, 15–187–L. <https://doi.org/10.2341/15-187-L>
- Martin, N., & Jedynekiewicz, N. M. (1999). Clinical performance of CEREC ceramic inlays: a systematic review. *Dental Materials*, 15(1), 54–61. [https://doi.org/10.1016/S0109-5641\(99\)00014-7](https://doi.org/10.1016/S0109-5641(99)00014-7)
- Martínez Rus, F., Pradiés Ramiro, G., Suárez García, M. J., & Rivera Gómez, B. (2007). Cerámicas dentales: clasificación y criterios de selección. *RCOE*, 12(4), 253–263. <https://doi.org/10.4321/S1138-123X2007000300003>
- Martins, L., Lorenzoni, F., & Farias, B. (2010). Biomechanical behavior of dental

- ceramics: review. *Cerâmica*, 56, 148–155.
- Matinlinna, J. P., & Vallittu, P. K. (2007). Bonding of resin composites to etchable ceramic surfaces ? an insight review of the chemical aspects on surface conditioning. *Journal of Oral Rehabilitation*, 34(8), 622–630.  
<https://doi.org/10.1111/j.1365-2842.2005.01569.x>
- Menees, T. S., Lawson, N. C., Beck, P. R., & Burgess, J. O. (2014). Influence of particle abrasion or hydrofluoric acid etching on lithium disilicate flexural strength. *Journal of Prosthetic Dentistry*, 112(5), 1164–1170.  
<https://doi.org/10.1016/j.prosdent.2014.04.021>
- Ozcan, M. (2003). Fracture reasons in ceramic-fused-to-metal restorations. *Journal of Oral Rehabilitation*, 30(3), 265–269. <https://doi.org/10.1046/j.1365-2842.2003.01038.x>
- Özcan, M., & Vallittu, P. K. (2003). Effect of surface conditioning methods on the bond strength of luting cement to ceramics. *Dental Materials*, 19(8), 725–731.  
[https://doi.org/10.1016/S0109-5641\(03\)00019-8](https://doi.org/10.1016/S0109-5641(03)00019-8)
- Özcan, M., & Volpato, C. A. M. (2015). Surface Conditioning Protocol for the Adhesion of Resin-based Materials to Glassy Matrix Ceramics: How to Condition and Why? *The journal of adhesive dentistry*, 17(3), 292–3.  
<https://doi.org/10.3290/j.jad.a34590>
- Pegoraro, T. A., da Silva, N. R. F. A., & Carvalho, R. M. (2007). Cements for Use in Esthetic Dentistry. *Dental Clinics of North America*, 51(2), 453–471.  
<https://doi.org/10.1016/j.cden.2007.02.003>
- Peixoto F., L. M., Batitucci, E., Daroz, C. B. S., & Sampaio F., H. R. (2013). Tratamento térmico do silano para melhorar a cimentação adesiva de restaurações cerâmicas odontológicas. *Cerâmica*, 59(351), 460–465.  
<https://doi.org/10.1590/S0366-69132013000300017>
- Perdigão, J., & Geraldeli, S. (2003). Bonding Characteristics of Self-etching Adhesives to Intact versus Prepared Enamel. *Journal of Esthetic and Restorative Dentistry*, 15(1), 32–42. <https://doi.org/10.1111/j.1708-8240.2003.tb00280.x>
- Piconi, C., & Maccauro, G. (1999). Zirconia as a ceramic biomaterial. *Biomaterials*, 20(1), 1–25. [https://doi.org/10.1016/S0142-9612\(98\)00010-6](https://doi.org/10.1016/S0142-9612(98)00010-6)
- Raposo, L. H. A., Neiva, N. A., Silva, G. R. da, Carlo, H. L., Mota, A. S. da, Prado, C. J. do, & Soares, C. J. (2009). Ceramic restoration repair: report of two cases.

- Journal of Applied Oral Science*, 17(2), 140–144. <https://doi.org/10.1590/S1678-77572009000200013>
- Reston, E. G., Filho, S. C., Arossi, G., Cogo, R. B., Rocha, C. D. S., & Closs, L. Q. (2008). Repairing ceramic restorations: final solution or alternative procedure? *Operative dentistry*, 33(4), 461–6. <https://doi.org/10.2341/07-151>
- Rodrigues, S. A., Scherrer, S. S., Ferracane, J. L., & Bona, Á. Della. (2008). Microstructural characterization and fracture behavior of a microhybrid and a nanofill composite. *Dental Materials*, 24(9), 1281–1288. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2008.02.006>
- Salazar Marocho, S. M., Studart, A. R., Bottino, M. A., & Bona, A. Della. (2010). Mechanical strength and subcritical crack growth under wet cyclic loading of glass-infiltrated dental ceramics. *Dental Materials*, 26(5), 483–490. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2010.01.007>
- Santos, G. C., Santos, M. J. M. C., & Rizkalla, A. S. (2009). Adhesive cementation of etchable ceramic esthetic Restorations. *Journal of the Canadian Dental Association*, 75(5), 379–384.
- Scougall-Vilchis, R. J., Hotta, Y., Hotta, M., Idono, T., & Yamamoto, K. (2009). Examination of composite resins with electron microscopy, microhardness tester and energy dispersive X-ray microanalyzer. *Dental Materials Journal*, 28(1), 102–112. <https://doi.org/10.4012/dmj.28.102>
- Soares, C. J., Giannini, M., Oliveira, M. T. de, Paulillo, L. A. M. S., & Martins, L. R. M. (2004). Effect of surface treatments of laboratory-fabricated composites on the microtensile bond strength to a luting resin cement. *Journal of applied oral science : revista FOB*, 12(1), 45–50.
- Stewardson, D. A., Shortall, A. C., & Marquis, P. M. (2010). The effect of clinically relevant thermocycling on the flexural properties of endodontic post materials. *Journal of Dentistry*, 38(5), 437–442. <https://doi.org/10.1016/j.jdent.2010.02.003>
- Sundfeld, D., Correr-Sobrinho, L., Pini, N. I. P., Costa, A. R., Sundfeld, R. H., Pfeifer, C. S., & Martins, L. R. M. (2016). The Effect of Hydrofluoric Acid Concentration and Heat on the Bonding to Lithium Disilicate Glass Ceramic. *Brazilian dental journal*, 27(6), 727–733. <https://doi.org/10.1590/0103-6440201601024>
- Ting-shu, S., & Jian, S. (2015). Intraoral Digital Impression Technique: A Review. *Journal of Prosthodontics*, 24(4), 313–321. <https://doi.org/10.1111/jopr.12218>

- Uzun, G. (2008). An Overview of Dental CAD/CAM Systems. *Biotechnology & Biotechnological Equipment*, 22(1), 530–535.  
<https://doi.org/10.1080/13102818.2008.10817506>
- Van Meerbeek, B., De Munck, J., Yoshida, Y., Inoue, S., Vargas, M., Vijay, P., ... Vanherle, G. (2003). Buonocore memorial lecture. Adhesion to enamel and dentin: current status and future challenges. *Operative dentistry*, 28(3), 215–35.
- Van Meerbeek, B., Dhem, a, Goret-Nicaise, M., Braem, M., Lambrechts, P., & VanHerle, G. (1993, Fevereiro 8). Comparative SEM and TEM examination of the ultrastructure of the resin-dentin interdiffusion zone. *Journal of dental research*.  
<https://doi.org/10.1177/00220345930720020501>
- Van Meerbeek, B., Peumans, M., Poitevin, A., Mine, A., Van Ende, A., Neves, A., & De Munck, J. (2010). Relationship between bond-strength tests and clinical outcomes. *Dental Materials*, 26(2), e100–e121.  
<https://doi.org/10.1016/j.dental.2009.11.148>
- Van Noort, R. (2012). The future of dental devices is digital. *Dental Materials*, 28(1), 3–12. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2011.10.014>
- Walia, S., Thomas, P. M. J., Sandhu, H., & Santos, G. C. (2009). Restoring esthetics with metal-free ceramics: a case report. *Journal (Canadian Dental Association)*, 75(5), 353–5.
- Xiaoping, L., Dongfeng, R., & Silikas, N. (2014). Effect of etching time and resin bond on the flexural strength of IPS e.max Press glass ceramic. *Dental Materials*, 30(12), e330–e336. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2014.08.373>
- Yao, C., Zhou, L., Yang, H., Wang, Y., Sun, H., Guo, J., & Huang, C. (2017). Effect of silane pretreatment on the immediate bonding of universal adhesives to computer-aided design/computer-aided manufacturing lithium disilicate glass ceramics. *European Journal of Oral Sciences*, 125(2), 173–180.  
<https://doi.org/10.1111/eos.12340>
- Yassini, E., & Tabari, K. (2005). Comparison of Shear Bond Strength between Composite Resin and Porcelain Using Different Bonding Systems. *Journal of Dentistry*, 2(1), 1–7.
- Zakir, M., Ashraf, U., Tian, T., Han, A., Qiao, W., Jin, X., ... Matinlinna, J. P. (2016). The Role of Silane Coupling Agents and Universal Primers in Durable Adhesion to Dental Restorative Materials - a Review. *Current Oral Health Reports*, 3(3), 244–

253. <https://doi.org/10.1007/s40496-016-0108-9>

Zimmerli, B., Strub, M., Jeger, F., Stadler, O., & Lussi, A. (2010). Composite materials: composition, properties and clinical applications. A literature review. *Schweizer Monatsschrift für Zahnmedizin = Revue mensuelle suisse d'odonto-stomatologie = Rivista mensile svizzera di odontologia e stomatologia / SSO*, 120(11), 972–86. <https://doi.org/smfz-2010-11-30> [pii]

Zogheib, L. V., Bona, A. Della, Kimpara, E. T., & McCabe, J. F. (2011). Effect of hydrofluoric acid etching duration on the roughness and flexural strength of a lithium disilicate-based glass ceramic. *Brazilian Dental Journal*, 22(1), 45–50. <https://doi.org/10.1590/S0103-64402011000100008>