



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

**MESTRADO INTEGRADO EM MEDICINA DENTÁRIA**

**INFLUÊNCIA DA APLICAÇÃO DE DIFERENTES SILANOS E  
TEMPOS DE CONDICIONAMENTO COM ÁCIDO  
HIDROFLUORÍDRICO A 4,9% NA RESISTÊNCIA ADESIVA  
( $\mu$ TBS) ENTRE UMA CERÂMICA E UMA RESINA  
COMPOSTA**

Trabalho submetido por  
**Matilde Ferreira Almiro**  
para a obtenção do grau de Mestre em Medicina Dentária

**outubro de 2017**





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

**MESTRADO INTEGRADO EM MEDICINA DENTÁRIA**

**INFLUÊNCIA DA APLICAÇÃO DE DIFERENTES SILANOS E  
TEMPOS DE CONDICIONAMENTO COM ÁCIDO  
HIDROFLUORÍDRICO A 4,9% NA RESISTÊNCIA ADESIVA  
( $\mu$ TBS) ENTRE UMA CERÂMICA E UMA RESINA COMPOSTA**

Trabalho submetido por  
**Matilde Ferreira Almiro**  
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 Santos**

**outubro de 2017**



## **Agradecimentos**

Ao Prof. Doutor José João Mendes pela oportunidade de ter desenvolvido este projeto sob a sua orientação, pela constante disponibilidade e serenidade.

À Mestre Inês Caetano Santos pela co-orientação, exigência e ajuda no trabalho. Obrigada por toda a dedicação, paciência e amizade que tem vindo a crescer nestes dois últimos anos.

Ao Dr. João Rua e Mestre Paulo Monteiro pelo entusiasmo, constante ajuda e disponibilidade.

Ao Prof. Doutor Mário Polido pela disponibilização do laboratório de biomateriais e respetivos equipamentos.

Ao Prof. Luís Proença por toda a disponibilidade e tratamento dos dados estatísticos.

Ao Prof. Doutor José João Mendes, Dr. João Rua e Mestre Paulo Monteiro pela oportunidade de elevar este projeto a nível internacional, com a realização de parte do projeto de investigação na Universidade de Groningen junto do Dr. Marco Gresnigt.

Ao Dr. Marco Gresnigt pela incrível receção, por todo o conhecimento teórico transmitido e pela disponibilidade para ajudar em tudo o que foi necessário mesmo estando longe.

Aos meus pais, Nuno e Marta por serem o meu ponto de apoio em todas as situações, os meus maiores incentivadores. Obrigada por me terem dado a oportunidade de aprender e crescer sempre com os melhores exemplos.

Aos meus avós por serem sempre o meu exemplo, pelo carinho e pela confiança que sempre depositaram em mim!

À Teresa não existem palavras suficientes para te agradecer. Obrigada pela amizade incondicional e toda a paciência. Vou levar para a vida tudo o que aprendi contigo, espero que estejas sempre aí para mim, como tens estado e como eu estou para ti!

À Beatriz por toda a amizade e partilha de experiências. Obrigada pela tranquilidade e todo o apoio nesta fase final. Mostraste-me que depois da tempestade vem a bonança!

Ao António, à Carol, ao João e à Mariana por fazerem com que estes 5 anos da minha vida nunca sejam esquecidos e por ter tido a oportunidade de partilhar dos melhores momentos da minha vida!

À Carlota e Rita pelo apoio, amizade e por estarem sempre presentes!!



## Resumo

**Objetivos:** Avaliar a influência de diferentes tempos de condicionamento com ácido hidrofúorídrico a 4,9% e de diferentes agentes de silanização comerciais aplicados na resistência adesiva ( $\mu$ TBS) entre a cerâmica de dissilicato de lítio e a resina composta.

**Materiais e Métodos:** Onze blocos IPS e.max CAD (Ivoclar-Vivadent) foram divididos em duas partes iguais. Das amostras obtidas, 21 foram divididas em 4 grupos segundo o silano utilizado: **G1** Bis-Silane (Bisco); **G2** Monobond Plus (Ivoclar-Vivadent); **G3** ESPE Sil Silane Coupling Agent (3M ESPE) e **G4** Monobond Etch & Prime (Ivoclar-Vivadent). Posteriormente, os três primeiros grupos foram subdivididos ( $n=3$ ) em função da duração do condicionamento com ácido hidrofúorídrico: 20 segundos (**T1**) ou 60 segundos (**T2**). O **G4** ( $n=3$ ) não foi subdividido consoante o tempo de condicionamento. O silano foi aquecido a 100°C, exceto no **G4**. Seguidamente aplicou-se uma camada de adesivo Optibond FL (Kerr) e foram aderidos incrementos de resina composta pré-aquecida a 55°C. As amostras foram seccionadas em palitos com secção de  $1\pm 0,2\text{mm}^2$  e armazenadas em água destilada durante 24 horas a 37°C. Os palitos foram submetidos a 10 000 ciclos a 5 e 55°C na termocicladora e foram testados em tensão a uma velocidade de 0,5 mm/min, até à sua rutura, obtendo-se um valor de resistência adesiva em MPa. Os resultados foram analisados com recurso aos testes ANOVA *two-way* com  $p\leq 0,05$  (SPSS24.0).

**Resultados:** Quando aplicado o mesmo tempo de condicionamento ácido, a aplicação dos diferentes silanos obteve resultados significativos (**G1T1**>**G2T1**>**G3T1** e **G1T2**>**G3T2**). O tempo de condicionamento durante 60 segundos (**T2**) resultou em melhores valores de adesão nos grupos **G2** e **G3**. No **G4** não foram registados valores adesivos.

**Conclusão:** O tempo de condicionamento ácido e o sistema de silanização aplicado influenciam a resistência adesiva entre a cerâmica de dissilicato de lítio e a resina composta.

**Palavras-chave:** Cerâmica, silano, dissilicato de lítio, microtração



## Abstract

**Objectives:** To evaluate the influence of different conditioning times with 4.9% hydrofluoric acid and different commercial silanization agents applied on the bond strength ( $\mu$ TBS) between lithium disilicate ceramic and composite resin.

**Materials and Methods:** Eleven IPS e.max CAD (Ivoclar-Vivadent) blocks were divided into two equal parts. Of the samples obtained, 21 were divided into 4 groups according to the silane used: **G1** Bis-Silane (Bisco); **G2** Monobond Plus (Ivoclar-Vivadent); **G3** ESPE Sil Silane coupling agent (3M ESPE) and **G4** Monobond Etch & Prime (Ivoclar-Vivadent). Later, the first three groups were divided into two subgroups ( $n=3$ ), according to the duration of hydrofluoric acid conditioning: 20 seconds (**T1**) or 60 seconds (**T2**). **G4** ( $n=3$ ) was not subdivided according to the etching duration. The silane was heated to 100°C, except in **G4**. Then a layer of Optibond FL (Kerr) bond was applied and increments of composite resin pre-heated at 55°C were added. The samples were sectioned into beams with a cross section of  $1\pm 0,2\text{mm}^2$  and stored in distilled water for 24 hours at 37°C. The beams were then subjected to 10 000 thermocycles at 5 and 55°C and were tested in tension at a speed of 0,5 mm/min, until fracture, obtaining a bond strength value in MPa. The results were analyzed using a two-way ANOVA test with  $p\leq 0,05$  (SPSS24.0).

**Results:** When the same etching time is applied, the application of the different silanes obtained significant results (**G1T1**>**G2T1**>**G3T1** and **G1T2**>**G3T2**). The conditioning time for 60 seconds (**T2**) resulted in better bond strength values in **G2** and **G3** groups. No bond strength values were registered in **G4**.

**Conclusion:** The hydrofluoric acid etching time and the silane system applied influence the bond strength between lithium disilicate ceramic and resin.

**Key words:** Ceramic, silane, lithium disilicate, microtensile



## Índice Geral

<b>I. INTRODUÇÃO .....</b>	<b>15</b>
1. RESTAURAÇÕES ADESIVAS INDIRETAS .....	15
2. CERÂMICAS DENTÁRIAS .....	16
2.1. Cerâmicas vítreas .....	18
2.1.1. Cerâmicas feldspáticas .....	18
2.1.2. Cerâmicas sintéticas .....	19
2.1.3. Cerâmicas infiltradas por vidro .....	20
2.2. Cerâmicas policristalinas .....	21
2.3. Cerâmicas com matriz de resina .....	21
3. SISTEMA CAD/CAM.....	22
4. TRATAMENTOS DE SUPERFÍCIE DAS CERÂMICAS DENTÁRIAS .....	24
4.1. Jateamento com óxido de alumínio.....	25
4.2. Jateamento com óxido de alumínio revestido por sílica .....	25
4.3. Tratamento químico .....	26
5. SILANOS .....	28
6. ADESÃO E MECANISMO DA ADESÃO .....	32
6.1. Sistemas Adesivos.....	32
7. RESINAS COMPOSTAS .....	35
8. TESTES LABORATORIAIS.....	37
8.1. Termociclagem.....	37
8.2. Microtração .....	38
<b>II. OBJETIVOS DO ESTUDO .....</b>	<b>39</b>
<b>III. HIPÓTESES DO ESTUDO .....</b>	<b>41</b>
<b>IV. MATERIAIS E MÉTODOS .....</b>	<b>43</b>
1. PREPARAÇÃO DAS AMOSTRAS.....	43
2. TESTES DE MICROTRAÇÃO.....	49
3. CLASSIFICAÇÃO DO TIPO DE FRATURA .....	50
4. ANÁLISE ESTATÍSTICA.....	51
<b>V. RESULTADOS.....</b>	<b>53</b>
1. ANÁLISE DA RESISTÊNCIA ADESIVA ( $\mu$ TBS) .....	53

2. ANÁLISE DO TIPO DE FRATURA OBTIDO.....	56
<b>VI. DISCUSSÃO.....</b>	<b>59</b>
<b>VII. CONCLUSÃO.....</b>	<b>67</b>
RELEVÂNCIA CLÍNICA .....	67
PERSPETIVAS FUTURAS .....	68
<b>VIII. BIBLIOGRAFIA .....</b>	<b>71</b>

## Índice de Figuras

<b>Figura 1</b> - Coroas feldspáticas.....	19
<b>Figura 2</b> – Imagens de microscopia eletrônica de varrimento do padrão da superfície cerâmica após diferentes tempos de condicionamento com ácido hidrófluorídrico. .....	27
<b>Figura 3</b> – Estrutura química do 3- metacriloxipropiltrimetoxissilano (MPS).....	29
<b>Figura 4</b> - Esquematização da interação do silano com a sílica da superfície cerâmica (esquerda) e a dupla ligação de carbonos que copolimeriza com a matriz orgânica de resina (direita).....	29
<b>Figura 5</b> - Bloco de dissilicato de lítio IPS e.max CAD A3-HT/C14 (Ivoclar-Vivadent, Schaan, Liechtenstein). ....	43
<b>Figura 6</b> - Micrótopo manual de tecidos duros (Isomet 1000, Buehler Ltd, Lake Bluff, IL, USA).....	43
<b>Figura 7</b> – Bloco de Bloco de dissilicato de lítio IPS e.max CAD A3-HT/C14 (Ivoclar-Vivadent, Schaan, Liechtenstein) dividido em duas partes iguais (12 mm x 14 mm x 7 mm) após sinterização.....	44
<b>Figura 8</b> - Silano não hidrolisado aplicado no <b>G1</b> , Bis-Silane (Bisco, Schaumburg, IL, USA). ....	45
<b>Figura 9</b> - Silanos pré-hidrolisados aplicados no <b>G2</b> e <b>G3</b> , Monobond Plus (Ivoclar-Vivadent, Schaan, Liechtenstein) e ESPE Sil Silane Coupling Agent (3M ESPE AG, Seefeld, Germany), respectivamente.....	45
<b>Figura 10</b> - Silano autocondicionante aplicado no <b>G4</b> , Monobond Etch & Prime (Ivoclar-Vivadent, Schaan, Liechtenstein).....	46
<b>Figura 11</b> - Aplicação do adesivo Optibond FL (Kerr, CA, USA). ....	47

<b>Figura 12</b> - Resina composta Enamel Plus HRi (Micerium S.p.A., Avegno, Ge, Italy), nas cores UD0, UD2 e UD3 (esquerda) e condensação da resina composta com o auxílio de um molde efetuado com silicone de adição (direita).....	48
<b>Figura 13</b> - Micrótopo de tecidos duros Accutom-50 (Struers A/S, Ballerup, Denmark).....	48
<b>Figura 14</b> – Secção de uma amostra no micrótopo (esquerda), amostra seccionada nas direções X e Y (centro) e palitos obtidos (direita). ....	49
<b>Figura 15</b> - Termocicladora (Julabo FT 200).....	49
<b>Figura 16</b> – Palito fixo a um <i>jig</i> de aço inoxidável de <i>Geraldeli</i> com cola de cianocrilato (esquerda) e máquina de testes universal (Shimadzu Autograph AG-IS, Tokyo, Japan) (direita). ....	50
<b>Figura 17</b> – Esquema representativo dos tipos de fraturas.....	51

## Índice de Tabelas

<b>Tabela 1</b> - Instruções dos fabricantes para a aplicação dos agentes de silanização utilizados.....	47
<b>Tabela 2</b> - Valores das médias da resistência adesiva e respectivos desvios-padrão, em MPa, de cada grupo.....	53
<b>Tabela 3</b> - Valores das médias da resistência adesiva $\pm$ desvios-padrão e respectivos intervalos de confiança, em MPa, de cada grupo.....	54



## Índice de Gráficos

<b>Gráfico 1</b> - Gráfico com as médias da resistência adesiva e respectivos desvios-padrão, em MPa, de cada grupo .....	53
<b>Gráfico 2</b> - Gráfico com os intervalos de confiança (95%) para cada grupo. ....	54
<b>Gráfico 3</b> - Gráfico com as percentagens da distribuição do tipo de falhas nos grupos de aplicação do silano Bis-Silane. ....	56
<b>Gráfico 4</b> - Gráfico com as percentagens da distribuição do tipo de falhas nos grupos de aplicação do silano Monobond Plus.....	57
<b>Gráfico 5</b> - Gráfico com as percentagens da distribuição do tipo de falhas nos grupos de aplicação do silano ESPE Sil. ....	57



## Lista de Abreviaturas

°C – Graus Celsius

10-MDP – 10-Metacrilóiloxidecil dihidrogenofosfato

CAD/CAM – *Computer Aided Design/Computer Aided Manufacturing*

Bis-GMA – bisfenol glicidil metacrilato

HEMA – Hidroxiletil metacrilato

kN - QuiloNewton

kPa - QuiloPascals

mm - Milímetro

mm<sup>2</sup> – Milímetro quadrado

mm/min – Milímetro por minuto

MPa - MegaPascals

MPS – 3- metacrilóxi-propil-trimetoxissilano

mW/cm<sup>2</sup> – Mili Watts por centímetro quadrado

N – Newton

*p* - nível de significância estatística

TEGDMA – dimetacrilato de trietileno glicol

UDMA – dimetacrilato de uretano



## I. Introdução

### 1. Restaurações Adesivas Indiretas

As restaurações indiretas são restaurações executadas fora da cavidade oral. Podem ser realizadas em laboratório ou, mais recentemente, com recurso à tecnologia de *Computer Aided Design/Computer Aided Manufacturing* (CAD/CAM) (Heymann, Swift, Ritter & Sturdevant, 2013).

As restaurações adesivas indiretas surgem como uma evolução em relação às restaurações tradicionais por terem diversas vantagens. São mais conservadoras, uma vez que não é necessário remover estrutura dentária sã para a sua retenção e estabilidade. Com este tipo de restaurações consegue-se uma boa adaptação entre a margem da restauração e o dente e, assim, pode reduzir-se a microinfiltração. Deste modo, a progressão de bactérias e fluidos orais para o interior está dificultada, diminuindo a sensibilidade pós-operatória, a descoloração marginal e a recidiva de cárie. Estas características contribuem para uma maior longevidade da restauração (Anusavice, Shen & Rawls, 2013; Noda *et al.*, 2017).

Do ponto de vista mecânico, estas restaurações transmitem e distribuem melhor as forças funcionais ao longo da interface adesiva. Além das características acima mencionadas, no caso de haver necessidade de reparação ou substituição, estas restaurações podem ser desaderidas com pouco ou nenhum desgaste adicional de tecido dentário. Por último, a estética também é uma das vantagens deste tipo de restaurações (Van Meerbeek, Perdigão, Lambrechts & Vanherle, 1998).

Assim, a dentisteria adesiva minimamente invasiva surge como uma obrigação ética e não como apenas outra opção de tratamento. Quase todos os tipos de materiais podem ser aplicados segundo esta forma de tratamento, no entanto, é necessário seguir um protocolo específico para que cada um tenha sucesso clínico a longo prazo (Mante *et al.*, 2013).

Dentro dos materiais restauradores que apresentam a mesma coloração que a estrutura dentária, as cerâmicas e as resinas compostas são exemplos que podem substituir, parcialmente ou por completo, restaurações que possam ser menos estéticas, como as restaurações metálicas (Soares, Soares, Pereira & Fonseca, 2005).

As resinas compostas têm a capacidade de absorver forças compressivas e assim reduzir o seu impacto, mimetizando a dentina, o que provoca menor desgaste nos dentes oponentes enquanto que as cerâmicas têm um comportamento mais friável semelhante ao esmalte (Magne, 2006; Nandini, 2010).

## **2. Cerâmicas Dentárias**

As cerâmicas foram introduzidas na Medicina Dentária em 1774, quando o francês Alexis Duchateau se apercebeu de qualidades tais como dureza, pouca pigmentação e longevidade dos materiais cerâmicos que eram utilizados nos “utensílios domésticos” e decidiu trocar os dentes em marfim da sua prótese total por uns dentes em cerâmica (Gomes, Assunção, Rocha & Santos, 2008; Ho & Matinlinna, 2011).

No início do século XX, foi introduzida a primeira coroa feldspática por Land. Apesar da combinação de uma boa resistência com uma estética razoável, conseguidas com as coroas metalocerâmicas tradicionais, as constantes exigências dos pacientes por uma estética melhorada conduziram ao desenvolvimento e preferência por restaurações totalmente cerâmicas. A utilização de materiais cerâmicos que se assemelham à estrutura dentária permitiu uma abordagem biomimética na dentisteria restauradora, possibilitando, assim, a entrada numa era *metal-free* (Conrad, Seong & Pesun, 2007; Ho & Matinlinna, 2011; Magne, 2006).

Em 1965, McLean foi o pioneiro no conceito da introdução de alumina numa cerâmica feldspática com o objetivo de melhorar as propriedades físicas e mecânicas (Conrad *et al.*, 2007).

Os elementos que constituem as cerâmicas incluem elementos metálicos, como o alumínio, cálcio, lítio, magnésio, potássio, titânio e zircónio, e substâncias não metálicas

como boro, silício, flúor, oxigênio e sílica. Geralmente, contêm uma fase cristalina dispersa envolvida numa fase vítrea translúcida. A fase vítrea confere viscosidade, está relacionada com a expansão térmica da cerâmica e é composta por sílica (óxido de silício –  $\text{SiO}_4$ ), enquanto que a fase cristalina é responsável pelas propriedades mecânicas e óticas. Um aumento de cristais na fase cristalina contribui para um aumento da opacidade da cerâmica e melhora as propriedades mecânicas, tornando estes materiais mais resistentes à fratura, à erosão e às forças a que estão sujeitos na cavidade oral (Giordano & McLaren, 2010; Gomes *et al.*, 2008).

As cerâmicas são materiais restauradores largamente utilizados pelas suas propriedades clínicas atrativas. São conhecidas pela sua excelente capacidade de reproduzir as características estéticas dos dentes naturais como a cor, o brilho e a transparência, por serem quimicamente estáveis, altamente duráveis e pela sua biocompatibilidade (Gomes *et al.*, 2008; Ho & Matinlinna, 2011).

A aplicação clínica das cerâmicas dentárias é muito diversificada. As três indicações principais são: coroas metalocerâmicas e próteses parciais fixas, restaurações totalmente cerâmicas que consistem em coroas, pontes, facetas, *inlays* e *onlays* e, por fim, dentes cerâmicos de próteses dentárias. Também têm aplicabilidade em outras áreas da Medicina Dentária como, por exemplo, na reposição de tecido duro (enxertos ósseos sintéticos) (Blatz, Sandan & Kern, 2003; Ho & Matinlinna, 2011).

Ainda assim, apresentam algumas desvantagens como o desgaste dos dentes antagonistas e a elevada friabilidade. A resistência não é uma propriedade inerente às cerâmicas. Desta forma, um dos principais problemas da cerâmica é a facilidade em fraturar, por exemplo, quando as restaurações são feitas em oclusão desfavorável, em pacientes com disfunções acentuadas ou quando a restauração não está bem adaptada, quando a espessura de cimento não é homogênea ou a forma do preparo não é a mais adequada (Heymann *et al.*, 2013; Hilton, Ferracane & Broome, 2013).

A classificação dos materiais cerâmicos é útil em diversas situações, incluindo para a comunicação e no ensino. Idealmente, um sistema de classificação deve fornecer informação clínica relevante sobre o material em questão, aplicação clínica (tipo de restauração) e sobre o protocolo de adesão do material. Diversos sistemas de

classificação têm sido propostos para classificar as cerâmicas: segundo as indicações clínicas, a composição, o processo de fabrico (pó/líquido, prensadas ou maquinadas), a microestrutura, entre outros (Giordano & McLaren, 2010; Gracis *et al.*, 2015).

O processo de fabrico das cerâmicas influencia o seu comportamento mecânico e, conseqüentemente, o seu desempenho clínico (McLaren & Figueira, 2015).

Ainda assim, classificar as cerâmicas pode ser confuso e subjetivo, variando de autor para autor. Classificar de acordo com a sua composição parece ser lógico pois a compreensão da composição da cerâmica, quer da parte do clínico quer da parte do técnico de prótese, é essencial para alcançar os resultados pretendidos, de acordo com cada situação clínica. De um modo geral, podemos categorizá-las em: cerâmicas vítreas, cerâmicas policristalinas e cerâmicas com matriz de resina (Gracis *et al.*, 2015).

## **2.1. Cerâmicas vítreas**

São cerâmicas inorgânicas não metálicas que contêm uma fase vítrea (Gracis *et al.*, 2015).

### **2.1.1. Cerâmicas feldspáticas**

Também conhecidas por porcelanas, uma vez que contêm grande quantidade de sílica. Para serem consideradas cerâmicas feldspáticas devem ter um teor mínimo de 15% de sílica do peso total. São compostas por caulim, feldspato de potássio e quartzo (sílica). Com a aplicação de elevadas temperaturas, o feldspato decompõe-se, formando cristais de leucite. O quartzo contribui para a fase cristalina e para a translucidez. São os materiais cerâmicos mais translúcidos mas são também os mais frágeis (Gomes *et al.*, 2008; Gracis *et al.*, 2015; Ho & Matinlinna, 2011; McLaren & Figueira, 2015).

Este tipo de cerâmicas têm uma elevada translucidez e são muito estéticas, criando a ilusão de um dente natural. Assim sendo, conseguem mimetizar as cores e sombras dos dentes naturais estando, por isso, indicadas para a confecção de facetas, coroas de revestimento totalmente cerâmicas e como revestimento de coroas metalocerâmicas, *onlays* e *inlays* (Gomes *et al.*, 2008; Gracis *et al.*, 2015; Ho & Matinlinna, 2011; McLaren & Figueira, 2015) (Figura 1).



**Figura 1** - Coroas feldspáticas (Magne, Magne & Magne, 2010).

### 2.1.2. Cerâmicas sintéticas

Nesta categoria, incluem-se as cerâmicas reforçadas por leucite e as cerâmicas de dissilicato de lítio. Ambas podem ser fabricadas pelo processo de prensagem ou através da maquinação (CAD/CAM) (Gracis *et al.*, 2015; Ho & Matinlinna, 2011).

As cerâmicas reforçadas por leucite contêm 45% deste mineral no seu volume total. A adição de leucite altera o coeficiente de expansão térmica da cerâmica e torna o material restaurador mais resistente. São indicadas para a confecção de facetas e para restaurações de dentes anteriores e posteriores. Também lhes é atribuída uma excelente estética devido à sua elevada translucidez (Giordano & McLaren, 2010; Gracis *et al.*, 2015; Ho & Matinlinna, 2011).

As cerâmicas de dissilicato de lítio foram originalmente introduzidas pela Ivoclar-Vivadent. O dissilicato de lítio constitui 70% do volume total da fase cristalina. Assim, apresenta-se uma cerâmica com uma matriz vítrea altamente carregada exibindo, por isso, uma elevada resistência à flexão e à fratura. Estas propriedades biomecânicas desejáveis permitem que estejam indicadas para *inlays*, *onlays*, facetas, coroas de dentes anteriores e posteriores, pontes totalmente cerâmicas, e também, para coroas sobre implantes. Este material exibe elevada translucidez tendo em conta o seu elevado conteúdo cristalino, ainda assim pode não ser translúcido o suficiente para coroas de revestimento total ou situações extremamente estéticas. Neste caso, podem ser tornadas mais estéticas, com a sobreposição de uma camada de cerâmica feldspática (Giordano & McLaren, 2010; Ho & Matinlinna, 2011; Li, Chow & Matinlinna, 2014; Noda *et al.*, 2017).

O sistema IPS Empress II (Ivoclar-Vivadent) consiste na injeção da cerâmica de dissilicato de lítio, a elevadas temperaturas e pressões, num molde. Assim, a contração da cerâmica durante a queima deixa de ser um problema (Gomes *et al.*, 2008).

O sistema IPS e.max CAD consiste num bloco monolítico parcialmente cristalizado, tornando mais fácil o corte da peça durante o processo de fresagem no sistema CAD/CAM. Para finalizar a restauração, é necessário submetê-la novamente a tratamento térmico, formando os cristais de dissilicato de lítio. Os blocos alteram a sua cor azulada inicial para a cor e translucidez escolhida. Posteriormente, a peça pode ser maquilhada para mimetizar a coloração e pigmentação dentária (Li *et al.*, 2014).

As cerâmicas de dissilicato de lítio são amplamente reconhecidas pela sua boa capacidade de adesão ao substrato dentário, ótimas propriedades mecânicas e a sua aparência semelhante ao dente (Sundfeld *et al.*, 2016). Comparadas com as cerâmicas reforçadas por leucite, as cerâmicas de dissilicato de lítio têm a capacidade de resistir melhor a forças que possam causar fraturas, quando aderidas a uma resina composta (Ho & Matinlinna, 2011).

### **2.1.3. Cerâmicas infiltradas por vidro**

São cerâmicas de alumina ou alumina e zircónia infiltradas por vidro. A cerâmica de alumina infiltrada por vidro contém uma matriz cristalizada porosa de óxido de alumínio (85% de volume) onde é infiltrada a fase vítrea à base de óxido de latânio. A interpenetração dos dois tipos de materiais aumenta a resistência à fratura (Giordano & McLaren, 2010; Gracis *et al.*, 2015; Ho & Matinlinna, 2011).

No caso das cerâmicas de alumina e zircónia infiltradas por vidro, são adicionadas partículas estabilizadoras de zircónia à alumina, com o objetivo de melhorar, ainda mais, a resistência da cerâmica (Gomes *et al.*, 2008; Gracis *et al.*, 2015).

Devido à sua grande opacidade, é necessário o recobrimento com uma camada de cerâmica feldspática em zonas estéticas. Assim, estas cerâmicas estão indicadas, principalmente, para pontes posteriores de três elementos, para infraestruturas de coroas anteriores e para coroas posteriores unitárias (Giordano & McLaren, 2010; Gracis *et al.*, 2015; Ho & Matinlinna, 2011).

## 2.2. Cerâmicas policristalinas

São cerâmicas inorgânicas que não contém fase vítrea. Nesta categoria, incluem-se as cerâmicas de alumina e as cerâmicas de zircónia. São cerâmicas monofásicas, uma vez que os cristais são sinterizados sem necessitarem de uma matriz vítrea para formar uma estrutura densa policristalina. A ausência da fase vítrea faz com que o condicionamento com ácido hidrófluorídrico não tenha efeito na superfície destas cerâmicas. Apesar de apresentarem excelentes propriedades mecânicas devido à densa estrutura cristalina, a sua translucidez é limitada (Giordano & McLaren, 2010; Gracis *et al.*, 2015; Li *et al.*, 2014).

As cerâmicas de alumina consistem em óxido de alumínio de elevada pureza (aproximadamente 95%). Contrariamente, as cerâmicas de zircónia não são compostas por zircónia em estado puro: são compostas parcialmente por zircónia e outros óxidos metálicos, que atuam como estabilizadores da zircónioia (Gracis *et al.*, 2015; Li *et al.*, 2014).

As cerâmicas policristalinas têm aplicabilidade limitada em zonas de dentes anteriores, estando indicadas em infraestruturas de pontes e coroas onde, posteriormente, é adicionada uma camada de cerâmica feldspática, de forma a melhorar a estética (Li *et al.*, 2014).

## 2.3. Cerâmicas com matriz de resina

Mais recentemente, os materiais híbridos podem ser incluídos na classificação das cerâmicas uma vez que apresentam na sua composição, predominantemente compostos inorgânicos. Estes materiais têm na sua constituição uma matriz orgânica de resina preenchida por partículas cerâmicas, em grandes quantidades. Comercialmente, existe uma resina nanocerâmica, Lava Ultimate (3M ESPE), e uma cerâmica vítrea com a interpenetração de uma matriz de resina, Enamic (Vita) (Gracis *et al.*, 2015).

### **3. Sistema CAD/CAM**

François Duret produziu a primeira restauração através da tecnologia de CAD/CAM em 1983. Este sistema permite a criação de diversas peças como *inlays*, *onlays*, facetas ou coroas. Atualmente, é também aplicado em áreas como a prótese, a implantologia e a ortodontia (Alghazzawi, 2016; Davidowitz & Kotick, 2011).

Diversos materiais podem ser usados com esta tecnologia, incluindo todo o tipo de cerâmicas. A técnica de CAD/CAM permite o desenvolvimento de restaurações estéticas com propriedades biomecânicas melhoradas. Os materiais em bloco são mais homogêneos e apresentam menos falhas, evitando que surjam poros, inclusões ou outros tipos de danos, inerentes ao processo tradicional de fabrico de uma cerâmica (Li *et al.*, 2014).

Recentemente, dois materiais cerâmicos inovadores foram introduzidos. As cerâmicas de dissilicato de lítio, que exibem uma maior resistência à flexão e, assim, um menor risco de fratura, e os materiais híbridos (compostos por cerâmica e por resina composta), que se apresentam menos frágeis e menos abrasivos para os dentes oponentes, quando comparados com os materiais cerâmicos (Frankenberger *et al.*, 2015).

Os sistemas CAD/CAM podem ser para utilização *in office*, como por exemplo o sistema Cerec (Sirona), ou para elaboração laboratorial e são constituídos por três componentes maioritários:

- Um *scanner*, que recolhe e converte em impressões digitais as informações do preparo do dente, as estruturas adjacentes e os dentes oponentes. O *scanner* pode ser de utilização direta, através da leitura intra-oral, ou de utilização indireto, pela leitura de um modelo de gesso obtido através de uma impressão convencional.

- Um *software*, onde a restauração pode ser desenhada e adaptada virtualmente, e ainda, visualizada em três dimensões. Geralmente, os *softwares* dispõem de diversas morfologias dentárias, podendo ser efetuadas modificações manuais com o objetivo de criar uma peça única e adaptada a cada paciente.

- Uma máquina de fresagem, que fabrica a restauração a partir de um bloco sólido homogêneo de material restaurador (técnica por subtração) ou através de uma técnica

por adição. Esta última fase envolve a criação de uma restauração real que está sob a forma virtual (Alghazzawi, 2016; Beuer, Schweiger & Edelhoff, 2008; Davidowitz & Kotick, 2011).

O processo de fabrico da peça por subtração a partir de um bloco sólido maior designa-se por fresagem. Baseia-se em instrumentos de corte afiados incorporados na máquina, que são utilizados como ferramenta de corte do material, com a finalidade de atingir a forma da restauração desejada. Os instrumentos de corte apresentam diâmetros variáveis em que, quanto menor o diâmetro, mais precisa é a fresagem. A fresagem pode ser feita sob irrigação ou a seco. A irrigação é feita com água fria para não haver um sobreaquecimento do material. A irrigação é recomendada na fresagem de materiais metálicos e cerâmicas vítreas para evitar que o calor não danifique o material (Alghazzawi, 2016; Beuer *et al.*, 2008; Bilgin, Baytaroglu, Erdem & Dilber, 2016).

A técnica por adição é definida como um processo de junção de materiais, geralmente camada sobre camada, até obter a peça idealizada digitalmente (Alghazzawi, 2016; Bilgin *et al.*, 2016).

Rapidez, facilidade de utilização e elevada qualidade são algumas das inúmeras vantagens que a técnica CAD/CAM oferece sobre as técnicas tradicionais. As restaurações apresentam uma grande qualidade uma vez que as suas medidas e o processo de fabrico são extremamente precisos, contrariamente aos métodos convencionais, que são sensíveis à técnica (Heymann *et al.*, 2013; Li *et al.*, 2014). Outra das vantagens é o maior conforto do paciente, uma vez que as impressões convencionais podem ser mais desagradáveis e a o facto de a restauração poder ser feita numa consulta única, reduzindo o tempo. Os materiais de impressão, as coroas provisórias e o trabalho de laboratório também podem ser dispensados, reduzindo os custos. Com as impressões tradicionais, podem surgir problemas como presença de bolhas e distorção do material, que são evitados com o recurso à tecnologia CAD/CAM. Os registos podem, ainda, ser guardados no computador, estando sempre disponíveis, enquanto que os modelos de gesso podem ser danificados. Contudo, esta técnica também apresenta desvantagens, como o elevado custo inicial do equipamento e a manipulação ter uma curva de aprendizagem, sendo necessário algum tempo de prática (Alghazzawi, 2016; Anusavice *et al.*, 2013; Davidowitz & Kotick, 2011; Heymann *et al.*, 2013).

O *design* e a tecnologia de fresagem CAD/CAM, em simultâneo com *scanners* digitais, permitiram que as cerâmicas evoluíssem, uma vez que possibilitam o fabrico de restaurações mais resistentes, minimamente invasivas e estéticas, resultando assim, numa excelente fiabilidade e numa elevada taxa de sucesso (Li *et al.*, 2014; McLaren & Figueira, 2015).

#### **4. Tratamentos de superfície das Cerâmicas Dentárias**

A adesão direta das cerâmicas à estrutura dentária não é eficiente uma vez que este tipo de material restaurador não tem afinidade natural pelo dente. Assim, é essencial que sejam previamente tratados, tanto o dente como a respetiva restauração cerâmica, com o objetivo de criar uma boa adesão. A superfície interna será preparada com o objetivo de otimizar a adesão micromecânica entre a cerâmica, o agente de cimentação e o dente (Borges, Sophr, Goes, Sobrinho & Chan, 2003; Ho & Matinlinna, 2011).

O tratamento de superfície consiste na criação de uma superfície rugosa e de microporosidades para a posterior infiltração dos silanos e agentes de cimentação. Esta alteração leva a um aumento da sua energia de superfície, aumentando também a molhabilidade e, conseqüentemente, a força de adesão (Lung & Matinlinna, 2012).

A eficácia dos tratamentos de superfície é altamente dependente da composição das cerâmicas (Borges *et al.*, 2003).

A criação de rugosidades com broca, a irradiação com *laser* Nd:YAG ou Er:YAG e o revestimento por sílica piroquímica são métodos de tratamento de superfície que, juntamente com os métodos que serão referidos de forma mais específica seguidamente, irão contribuir para melhorar a resistência adesiva dos materiais cerâmicos (Lung & Matinlinna, 2012).

#### **4.1. Jateamento com óxido de alumínio**

Este procedimento foi introduzido quando, em 1945, Black utilizou partículas abrasivas para a preparação cavitária. Neste seguimento, esta técnica foi alargada aos materiais restauradores e consiste na abrasão da superfície com partículas de óxido de alumínio, sob uma pressão de ar de 380 kPa, durante aproximadamente 10-15 segundos e a uma distância perpendicular de 10 mm. Este procedimento altera morfológicamente a superfície da cerâmica, aumentando o número de potenciais áreas disponíveis para a adesão. Consoante a pressão do jateamento, algumas partículas de óxido de alumínio podem ficar embebidas na superfície jateada. Após a aplicação de silano, formam-se ligações entre o alumínio e o silano. Estas, porém, são instáveis, comprometendo assim a adesão (Borges *et al.*, 2003; Lung & Matinlinna, 2012; Matinlinna, Lung & Tsoi, 2017; Özcan & Vallittu, 2003).

Em cerâmicas com sílica na sua composição (feldspáticas, reforçadas por leucite e dissilicato de lítio), o jateamento da superfície deve ser evitado, uma vez que pode criar microfissuras ou levar a uma grande perda de material cerâmico (Colares *et al.*, 2013; Kern & Thompson, 1994; Matinlinna & Vallittu, 2007).

#### **4.2. Jateamento com óxido de alumínio revestido por sílica**

As partículas de óxido de alumínio revestidas por sílica embatem no substrato cerâmico provocando um aumento transitório de temperatura até aos 1200°C. Assim, a sílica que reveste estas partículas penetra e fica embebida na superfície do substrato. A superfície da cerâmica fica coberta por uma camada com elevada energia. A incorporação de sílica na superfície cerâmica permite que se estabeleçam ligações covalentes com silano aplicado posteriormente, melhorando a ligação do substrato cerâmico à componente orgânica do material a aderir/cimentar (Lung & Matinlinna, 2012; Matinlinna & Vallittu, 2007; Thompson, Stoner, Piascik & Smith, 2011).

Este procedimento baseia-se na alteração química e na criação de retenções no substrato através da energia mecânica. Foi desenvolvido para a aplicação em cerâmicas em que o condicionamento com ácido hidrofúorídrico não tem efeito, como as cerâmicas que contêm alto teor em alumina e zircónia e baixo teor em sílica, com o

objetivo de aumentar a adesão micromecânica (rugosidade da superfície) e potencializar a interação química entre a sílica incorporada na superfície cerâmica e o silano necessário para o processo de silanização. Existem várias formas comerciais de partículas de óxido de alumínio revestidas com sílica, sendo as mais comuns, o sistema Rocatec (3M ESPE) e o sistema Cojet (3M ESPE). Normalmente as dimensões das partículas destes sistemas são de 30  $\mu$ m, podendo chegar até aos 110  $\mu$ m (Della Bona, Borba, Benetti & Cecchetti, 2007; Ho & Matinlinna, 2011; Lung & Matinlinna, 2012; Matinlinna & Vallittu, 2007; Thompson *et al.*, 2011).

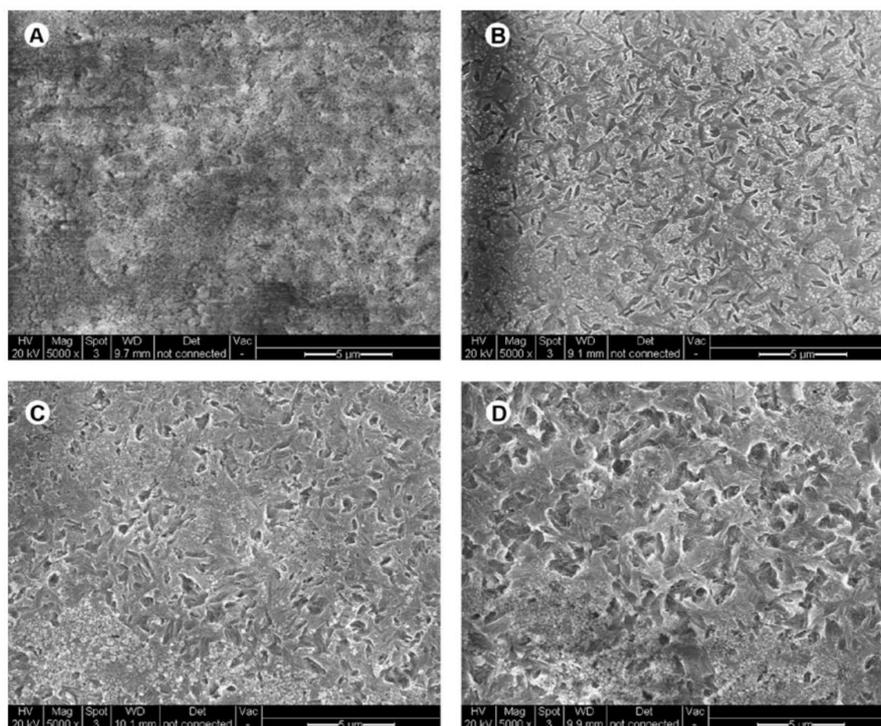
### **4.3. Tratamento químico**

#### **Ácido Hidrófluorídrico**

O tratamento da superfície com ácido aumenta a densidade de grupos hidroxil (-OH) e, assim, aumenta a capacidade para a formação de ligações entre a sílica do substrato e as moléculas de silano (Lung & Matinlinna, 2012; Özcan & Vallittu, 2003).

Por outro lado, o ácido reage, preferencialmente, com a sílica presente nas cerâmicas, formando hexafluorosilicatos. A matriz vítrea da cerâmica dissolvida é seguidamente removida pela lavagem, deixando a superfície rugosa e com microporosidades, o que faz com que aumente a energia de superfície. O resultado do condicionamento ácido é uma superfície porosa, que vai servir para a criação de micro-retenções, e com elevada energia, o que permite uma melhor molhabilidade da superfície pelo agente de adesão/cimentação (Borges *et al.*, 2003; Carvalho, Martins, Queiroz, Leite & Özcan, 2011; Matinlinna & Vallittu, 2007; Matinlinna *et al.*, 2017; Özcan & Vallittu, 2003; Soares *et al.*, 2005).

Podem ser aplicadas diferentes concentrações de ácido (entre 4 e 10%) e durante diferentes tempos de condicionamento. Um aumento na duração do condicionamento ácido e na concentração do ácido, aumenta a rugosidade na superfície da cerâmica (Ho & Matinlinna, 2011; Matinlinna *et al.*, 2017; Zogheib, Della Bona, Kimpara & McCabe, 2011). A Figura 2 ilustra os diferentes padrões da superfície cerâmica após diferentes tempos de condicionamento com ácido hidrófluorídrico.



**Figura 2** – Imagens de microscopia eletrônica de varrimento do padrão da superfície cerâmica após diferentes tempos de condicionamento com ácido hidrófluorídrico. A - sem condicionamento; B - condicionamento ácido durante 20 segundos; C - condicionamento ácido durante 60 segundos; D - condicionamento ácido durante 90 segundos (Zogheib *et al.*, 2011).

O condicionamento com ácido hidrófluorídrico tem efeito nas cerâmicas que contêm sílica na sua composição como as reforçadas por leucite, dissilicato de lítio ou as feldspáticas. Contrariamente, nas cerâmicas que não têm sílica na sua constituição, como por exemplo as de zircônia e as infiltradas por alumina, o tratamento químico não altera a superfície da cerâmica. Assim sendo, para estas cerâmicas ácido-resistentes, deve ser considerado o jateamento da superfície como alternativa para criar micro-retenções (Borges *et al.*, 2003 Özcan & Vallittu, 2003; Thompson *et al.*, 2011).

A aplicação do ácido hidrófluorídrico pode ser feita no laboratório ou na consulta, previamente à cimentação. Se for feita pelo técnico de laboratório, o *try-in* pode levar à contaminação da peça, comprometendo a adesão. Desta forma, foram descritos vários métodos para a descontaminação, entre eles, a lavagem da superfície cerâmica com ácido ortofosfórico. Assim sendo, o ácido ortofosfórico tem uma função secundária: A eliminação dos detritos formados pela dissolução da matriz vítrea, aumentando a capacidade de molhamento da superfície cerâmica e, conseqüentemente, a força adesiva. Adicionalmente, o ácido ortofosfórico é uma das formas de remover os

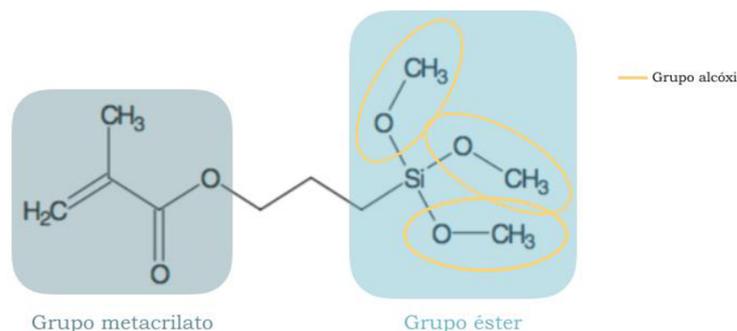
excessos de ácido hidrófluorídrico, considerado um agente tóxico (Borges *et al.*, 2017; Giraldo *et al.*, 2016; Ho & Matinlinna, 2011; Zogheib *et al.*, 2011).

## **5. Silanos**

Com o objetivo de resolver problemas clínicos que surgiram na tentativa de aderir materiais de natureza química diferentes, como a adesão entre materiais inorgânicos diferentes ou com outros materiais orgânicos, introduziram-se os agentes de acoplamento. Estes agentes, os organosilanos, mais vulgarmente conhecidos como silanos, são utilizados com o intuito de aumentar a força adesiva entre os diferentes substratos (Lung & Matinlinna, 2012).

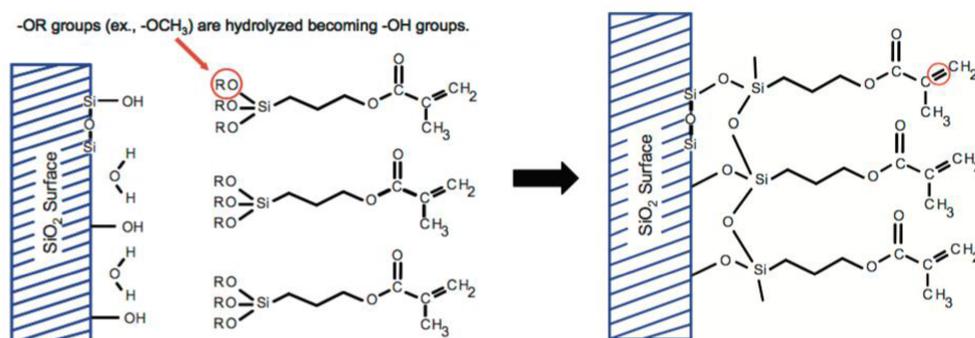
Em Medicina Dentária, são largamente utilizados, geralmente, sob a forma de uma solução para promover a adesão de restaurações indiretas e antes da reparação de materiais restauradores, podendo também ser incorporados nas partículas de carga inorgânica das resinas compostas (Lung & Matinlinna, 2012; Ho & Matinlinna, 2011).

O agente de silanização mais utilizado em Medicina Dentária é o 3-metacriloxipropiltrimetoxisilano (MPS), uma molécula bifuncional pois, numa das suas extremidades, contém um átomo de silício (Si) ligado a três grupos alcóxi, formando o grupo éster da molécula (-Si-O-CH<sub>3</sub>). Os grupos alcóxi da molécula, que dependem de ativação através da hidrólise, permitem a ligação ao substrato inorgânico, como por exemplo, com a sílica, que está presente na superfície da cerâmica. Na outra extremidade da molécula, encontra-se um grupo organofuncional (grupo metacrilato), não hidrolisável, que reage e polimeriza com monómeros da matriz orgânica, presentes, por exemplo, nos sistemas adesivos, nas resinas compostas e nos cimentos de resina (Matinlinna & Vallittu, 2007; Matinlinna *et al.*, 2017; Thompson *et al.*, 2011). A estrutura química deste agente de silanização está ilustrada na Figura 3.



**Figura 3** – Estrutura química do 3- metacriloxipropiltrimetoxisilano (MPS) (Adaptado de Ho & Matinlinna, 2011).

O mecanismo de ativação da molécula de silano consiste em sucessivas hidrólises, em meio ácido, dos grupos alcóxi. O grupo éster do silano passa a silanol ( $\equiv\text{Si-OH}$ ) e as moléculas vão condensar-se formando oligómeros. Estes oligómeros de silano reagem entre si, formando estruturas hidrofóbicas com ligações cruzadas (reação de condensação horizontal). As reações de condensação ocorrem, também, entre os oligómeros de silano e o substrato inorgânico, através de ligações por pontes de hidrogénio (reação de condensação vertical). Os grupos organofuncionais da molécula de silano reagem com os grupos funcionais das resinas compostas. Os radicais livres gerados pela fotopolimerização reagem com as duplas ligações de carbono  $>\text{C}=\text{C}<$  do grupo organofuncional e dos monómeros de resina, formando novas moléculas com ligações simples,  $>\text{C}-\text{C}<$  (Cardenas *et al.*, 2017; Matinlinna, Lassila, Özcan, Yli-Urpo & Vallittu, 2004; Matinlinna *et al.*, 2017). A Figura 4 esquematiza a reação química entre o silano e a sílica presente no substrato inorgânico e entre o grupo organofuncional do silano e a matriz orgânica de resina.



**Figura 4** - Esquemática da interação do silano com a sílica da superfície cerâmica (esquerda) e a dupla ligação de carbonos que copolimeriza com a matriz orgânica de resina (direita). A seta a vermelho representa a ativação por hidrólise dos grupos alcóxi da molécula de silano (Thompson *et al.*, 2011).

Quanto mais reativos forem os grupos da molécula de silano com os grupos funcionais da resina e com o substrato inorgânico, mais forte será a força adesiva. O silano promove um aumento de energia de superfície do substrato inorgânico, como por exemplo, da cerâmica. Tem ainda um papel importante na molhabilidade, uma vez que torna a superfície hidrofílica do substrato cerâmico numa superfície hidrofóbica (Cardenas *et al.*, 2017; Carvalho *et al.*, 2011).

Comercialmente, os silanos podem estar disponíveis já pré-hidrolisados (um frasco) ou não hidrolisados (dois frascos). As soluções de silano pré-hidrolisados consistem, geralmente, em concentrações de silano, entre 1 e 2%, diluído numa solução de água e etanol, cujo pH é ajustado com ácido acético e varia entre 4 e 5. Os silanos disponíveis em dois frascos têm uma solução de silano não hidrolisado em etanol num dos frascos e uma solução aquosa de ácido acético no outro. Assim, as duas soluções têm que ser misturadas para permitir a hidrólise do silano. Esta formulação aumenta o prazo de validade do silano, quando comparada com as soluções de frasco único. Os silanos pré-hidrolisados exibem uma maior taxa de hidrólise, quando comparados aos silanos disponíveis em dois frascos, uma vez que, nos silanos não hidrolisados, a hidrólise ocorre no momento da mistura. Em condições ideais para aplicação, as soluções de silano apresentam-se perfeitamente translúcidas. Caso se encontrem turvas, deverão ser descartadas. Ao longo do tempo podem também precipitar, formando polímeros sem capacidade de acoplamento (Blatz *et al.*, 2003; Ho & Matinlinna, 2011; Matinlinna & Vallittu, 2007; Matinlinna *et al.*, 2017; Monticelli, Toledano, Osorio & Ferrari, 2006).

Os silanos depositam-se à superfície dos materiais sob a forma de uma camada interfásica de espessura variada. Nesta camada interfásica são distinguidas três diferentes estruturas de silano: duas camadas mais exteriores, que são compostas por pequenos oligómeros de silano, podendo ser removidas através de solventes orgânicos ou água, e uma camada mais perto do substrato inorgânico, composta por uma estrutura tridimensional com ligações cruzadas. Esta última camada de silano é mais estável hidroliticamente e é a camada necessária para a adesão (Hooshmand, Noort & Keshvad, 2002; Lung & Matinlinna, 2012; Matinlinna & Vallittu, 2007). A espessura da camada de silano é influenciada por diversos fatores como, por exemplo, a concentração de silano da solução, o tipo de solvente, a quantidade de água, o pH, a temperatura, entre

outros e, conseqüentemente, terá um papel importante na adesão (Ho & Matinlinna, 2011; Matinlinna & Vallittu, 2007).

Os silanos são instáveis sob condições húmidas. O tratamento térmico do silano a 100°C durante 60 segundos elimina contaminantes, como a água e o álcool, que prejudicam a adesão. A remoção destes contaminantes permite que se completem as reações de condensação entre sílica-silano e promove ainda a formação de ligações covalentes, mais resistentes, entre a superfície cerâmica e o silano. Assim, a resistência adesiva entre a resina e a cerâmica é melhorada (Carvalho *et al.*, 2011; Ho & Matinlinna, 2011; Matinlinna *et al.*, 2004; Roulet, Soderholm & Longmate, 1995).

A adesão sofre degradação hidrolítica com o tempo, uma vez que as resinas compostas se mostram permeáveis à água. As ligações por pontes de hidrogénio entre o silano e substrato inorgânico são mais vulneráveis à hidrólise, contrastando com as ligações covalentes duplas entre os carbonos do silano e a matriz orgânica, que demonstram uma maior estabilidade (Matinlinna *et al.*, 2004; Roulet *et al.*, 1995).

O monómero funcional 10-metacrilóiloxidecil dihidrogenofosfato (10-MDP) foi recentemente introduzido nos agentes de silanização. Este monómero apresenta um grupo fosfato numa das extremidades da molécula e na outra exterminada encontra-se um grupo metacrilato. O grupo fosfato interage quimicamente com a zircónia e com outros óxidos metálicos, enquanto que o grupo metacrilato copolimeriza com os monómeros de resina (Chen & Suh, 2012).

Este tipo de agentes de silanização apresentam-se comercialmente como uma solução que contém silano (MPS) e 10-MDP, apenas num frasco. A presença do monómero funcional 10-MDP permite uma boa adesão aos óxidos metálicos das cerâmicas e o monómero bifuncional silano (MPS) adere eficazmente a substratos cerâmicos com sílica na sua composição, sendo por isso considerados *primers* universais (Zakir *et al.*, 2016).

## **6. Adesão e Mecanismo da adesão**

A adesão engloba vários mecanismos físicos, químicos e mecânicos que promovem a união de dois substratos (Anusavice *et al.*, 2013). O conceito de adesão foi inicialmente introduzido, em 1955, por Buonocore, ao utilizar o condicionamento ácido do esmalte para melhorar a retenção de um material acrílico, dando assim início à Dentisteria Adesiva (Buonocore, 1955; Perdigão, 2007).

Na adesão, pretende-se um contacto estreito entre o material restaurador e o tecido dentário (Baier, 1992). O mecanismo de adesão mecânica passa pela criação de microporosidades na superfície do esmalte e da dentina através da desmineralização provocada pelo ácido ortofosfórico. Estas microporosidades são infiltradas posteriormente por monómeros de resina, que formam os *resin tags*, criando uma adesão micromecânica (Perdigão, 2007). Adicionalmente, cada vez mais, se tem procurado que haja adesão química dos materiais ao substrato dentário, baseando-se na interação molecular entre monómeros específicos, como o 10-metacrilóiloxidecil dihidrogenofosfato (10-MDP), e a hidroxiapatite (Sezinando, 2014; Yoshida & Inoue, 2012).

O tecido dentário é um dos fatores que influencia a adesão. O esmalte e a dentina são dois substratos complexos e altamente diversificados. Devido à elevada percentagem de matéria orgânica, maioritariamente fibras de colagénio, menor energia de superfície e estrutura tubular húmida da dentina, a adesão a esta torna-se mais desafiante, comparativamente com a adesão ao esmalte, cuja a composição é quase exclusivamente mineral (hidroxiapatite), sendo facilmente desidratado, obtendo uma maior energia de superfície (Van Meerbeek *et al.*, 2003; Sezinando, 2014).

### **6.1. Sistemas Adesivos**

Os componentes essenciais e comuns a todos os sistemas adesivos são: o agente condicionante/ácido, o *primer* e o adesivo. Estes podem apresentar-se em frascos individuais ou combinados (Hilton *et al.*, 2013).

O ácido tem uma função de limpeza e cria microporosidades, deixando a superfície do esmalte e da dentina rugosa, promovendo assim a adesão micromecânica. O *primer* é composto por uma solução de solventes e metacrilatos, constituído por uma parte hidrofílica, responsável pela manutenção da rede de colagénio expandida, e outra hidrofóbica, que copolimeriza com o adesivo ou *bond*. O adesivo é uma solução de monómeros de resina hidrofóbicos, como o Bis-GMA e TEGDMA, mas também pode ter na sua composição monómeros hidrofílicos, como o HEMA. Assim, a função do adesivo é a estabilização da camada adesiva e a formação dos já acima referidos, *resin tags* (Pashley *et al.*, 2011; Van Meerbeek *et al.*, 1998; Van Landuyt *et al.*, 2007).

Qualquer preparação do tecido dentário com instrumentos rotatórios ou manuais cria uma camada de detritos que fica depositada à superfície do dente – *smear layer* – deixando-a com uma baixa energia de superfície. A *smear layer* incorpora na sua constituição hidroxiapatite, colagénio desnaturado, saliva e ainda bactérias. Esta camada uniforme oblitera os túbulos dentinários, formando *smear plugs*, que ficaram expostos após o condicionamento com ácido deixando, assim, a dentina pouco permeável, constituindo uma verdadeira barreira física (Perdigão, 2007; Sezinando, 2014).

Atualmente a classificação dos sistemas adesivos pode ser feita consoante a sua interação com a *smear layer*. Assim sendo, temos aqueles que removem totalmente esta camada de detritos pela lavagem, após a aplicação de um ácido, como por exemplo o ácido ortofosfórico – *etch-and-rinse*, ou aqueles que a modificam e a incorporam na camada adesiva através do uso de um *primer* que contém monómeros acídicos – *self-etch* (El Zohairy, De Gee, Mohsen, Feilzer, 2005).

### **Estratégia *etch-and-rinse***

Esta estratégia, clinicamente, pode ser feita em dois passos ou em três, dependendo da aplicação em conjunto, num único frasco ou em separado, do *primer* e da resina adesiva. O primeiro passo comum é o condicionamento ácido durante 15 segundos, normalmente com ácido ortofosfórico a 30-40%, do esmalte e da dentina, seguido de lavagem e leve secagem (Van Meerbeek *et al.*, 2003).

A utilização do ácido no esmalte promove a dissolução da hidroxiapatite, cria microporosidades e aumenta a sua energia de superfície. Por outro lado, na dentina

expõe as fibras de colagénio, permeabiliza os túbulos dentinários e diminui a energia de superfície (Pashley *et al.*, 2010).

O uso de um *primer*, no seguimento do ácido, como já acima referido, consiste na aplicação de uma solução de monómeros dissolvidos em solventes orgânicos (etanol, acetona ou água), responsáveis pela dispersão da água residual, permitindo que a rede de colagénio dentinária se mantenha íntegra. Assim, o *primer* torna o substrato hidrofílico num substrato hidrofóbico para que a resina adesiva se infiltre completamente na rede de colagénio exposta (Sezinando, 2014; Van Meerbeek *et al.*, 1998).

Finalmente, a resina adesiva penetra nas microporosidades, sela hermeticamente os túbulos dentinários e copolimeriza com os monómeros hidrofóbicos do *primer*, contribuindo assim para a adesão micromecânica (Perdigão, 2007).

### **Estratégia *self-etch***

Estes sistemas surgiram no mercado com o objetivo de simplificar e reduzir os passos clínicos, dispensando o uso do ácido em separado. Assim, podem ser executados em dois passos ou num único (Anusavice *et al.*, 2013; Van Meerbeek *et al.*, 1998).

Os adesivos *self-etch* têm na sua constituição monómeros funcionais acídicos e, como tal, não devem ser lavados após a sua aplicação. A sua classificação é baseada no seu pH. A profundidade de desmineralização da *smear layer* e dentina subjacente depende do pH do adesivo, ou seja, quanto mais ácido (menor pH), mais profunda será a desmineralização. Assim, existem os fortes, de menor pH, moderados, suaves e ultra-suaves, os que têm maior pH (Van Meerbeek *et al.*, 2003).

A *smear layer* é parcialmente dissolvida e infiltrada. A componente acídica destes adesivos cria canais na *smear layer*, onde a resina adesiva fluida vai penetrar posteriormente (El Zohairy *et al.*, 2005; Perdigão, 2007).

### **Sistemas adesivos universais ou Multi-modo**

São os mais recentes, num único frasco, com a possibilidade de serem usados com diferentes estratégias adesivas e têm versatilidade de aplicações (Hilton *et al.*, 2013).

Com a introdução do monómero funcional 10-MDP, consegue-se uma interação química entre o cálcio da hidroxiapatite e o grupo fosfato do 10-MDP, o que significa que a adesão passa a ser também química (Sezinando, 2014). Esta molécula funcional tem elevada afinidade para os diversos substratos, desde orgânicos, como a dentina e o esmalte, até materiais restauradores como metal, alumina, zircónia e cerâmicas (Hilton *et al.*, 2013).

Segundo as instruções do fabricante, podem ser utilizados como *etch-and-rinse, self-etch* ou, idealmente, com uma nova estratégia, *selective enamel etching*. Esta estratégia consiste na aplicação inicial, em separado, do agente condicionante ácido restritamente no esmalte, com o objetivo de não desidratar demasiado a dentina, o que é prejudicial para a adesão (Perdigão & Loguercio, 2014).

## 7. Resinas Compostas

Atualmente, observa-se uma preocupação crescente com a estética. Assim, é exigido que os materiais restauradores garantam funcionalidade e biomimetismo, mas também que se assemelhem com a estrutura dentária, no que toca às propriedades óticas, como o brilho e cor (Van Meerbeek *et al.*, 1998; Van Meerbeek *et al.*, 2003).

As resinas compostas são amplamente utilizadas, sendo constituídas por três componentes principais: uma matriz de resina, que consiste num sistema de monómeros com ligações cruzadas; partículas de carga inorgânica, como vidro, quartzo e sílica, e um agente de união, normalmente um organosilano, que estabelece uma ligação química entre as partículas de carga e a matriz de resina. Têm ainda uma série de outros componentes como o sistema ativador-iniciador, estabilizadores e pigmentos (Anusavice *et al.*, 2013; Ferracane, 2011; Peutzfeldt, 1997).

A matriz de resina, na maioria dos compósitos utilizados clinicamente com sucesso, é uma mistura de metacrilatos, sendo eles, Bis-GMA, de alta viscosidade, TEGDMA e UDMA de baixo peso molecular que permitem controlar a viscosidade do material restaurador, entre outros monómeros. Estes monómeros formam fortes ligações cruzadas entre si, originando polímeros estruturais rígidos e estáveis. A matriz forma a fase contínua onde as partículas de carga inorgânica estão embebidas. Estas partículas

incluem quartzo, silicato de alumínio, silicato de alumínio e lítio, itérbio, bário, estrôncio, zircônio e vidros de zinco (Anusavice *et al.*, 2013; Zimmerli, Strub, Jeger, Stadler & Lussi, 2010).

Algumas das propriedades da resina estão relacionadas com as partículas de carga inorgânica e o agente de união, enquanto outras são influenciadas pela matriz de resina. Uma ligação estável entre a parte orgânica e inorgânica da resina composta influencia, também, as propriedades do material (Peutzfeldt, 1997).

A composição da matriz influencia a contração de polimerização e módulo elástico da resina composta. O TEGDMA incorporado dilui, diminuindo a viscosidade da resina composta, porém tem efeitos pouco desejáveis no que toca a algumas das suas propriedades. Quanto menor a razão Bis-GMA/TEGDMA, maior poderá ser o grau de contração de polimerização da resina composta (Feilzer & Dauvillier, 2003; Gonçalves, Pfeifer, Ferracane & Braga, 2008).

As partículas de carga inorgânica que são incorporadas influenciam diretamente as propriedades mecânicas dos materiais, afetam a contração de polimerização pela redução da quantidade de monómeros de resina, a estabilidade de cor, a dureza, a resistência às forças de compressão e a rigidez. Alteram também parâmetros como o coeficiente de expansão térmica, a absorção de água e a radiopacidade (Ilie & Hickel, 2011; Karabela & Sideridou, 2011; Kim, Ong & Okuno, 2002; Zimmerli *et al.*, 2010).

A maior parte destas propriedades são positivamente afetadas com o aumento da quantidade de partículas de carga. O tamanho das partículas também influencia a estética, sendo que quanto mais pequenas as partículas de carga, melhores serão o polimento e o brilho final da resina composta (Ilie & Hickel, 2011; Kim *et al.*, 2002; Zimmerli *et al.*, 2010).

Os vidros de bário são os mais comumente utilizados como partículas de carga, conferindo radiopacidade à resina composta. A sílica amorfa incorporada facilita a manipulação do material, torna a sua superfície mais resistente à abrasão e melhora o seu polimento. Para efeitos estéticos, pode ser incorporado itérbio (Anusavice *et al.*, 2013; Kim *et al.*, 2002).

A grande influência das partículas de carga nas propriedades mecânicas das resinas compostas leva a que a sua classificação seja baseada no tipo e tamanho das partículas de carga. No geral existem dois tipos de resinas compostas no mercado, as microparticuladas (0,01-0,05  $\mu\text{m}$ ) e as híbridas (15-20  $\mu\text{m}$  e 0,01-0,05  $\mu\text{m}$ ). Com a evolução da nanotecnologia surgiram as resinas compostas nanoparticuladas que permitem conciliar as excelentes propriedades mecânicas das resinas compostas híbridas, com a estética e o ótimo polimento das resinas microparticuladas, através da combinação de nanopartículas com tamanhos entre 40-50 nm, designadas nanómeros, com aglomerados destas partículas, os *nanoclusters* (Ferracane, 2011; Karabela & Sideridou, 2011).

Recentemente, as resinas compostas microhíbridas, com elevado teor em partículas de carga, têm sido utilizadas como agentes de adesão, proporcionando melhores propriedades mecânicas, melhor estabilidade de cor e um assentamento mais fácil da restauração (Magne *et al.*, 2010).

## **8. Testes Laboratoriais**

### **8.1. Termociclagem**

A termociclagem é um teste laboratorial que submete os materiais restauradores e os dentes a temperaturas extremas, com o objetivo de simular a entrada de substâncias frias e quentes que ocorrem naturalmente *in vivo* na cavidade oral (Cenci *et al.*, 2008; Gale & Darvell, 1999).

O número de ciclos a que podem ser sujeitas as amostras varia desde 1 a 1 000 000 ciclos. *In vivo*, propõe-se que possam ocorrer entre 20 e 50 ciclos num dia. Assim, 10 000 ciclos podem representar um ano na cavidade oral (Cenci *et al.*, 2008; Gale & Darvell, 1999; Noda *et al.*, 2017).

Segundo a norma ISO/DTS 11405:2015, as amostras são submetidas a, no mínimo, 10 000 ciclos na termocicladora, em banhos alternados entre 5°C e 55°C. O tempo dentro de cada banho deve durar, pelo menos, 20 segundos e, entre banhos, o tempo

deve ser o mínimo possível (5-10 segundos). No entanto, *in vivo*, a tolerância do contacto com temperaturas extremas é entre 10 a 15 segundos (Armstrong *et al.*, 2017; Cenci *et al.*, 2008).

O envelhecimento das microespécimenes através da termociclagem mostra efeitos degradativos mais rapidamente, quando comparado ao envelhecimento de macroespécimenes (Armstrong *et al.*, 2017).

No caso dos materiais restauradores cerâmicos, as variações térmicas podem fornecer uma compreensão mais detalhada das suas falhas clínicas (Guarda *et al.*, 2013).

## **8.2. Microtração**

Hoje em dia, os testes mais comuns para avaliar resistência adesiva são o teste de resistência ao cisalhamento ( $\mu$ SBS) e à microtração ( $\mu$ TBS). Atualmente, os testes de microtração são considerados os testes mais válidos para a avaliação da força adesiva (Armstrong *et al.*, 2010; Van Meerbeek *et al.*, 2010).

Sano, em 1994, introduziu o teste de microtração na Medicina Dentária. A área adesiva testada é muito mais pequena quando comparada aos testes de resistência adesiva macro, por isso, é necessária a preparação das amostras em microespécimenes. A força adesiva é calculada através de uma fórmula que divide a força aplicada no momento da fratura pela área da interface adesiva. As amostras de tamanho reduzido permitem que o *stress* seja distribuído homogeneamente pela interface adesiva permitindo, assim, o cálculo da verdadeira força adesiva (Armstrong *et al.*, 2010; Hooshmand *et al.*, 2002; Van Meerbeek *et al.*, 2010).

Algumas das vantagens deste teste são a versatilidade, uma vez que é possível obter várias amostras a partir de um único dente, diminuindo a quantidade de dentes necessários para a investigação e a diminuição da ocorrência de falhas coesivas nos substratos. Como limitações deste tipo de teste, temos a preparação das amostras, que é um procedimento sensível à técnica, os espécimenes desidratam facilmente e são facilmente danificadas. Quando as forças adesivas são muito fracas, podem não se conseguir registar (< 5 MPa) (Armstrong *et al.*, 2010).

## **II. OBJETIVOS DO ESTUDO**

O objetivo deste estudo foi:

Avaliar a influência de diferentes tempos de condicionamento com ácido hidrofúorídrico a 4,9% e de diferentes agentes de silanização comerciais aplicados na resistência adesiva ( $\mu$ TBS) entre a cerâmica de dissilicato de lítio e a resina composta.

*Influência da aplicação de diferentes silanos e tempos de condicionamento com ácido hidrofluorídrico a 4,9% na resistência adesiva ( $\mu$ TBS) entre uma cerâmica e uma resina composta*

### **III. HIPÓTESES DO ESTUDO**

**Hipótese Nula:** A resistência adesiva ( $\mu$ TBS) não é influenciada pelo tempo do condicionamento com ácido hidrofúorídrico a 4,9%.

**Hipótese Alternativa:** A resistência adesiva ( $\mu$ TBS) é influenciada pelo tempo do condicionamento com ácido hidrofúorídrico a 4,9%.

**Hipótese Nula:** A resistência adesiva ( $\mu$ TBS) não é influenciada pelos diferentes agentes de silanização aplicados.

**Hipótese Alternativa:** A resistência adesiva ( $\mu$ TBS) é influenciada pelos diferentes agentes de silanização aplicados.

*Influência da aplicação de diferentes silanos e tempos de condicionamento com ácido hidrofluorídrico a 4,9% na resistência adesiva ( $\mu$ TBS) entre uma cerâmica e uma resina composta*

## IV. MATERIAIS E MÉTODOS

### 1. Preparação das amostras

Onze blocos de cerâmica vítrea de dissilicato de lítio, retangulares, IPS e.max CAD A3-HT/C14 (Ivoclar-Vivadent, Schaan, Liechtenstein) (Figura 5) foram colados com cera colante a um suporte acrílico e divididos em duas partes iguais, cada uma com 12 mm x 14 mm x 7 mm, com um disco diamantado no micrótopo manual de tecidos duros (Isomet 1000, Buehler Ltd, Lake Bluff, IL, USA) (Figura 6), sob refrigeração constante com água e a baixa rotação, obtendo um total de vinte e duas amostras. Após o seu corte, estas amostras foram sinterizadas segundo as instruções do fabricante (Ivoclar-Vivadent, Schaan, Liechtenstein) (Figura 7).

A composição, o lote e a validade de todos os materiais utilizados estão disponíveis no Anexo 1.



**Figura 5** - Bloco de dissilicato de lítio IPS e.max CAD A3-HT/C14 (Ivoclar-Vivadent, Schaan, Liechtenstein).



**Figura 6** - Micrótopo manual de tecidos duros (Isomet 1000, Buehler Ltd, Lake Bluff, IL, USA).



**Figura 7** – Bloco de Bloco de dissilicato de lítio IPS e.max CAD A3-HT/C14 (Ivoclar-Vivadent, Schaan, Liechtenstein) dividido em duas partes iguais (12 mm x 14 mm x 7 mm) após sinterização.

Dos vinte e dois blocos resultantes, vinte e um (sendo que uma metade foi descartada) foram aleatoriamente divididos em 4 grupos segundo o tipo de agente de silanização utilizado no tratamento de superfície: **G1** Bis-Silane (Bisco, Schaumburg, IL, USA) (Figura 8); **G2** Monobond Plus (Ivoclar-Vivadent, Schaan, Liechtenstein) (Figura 9); **G3** ESPE Sil Silane Coupling Agent (3M ESPE AG, Seefeld, Germany) (Figura 9) e **G4** Monobond Etch & Prime (Ivoclar-Vivadent, Schaan, Liechtenstein) (Figura 10). Cada um destes grupos, exceto o **G4**, foi posteriormente dividido em dois subgrupos, em função da duração do condicionamento da superfície cerâmica com ácido hidrófluorídrico a 4,9 %: **T1** (20 segundos) ou **T2** (60 segundos). Estas divisões foram efetuadas para simular diferentes abordagens clínicas possíveis nos tratamentos de superfície da cerâmica vítrea.

#### Grupo 1 (**G1**):

**G1T1**: Condicionamento ácido com ácido hidrófluorídrico a 4,9% durante 20 segundos e aplicação do silano Bis-Silane (Bisco, Schaumburg, IL, USA) (n=3);

**G1T2**: Condicionamento ácido com ácido hidrófluorídrico a 4,9% durante 60 segundos e aplicação do silano Bis-Silane (Bisco, Schaumburg, IL, USA) (n=3);

#### Grupo 2 (**G2**):

**G2T1**: Condicionamento ácido com ácido hidrófluorídrico a 4,9% durante 20 segundos e aplicação do silano Monobond Plus (Ivoclar-Vivadent, Schaan, Liechtenstein) (n=3);

**G2T2**: Condicionamento ácido com ácido hidrófluorídrico a 4,9% durante 60 segundos e aplicação do silano Monobond Plus (Ivoclar-Vivadent, Schaan, Liechtenstein) (n=3);

Grupo 3 (G3):

**G3T1:** Condicionamento ácido com ácido hidrofúorídrico a 4,9% durante 20 segundos e aplicação do silano ESPE Sil Silane Coupling Agent (3M ESPE AG, Seefeld, Germany) (n=3);

**G3T2:** Condicionamento ácido com ácido hidrofúorídrico a 4,9% durante 60 segundos e aplicação do silano ESPE Sil Silane Coupling Agent (3M ESPE AG, Seefeld, Germany) (n=3);

Grupo 4 (G4):

**G4:** Aplicação do silano Monobond Etch & Prime (Ivoclar-Vivadent, Schaan, Liechtenstein) sem condicionamento ácido prévio (n=3).



**Figura 8** - Silano não hidrolisado aplicado no G1, Bis-Silane (Bisco, Schaumburg, IL, USA).



**Figura 9** - Silanos pré-hidrolisados aplicados no G2 e G3, Monobond Plus (Ivoclar-Vivadent, Schaan, Liechtenstein) e ESPE Sil Silane Coupling Agent (3M ESPE AG, Seefeld, Germany), respetivamente.



**Figura 10** - Silano autocondicionante aplicado no **G4**, Monobond Etch & Prime (Ivoclar-Vivadent, Schaan, Liechtenstein).

À exceção do **G4**, em todos os grupos, aplicou-se ácido hidrófluorídrico na superfície cerâmica conforme acima referido. De seguida, lavou-se abundantemente as amostras durante 20 segundos e secou-se levemente durante 5 segundos com uma seringa de ar isento de óleo e água. Aplicou-se ácido ortofosfórico a 35%, esfregando ativamente com *microbrush* durante 1 minuto para limpeza das amostras. De seguida, lavou-se abundantemente com água durante 20 segundos e secou-se levemente com a seringa de ar, isento de óleo e água, durante 5 segundos. Colocaram-se as amostras no banho de ultrassons durante 5 minutos em água destilada e secou-se com jato de ar. Aplicou-se uma camada de silano, de acordo com o pré-definido para cada grupo e segundo as instruções do fabricante (Tabela 1). Posteriormente, fez-se tratamento térmico das amostras num forno pré-aquecido a 100°C durante 1 minuto e aplicou-se uma fina camada de adesivo do sistema adesivo Optibond FL (Kerr, CA, USA) com um *microbrush* (Figura 11), secou-se levemente com jato de ar durante 3 segundos e não se fotopolimerizou.

As amostras do grupo **G4** foram lavadas abundantemente e secadas com a seringa de ar, livre de água e óleo. Seguidamente, aplicou-se o silano Monobond Etch & Prime (Ivoclar-Vivadent, Schaan, Liechtenstein), lavando-se e secando-se, de acordo as instruções do fabricante (Tabela 1). Aplicou-se uma fina camada de adesivo do sistema adesivo Optibond FL (Kerr, CA, USA) com um *microbrush* (Figura 11), secou-se levemente com jato de ar durante 3 segundos e não se fotopolimerizou.



Figura 11 - Aplicação do adesivo Optibond FL (Kerr, CA, USA).

Tabela 1 - Instruções dos fabricantes para a aplicação dos agentes de silanização utilizados.

Silano	Instruções
<b>Bis-Silane™</b> (Bisco, Schaumburg, IL, USA)	Misturar Parte A e Parte B, na proporção de 1:1, aplicar 1 camada e esperar 30 segundos.
<b>Monobond Plus</b> (Ivoclar-Vivadent, Schaan, Liechtenstein)	Aplicar 1 fina camada e deixar reagir durante 1 minuto.
<b>ESPE™ Sil Silane Coupling Agent</b> (3M ESPE AG, Seefeld, Germany)	Aplicar 1 camada e deixar secar durante 5 minutos.
<b>Monobond Etch &amp; Prime</b> (Ivoclar-Vivadent, Schaan, Liechtenstein)	Esfregar vigorosamente durante 20 segundos com um <i>microbrush</i> e deixar reagir por mais 40 segundos; Lavar abundantemente durante 20 segundos; Secar com a seringa de ar isento de óleo e água durante 10 segundos.

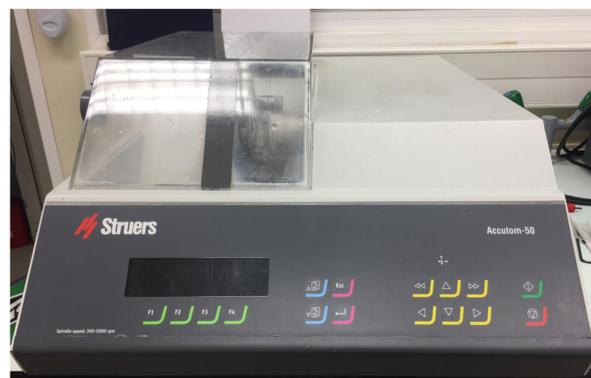
Após os diferentes métodos de tratamento de superfície aplicados aos blocos cerâmicos de todos os grupos, foram aderidas camadas de resina composta Enamel Plus HRi (Micerium S.p.A., Avegno, Ge, Italy), nas cores UD0, UD2 e UD3, pré-aquecida a 55°C no forno ENA Heat (Micerium S.p.A., Avegno, Ge, Italy), com o auxílio de um molde efetuado com silicone de adição de consistência *heavy* para servir como guia para

a colocação desta resina composta (Figura 12). Aplicou-se e condensou-se primeira camada com 1 mm de espessura e as restantes três com 2 mm de espessura cada uma, com os instrumentos LM 6840 XSi (Style Italiano). Cada incremento foi fotopolimerizado durante 40 segundos com um fotopolimerizador Elipar<sup>TM</sup> DeepCure-S (3M ESPE AG, Seefeld, Germany). A calibração do fotopolimerizador foi efetuada entre cada amostra para garantir que a intensidade luminosa se mantinha com valores de 1470 mW/cm<sup>2</sup>.

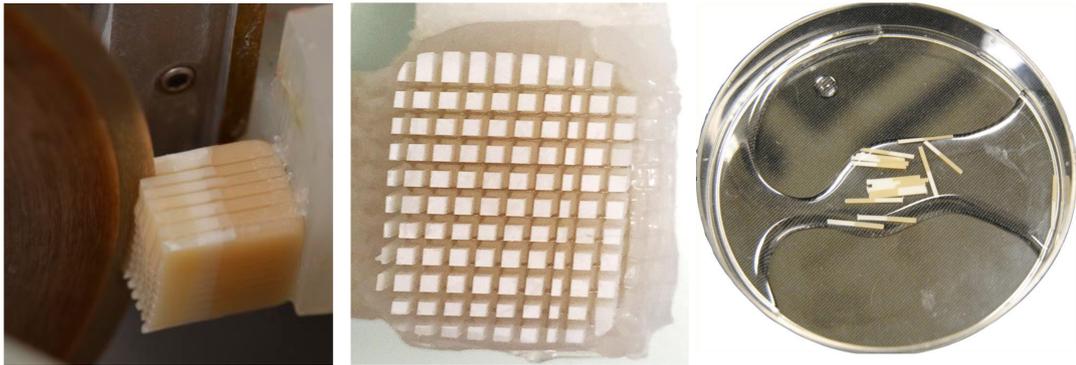


**Figura 12** - Resina composta Enamel Plus HRi (Micerium S.p.A., Avegno, Ge, Italy), nas cores UD0, UD2 e UD3 (esquerda) e condensação da resina composta com o auxílio de um molde efetuado com silicone de adição (direita).

Seccionaram-se as amostras no micrótomato de tecidos duros Accutom-50 (Struers A/S, Ballerup, Denmark) (Figura 13), com uma lâmina diamantada a baixa rotação, nas direções X e Y, com irrigação, de forma a obter palitos com secção transversal de  $1\pm 0,2$  mm<sup>2</sup> (Figura 14). Seguidamente, os palitos foram armazenados em água destilada durante 24 horas numa estufa a 37°C.



**Figura 13** - Micrótomato de tecidos duros Accutom-50 (Struers A/S, Ballerup, Denmark).



**Figura 14** – Secção de uma amostra no micrótomo (esquerda), amostra seccionada nas direções X e Y (centro) e palitos obtidos (direita).

Os grupos foram termociclados. As amostras, devidamente individualizadas e acondicionadas, foram sujeitas a 10 000 ciclos térmicos, em imersões cíclicas em água destilada a  $5$  e  $55^{\circ} \pm 2^{\circ}\text{C}$ , durante 30 segundos cada, com um intervalo de 5 segundos entre cada banho (Figura 15).

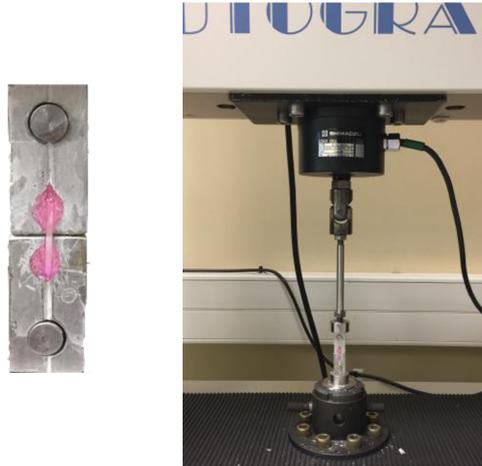


**Figura 15** - Termocicladora (Julabo FT 200).

## 2. Testes de Microtração

Os palitos foram fixados a *jigs* de aço inoxidável de *Geraldeli* com cola de cianocrilato (Zapit, Dental Ventures of America, Corona, CA, USA), de forma a deixar a interface livre de cola.

Testou-se cada palito em tensão, a uma velocidade de 0,5 mm/min numa máquina de testes universal (Shimadzu Autograph AG-IS, Tokyo, Japan) (Figura 16) até ocorrer fratura.



**Figura 16** – Palito fixo a um *jig* de aço inoxidável de *Geraldeli* com cola de cianocrilato (esquerda) e máquina de testes universal (Shimadzu Autograph AG-IS, Tokyo, Japan) (direita).

A área da zona de fratura foi calculada através das medições de um fragmento de cada palito, com uma craveira digital (Storm Digital Caliper CDC/N 0 150mm, Pontoglio, BS, Italy). O valor de resistência adesiva, em MPa, foi calculada através da força aplicada no momento da fratura (kN) e dividida pela área da superfície aderida ( $\text{mm}^2$ ).

### **3. Classificação do tipo de fratura**

As fraturas foram analisadas num microscópio ótico com ampliação de 20x (Leica ATC 2000, Reichert Inc., Buffalo, NY, USA) e classificadas de acordo com o local onde ocorreram: Fratura Adesiva, se ocorreu ao nível da interface adesiva; Fratura Coesiva na resina composta ou na cerâmica, se ocorreu exclusivamente na resina composta ou na cerâmica, respetivamente, e Fratura Mista, se ocorreu ao nível da interface adesiva e cerâmica e/ou resina composta (Figura 17).



**Figura 17** – Esquema representativo dos tipos de fraturas. A) Fratura Adesiva, B) Fratura Coesiva na resina composta, C) Fratura Coesiva na cerâmica, D) Fratura Mista.

#### 4. Análise Estatística

Considerou-se como unidade experimental o palito. A análise dos dados foi efetuada com recurso ao *software* IBM SPSS (*Statistical Package for Social Sciences*), versão 24.0 para Windows, utilizando-se metodologias de análise estatística descritiva e inferencial (testes de hipóteses e estimativas por intervalos de confiança). Neste último caso, em concreto, foi utilizado o teste ANOVA *two-way*, com o objetivo de avaliar os efeitos dos fatores em estudo, o silano aplicado e o tempo de condicionamento com ácido hidrofúorídrico, e a respetiva interação, tendo sido previamente validados os pressupostos de aplicação do referido teste. Estabeleceu-se um nível de significância de 5% ( $p = 0,05$ ) em todas as análises inferenciais.

As falhas coesivas foram contabilizadas mas descartadas da análise de resistência adesiva uma vez que não representam o verdadeiro valor de resistência adesiva, refletem apenas que o limiar de *stress* do material em que ocorreu fratura foi ultrapassado. As falhas pré-teste foram incluídas no cálculo da média com o valor de 0 MPa (Armstrong *et al.*, 2017).

*Influência da aplicação de diferentes silanos e tempos de condicionamento com ácido hidrofluorídrico a 4,9% na resistência adesiva ( $\mu$ TBS) entre uma cerâmica e uma resina composta*

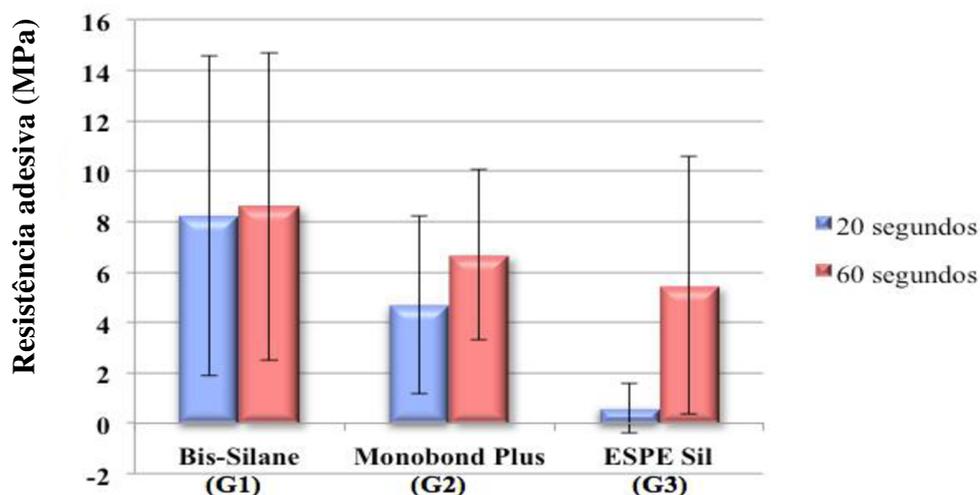
## V. RESULTADOS

### 1. Análise da resistência adesiva ( $\mu$ TBS)

Os valores das médias e desvios-padrão de cada grupo estão registados na Tabela 2 e ilustrados no Gráfico 1.

**Tabela 2** - Valores das médias da resistência adesiva e respetivos desvios-padrão, em MPa, de cada grupo.

Grupo	Média $\pm$ desvio padrão
G1T1	8,23 $\pm$ 6,34
G1T2	8,61 $\pm$ 6,10
G2T1	4,69 $\pm$ 3,52
G2T2	6,70 $\pm$ 3,40
G3T1	0,60 $\pm$ 1,00
G3T2	5,47 $\pm$ 5,11
G4	-



**Gráfico 1** - Gráfico com as médias da resistência adesiva e respetivos desvios-padrão, em MPa, de cada grupo

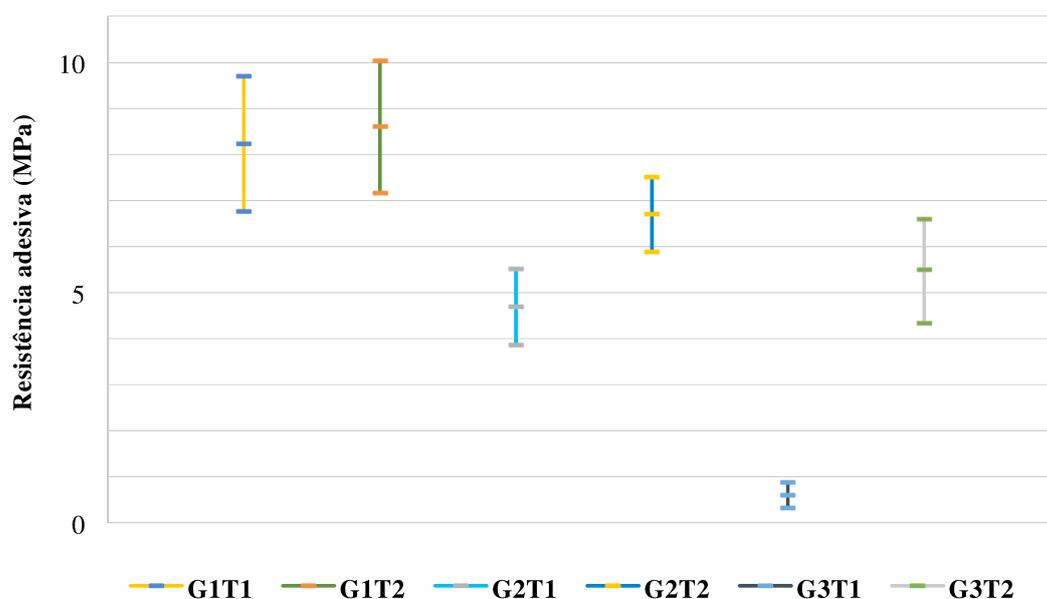
Em relação ao grupo de aplicação do Monobond Etch & Prime (G4), os blocos tiveram falha total adesiva no momento da preparação em espécimes, sendo por isso impossível de realizar o teste de microtração. Deste modo, não há valor de média da resistência adesiva para este grupo.

O teste ANOVA *two-way* identificou diferenças estatisticamente significativas no fator tempo de condicionamento ácido ( $p < 0,001$ ) e no fator silano aplicado ( $p < 0,001$ ). Existe também, uma interação significativa entre os fatores, silano e tempo ( $p = 0,001$ ).

Para análise das diferenças entre grupos foram utilizados os intervalos de confiança, a 95%, para o valor médio da resistência adesiva. Diferenças estatisticamente significativas entre grupos ocorrem quando os intervalos de confiança não se intersectam. Os valores dos intervalos de confiança para cada grupo estão registados na Tabela 3 e ilustrados no Gráfico 2.

**Tabela 3** - Valores das médias da resistência adesiva  $\pm$  desvios-padrão e respetivos intervalos de confiança, em MPa, de cada grupo.

Grupo	Média $\pm$ desvio padrão	Intervalo de confiança (95%)
G1T1	8,23 $\pm$ 6,34	6,76 – 9,70
G1T2	8,61 $\pm$ 6,10	7,17 – 10,04
G2T1	4,69 $\pm$ 3,52	3,86 – 5,51
G2T2	6,70 $\pm$ 3,40	5,89 – 7,51
G3T1	0,60 $\pm$ 1,00	0,32 – 0,88
G3T2	5,47 $\pm$ 5,11	4,33 – 6,60
G4	-	-



**Gráfico 2** - Gráfico com os intervalos de confiança (95%) para cada grupo.

### **Comparação da resistência adesiva entre os diferentes silanos aplicados nos grupos condicionados com ácido hidrofúorídrico durante 20 segundos (T1)**

Para um condicionamento da superfície durante 20 segundos (T1), resultados superiores de resistência adesiva, estatisticamente significativos, foram obtidos quando foi aplicado o sistema de silanização Bis-Silane (G1T1), comparativamente com o grupo de aplicação do Monobond Plus (G2T1) e com o grupo de aplicação do ESPE Sil (G3T1). Também o grupo em que foi aplicado o silano Monobond Plus (G2T1) obteve melhores resultados, estatisticamente significativos, comparativamente com o grupo em que foi aplicado o silano ESPE Sil (G3T1).

### **Comparação da resistência adesiva entre os diferentes silanos aplicados nos grupos condicionados com ácido hidrofúorídrico durante 60 segundos (T2)**

Nos grupos que foram condicionados com ácido durante 60 segundos (T2), o grupo de aplicação do sistema de silanização Bis-Silane (G1T2) resultou em valores de resistência adesiva significativamente superiores em relação ao grupo de aplicação do silano ESPE Sil (G3T2). Não se verificaram diferenças estatisticamente significativas entre os valores de resistência adesiva no grupo de aplicação do Monobond Plus (G2T2) comparativamente com os grupo de aplicação do silano Bis-Silane (G1T2) e ESPE Sil (G3T2).

### **Comparação da resistência adesiva entre os diferentes tempos de condicionamento da superfície cerâmica quando aplicado o mesmo tipo de sistema de silanização**

No grupo de aplicação do silano Bis-Silane (G1) não se verificaram diferenças estatisticamente significativa em relação aos diferentes tempos de condicionamento com ácido hidrofúorídrico (G1T1 e G1T2).

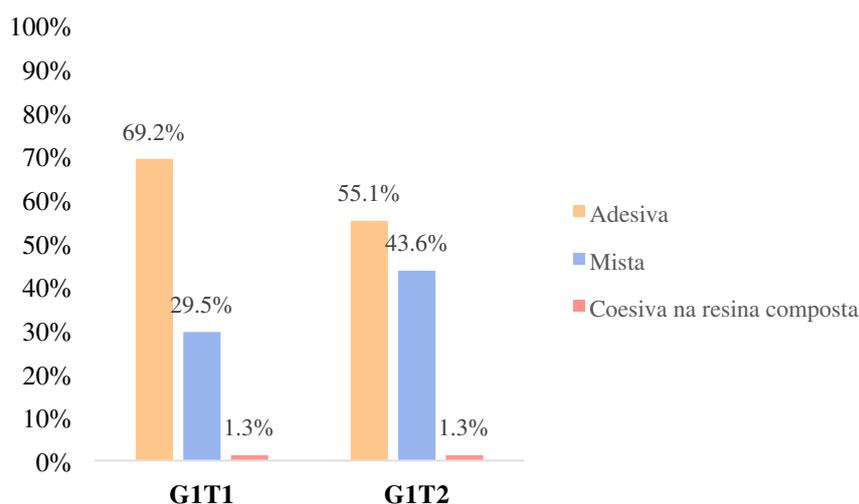
Nos grupos de aplicação do silano Monobond Plus (G2) identificaram-se diferenças estatisticamente significativas entre os diferentes tempos de condicionamento com ácido hidrofúorídrico. Assim, o grupo em que o condicionamento da superfície cerâmica foi

efetuado durante 60 segundos (**G2T2**) apresentou melhores valores de resistência adesiva, quando comparado ao grupo em que o condicionamento ácido foi efetuado durante 20 segundos (**G2T1**).

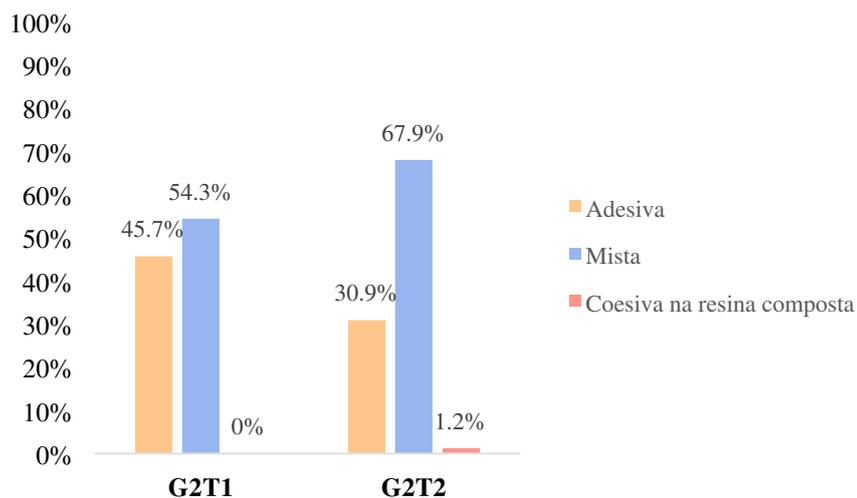
Também foram identificadas diferenças estatisticamente significativas entre os diferentes tempos de condicionamento com ácido hidrófluorídrico nos grupos de aplicação do silano ESPE Sil (**G3**). Assim, o grupo em que o condicionamento da superfície cerâmica foi efetuado durante 60 segundos (**G3T2**) apresentou resultados superiores de resistência adesiva, quando comparado ao grupo em que o condicionamento ácido foi efetuado durante 20 segundos (**G3T1**).

## 2. Análise do tipo de fratura obtido

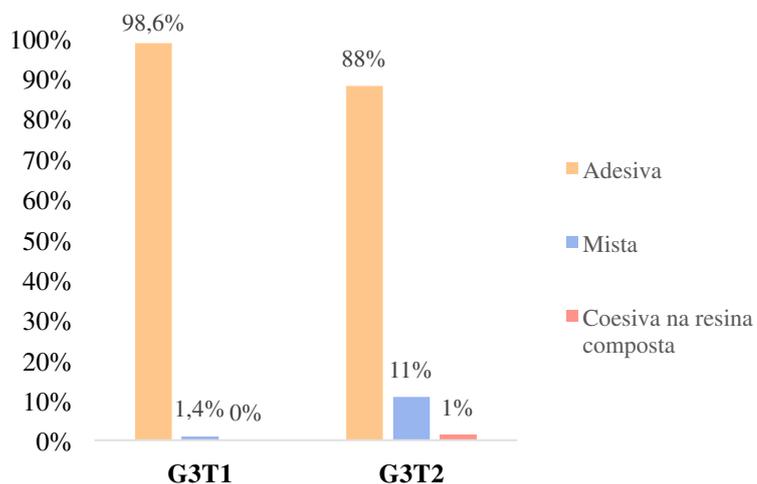
A percentagem de falhas obtidas em cada grupo está registada nos Gráficos 3, 4 e 5. No que diz respeito à associação da distribuição do tipo de fratura em relação aos grupos testados, não é possível avaliar estatisticamente, uma vez que existe uma baixa frequência de falhas do tipo coesivo. Ainda assim, é possível verificar que a maioria de falhas obtidas foram do tipo adesivo e misto.



**Gráfico 3** - Gráfico com as percentagens da distribuição do tipo de falhas nos grupos de aplicação do silano Bis-Silane.



**Gráfico 4** - Gráfico com as percentagens da distribuição do tipo de falhas nos grupos de aplicação do silano Monobond Plus.



**Gráfico 5** - Gráfico com as percentagens da distribuição do tipo de falhas nos grupos de aplicação do silano ESPE Sil.

*Influência da aplicação de diferentes silanos e tempos de condicionamento com ácido hidrófluorídrico a 4,9% na resistência adesiva ( $\mu$ TBS) entre uma cerâmica e uma resina composta*

## VI. DISCUSSÃO

O sucesso, a longo prazo, das restaurações cerâmicas é diretamente influenciado pela qualidade da adesão entre a peça cerâmica restauradora e a estrutura dentária, em especial quando aderimos restaurações não retentivas, como as facetas. Neste sentido, é importante que o protocolo de adesão entre a restauração cerâmica e o agente de adesão, neste caso, a resina composta, seja o mais correto e eficiente (Roulet *et al.*, 1995).

O protocolo de adesão passa, principalmente, por conhecer a composição do material restaurador, escolher o tratamento de superfície e o agente de adesão/cimentação mais adequados. De entre os diversos tratamentos de superfície, como o condicionamento com ácido hidrofúorídrico, jateamento com óxido de alumínio e jateamento com óxido de alumínio revestido por sílica, diversos estudos concluíram que os melhores valores de resistência adesiva eram obtidos quando a cerâmica de dissilicato de lítio era condicionada com ácido hidrofúorídrico (Colares *et al.*, 2013; Guarda *et al.*, 2013; Neis *et al.*, 2015).

Para testar a resistência adesiva foi aplicado o teste de microtração. Optou-se por este tipo de teste pois distribui as forças aplicadas de forma uniforme pela área da interface adesiva, contrariamente ao que acontece no teste de resistência adesiva ao cisalhamento, em que as amostras são de maiores dimensões, gerando uma complexa distribuição das forças aplicadas, dificultando o cálculo da verdadeira resistência adesiva da interface (Hooshmand *et al.*, 2002).

Clinicamente, quando as restaurações cerâmicas são aderidas/cimentadas na cavidade oral, ficam expostas a variações térmicas e a outros fatores que podem influenciar as suas propriedades físicas bem como as propriedades mecânicas. A simulação destes fatores influenciadores pode ser feita com o objetivo de tirar conclusões acerca da durabilidade a longo prazo do protocolo de adesão. O envelhecimento da interface adesiva, neste estudo, foi simulado laboratorialmente pela termocicladora. Os espécimes foram sujeitos a 10 000 ciclos. Vários estudos concluíram que a termociclagem e o armazenamento prolongado em água das amostras diminuam os valores de resistência adesiva entre a cerâmica e o agente de

adesão/cimentação. O silano é permeável à água uma vez que para a sua ativação tem que passar por diversas reações de hidrólise. Assim, a absorção de água pode ser responsável pela degradação da interface adesiva cerâmica-resina durante a termociclagem, podendo levar a valores de resistência adesiva mais baixos (El Zohairy, De Gee, Hassan & Feilzer, 2004; Guarda *et al.*, 2013; Özcan & Vallittu, 2003; Noda *et al.*, 2017).

Após o condicionamento da superfície cerâmica, Panah, Rezai & Ahmadian (2008) e Garboza *et al.* (2016) comprovaram que a aplicação de um agente de silanização aumenta significativamente a resistência adesiva. Assim, em cerâmicas com sílica na sua composição, como as de dissilicato de lítio, o tratamento de superfície com ácido hidrófluorídrico seguido da aplicação de silano é o *gold standard* para melhorar a adesão (Aboushelib & Sleem, 2014; Carvalho *et al.*, 2011; Ho & Matinlinna 2011; Sundfeld *et al.*, 2016).

O ácido hidrófluorídrico remove a matriz vítrea, criando uma superfície irregular nestas cerâmicas, potenciando a adesão micromecânica (Borges *et al.*, 2003). Foram descritos diferentes protocolos para o condicionamento ácido da cerâmica de dissilicato de lítio. As concentrações de ácido hidrófluorídrico mais frequentemente utilizadas no condicionamento da superfície destas cerâmicas são 5% e 10%. Neste estudo utilizou-se a concentração de 4,9%, durante 20 e 60 segundos. Segundo Kalavacharla *et al.* (2015), a resistência adesiva não aumenta quando se aumenta a concentração de ácido hidrófluorídrico de 5% para 9,5%, por isso, é benéfico usar o ácido numa menor concentração, preservando-se, assim, a resistência da cerâmica de dissilicato de lítio. O ácido hidrófluorídrico é conhecido por ter um potencial tóxico e pode ser nocivo para a saúde. Assim, sugere-se que seja usado na menor concentração possível e que seja sempre neutralizado antes de haver contacto com as mucosas (Borges *et al.*, 2017; Ho & Matinlinna, 2011; Sundfeld *et al.*, 2016).

A duração do condicionamento foi de acordo com as instruções do fabricante, 20 segundos. Testou-se ainda outro tempo de condicionamento, 60 segundos, uma vez que não existe um consenso sobre qual o melhor protocolo de condicionamento ácido da superfície de uma cerâmica de dissilicato de lítio e com o objetivo de verificar se o aumento da rugosidade da superfície influenciaria a resistência adesiva (Sundfeld *et al.*,

2016). Zogheib *et al.* (2011) avaliaram a rugosidade da superfície de uma cerâmica de dissilicato de lítio mediante diferentes períodos de condicionamento com ácido hidrofúorídrico a 4,9%. Sugeriram que a cerâmica utilizada no estudo necessitava de um condicionamento ácido durante pelo menos 60 segundos para produzir uma superfície retentiva adequada para a adesão. Concluíram, também, que aumentando a duração do condicionamento ácido a superfície cerâmica torna-se mais rugosa, o que sugere diferentes capacidades para a retenção micromecânica e, conseqüentemente, diferentes valores de resistência adesiva entre a cerâmica e o agente de cimentação.

No presente estudo, verificou-se um aumento na resistência nos adesiva no grupo de aplicação do silano Monobond Plus (Ivoclar-Vivadent, Schaan, Liechtenstein) e no grupo de aplicação do silano ESPE Sil Silane Coupling Agent (3M ESPE AG, Seefeld, Germany) quando se condicionou a superfície cerâmica por um período mais prolongado (60 segundos). Estes resultados sugerem que uma maior rugosidade, leva a um aumento da energia de superfície, possibilitando uma melhor retenção micromecânica e, conseqüentemente, uma maior resistência adesiva. Os resultados da presente investigação vão de encontro ao estudo realizado por Chen *et al.* (1998), que concluíram que o condicionamento da superfície de uma cerâmica com ácido hidrofúorídrico com concentração de 5%, durante períodos de tempo mais prolongados, aumentava a resistência adesiva.

Como referido anteriormente, cerâmicas com sílica na sua composição requerem quer um pré-tratamento da superfície, para permitir a retenção mecânica (condicionamento com ácido hidrofúorídrico), quer um agente de ligação química (silano), para que a adesão destes substratos cerâmicos seja duradoura. O uso de silanos aumenta a molhabilidade da superfície e também permite que se estabeleçam ligações químicas entre a sílica dos substratos inorgânicos e os monómeros de resina presentes nos agentes de adesão (Carvalho *et al.*, 2011; Della Bona, Shen & Anusavice, 2004).

Vários estudos confirmaram que o uso de silano após o condicionamento ácido aumentava significativamente as forças de adesão (Carvalho *et al.*, 2011; Garboza *et al.*, 2016; Kalavacharla *et al.*, 2015).

Os sistemas de silanização estão disponíveis comercialmente em silanos pré-hidrolisados (um frasco) e não hidrolisados (dois frascos). Ambas as fórmulas apresentam vantagens e desvantagens, existindo na literatura ainda alguma controvérsia em relação à eficácia dos dois tipos de silano. Nesta investigação, avaliou-se o poder adesivo de três tipos de sistemas de silanização comercial: um silano não-hidrolisado, Bis-Silane (Bisco, Schaumburg, IL, USA), um silano pré-hidrolisado com MDP na sua composição, Monobond Plus (Ivoclar-Vivadent, Schaan, Liechtenstein) e, por fim, um silano pré-hidrolisado simples, ESPE Sil Silane Coupling Agent (3M ESPE AG, Seefeld, Germany). Testou-se também um novo produto comercial, o silano autocondicionante Monobond Etch & Prime (Ivoclar-Vivadent, Schaan, Liechtenstein).

Neste estudo, quando a cerâmica foi condicionada segundo as instruções do fabricante (20 segundos) obtive-se valores significativamente mais elevados de resistência adesiva quando era aplicado o silano Bis-Silane (Bisco, Schaumburg, IL, USA) na cerâmica de dissilicato de lítio. Estes resultados podem ser explicados por ter sido aplicado uma solução de silano não hidrolisado. A preferência de silanos não hidrolisados relativamente a silanos pré-hidrolisados tem permitido alcançar melhores valores de resistência adesiva. A ativação dos silanos não hidrolisados é feita no momento da mistura dos componentes dos dois frascos. Em contraste, nos silanos pré-hidrolisados, a hidrólise já ocorreu, podendo, por isso, conter moléculas de silano que já não sejam capazes de estabelecer ligações químicas (El Zohairy *et al.*, 2004; Lung & Matinlinna, 2012; Matinlinna *et al.*, 2017). A solução de silano não hidrolisado tem na sua composição etanol como solvente. Alguns silanos pré-hidrolisados, ao invés, contêm água como solvente. Desta forma, quando há um aumento da temperatura, a evaporação do etanol é muito maior em relação aos outros solventes. A evaporação completa do solvente do silano é um passo importante para a eficácia, qualidade e durabilidade da adesão (Rosatto *et al.*, 2014).

O monómero funcional 10-MDP, presente no sistema de silanização Monobond Plus (Ivoclar-Vivadent, Schaan, Liechtenstein), tem uma estrutura química que contém um grupo funcional polimerizável e um grupo fosfato. O grupo polimerizável (metacrilato) copolimeriza com a matriz de resina dos cimentos, compósitos e adesivos. O grupo fosfato tem a capacidade de se ligar quimicamente à zircónia e a outros óxidos cerâmicos. A introdução deste monómero nas soluções de silano teve como objetivo

umentar o potencial para a interação química entre diferentes superfícies (Cardenas *et al.*, 2016; Chen & Suh, 2012).

O Monobond Plus (Ivoclar-Vivadent, Schaan, Liechtenstein) é considerado um *primer* universal pois contém, na sua composição, moléculas de silano (MPS) e o monômero funcional 10-MDP. Desta forma, pode ser aplicado em todo o tipo de cerâmicas, sem necessidade de tratamento prévio da superfície, uma vez que o silano interage quimicamente com a sílica presente nas cerâmicas vítreas e o 10-MDP estabelece ligações químicas com óxidos cerâmicos presentes nas cerâmicas que não contêm sílica, como as cerâmicas de zircônia e alumina (Zakir *et al.*, 2016).

Para o mesmo tempo de condicionamento ácido da superfície cerâmica (20 segundos), o valor de resistência adesiva obtido no grupo em que foi aplicado o agente de silanização Monobond Plus (Ivoclar-Vivadent, Schaan, Liechtenstein) pode sugerir que a introdução do monômero funcional 10-MDP no silano não traz nenhum benefício na adesão da cerâmica de dissilicato de lítio. Esta conclusão vai de encontro ao estudo de Murillo *et al.* (2014) que obteve valores de resistência adesiva significativamente superiores quando era aplicado um silano que não continha MDP numa cerâmica vítrea. Cardenas *et al.* (2016) verificaram também que, uma solução de silano que inclui o monômero funcional MDP, não aumenta a resistência adesiva numa cerâmica de dissilicato de lítio. Na literatura, ainda existe alguma controvérsia, uma vez que não é clara a forma como o monômero MDP interage com as cerâmicas de dissilicato de lítio, sendo necessários mais estudos.

Ainda relativamente ao condicionamento ácido durante 20 segundos, a média mais baixa registada foi no grupo de aplicação do ESPE Sil Silane Coupling Agent (3M ESPE AG, Seefeld, Germany), possivelmente como consequência da pré-hidrólise do silano. Uma das desvantagens deste tipo de silano é a rápida formação de oligómeros de silano sem capacidade para acoplamento, prejudicando assim a força da interface adesiva. A silanização é considerada um processo sensível à técnica. A preparação de amostras, obtenção de espécimes, bem como a realização do teste de microtração, estão sujeitas a uma curva de aprendizagem. Deste modo, diferentes operadores com diferentes graus de experiência podem influenciar os resultados obtidos podendo ter, como consequência, valores mais baixos de adesão. A elevada contagem de falhas pré-

teste neste grupo e a sua quantificação com o valor de 0 MPa também contribuiu para valores mais baixos de resistência adesiva (Adebayo, Burrow & Tyas, 2008; Armstrong *et al.*, 2017; Matinlinna *et al.*, 2017; Monticelli *et al.*, 2006).

Novos produtos comerciais têm sido desenvolvidos no sentido de diminuir o número de passos na sequência clínica, de modo a simplificar o trabalho do operador e reduzir o tempo da execução do procedimento. Assim, o Monobond Etch & Prime (Ivoclar-Vivadent, Schaan, Liechtenstein) foi introduzido como um único frasco, em alternativa ao condicionamento com ácido hidrófluorídrico e aplicação de silano, sendo por isso considerado um silano auto-condicionante. Contém na sua composição polifluoreto de amónio e monómeros de silano. O polifluoreto de amónio é um sal ácido geralmente utilizado para condicionamento da superfície da cerâmica vítrea, de modo a obter uma superfície rugosa para a adesão micromecânica. Este sal tem uma acidez média, em comparação com a acidez elevada do ácido hidrófluorídrico e, como tal, é expectável que o resultado seja um padrão de condicionamento mais fraco. Ainda assim, contrariamente ao ácido hidrófluorídrico, este sal não tem potencial tóxico e por isso não é prejudicial à saúde, podendo ser preferido em caso de reparações intraorais ou em procedimentos que possam envolver mucosas, olhos ou pele. El-Damany & Gaintantzopoulou (2017) verificaram que a superfície desmineralizada de uma cerâmica de dissilicato de lítio era menos rugosa quando condicionada com o Monobond Etch & Prime (Ivoclar-Vivadent, Schaan, Liechtenstein), em relação ao condicionamento com ácido hidrófluorídrico. Concluíram também que os valores de resistência adesiva ao cisalhamento eram significativamente inferiores no grupo em que se aplicou o Monobond Etch & Prime (Ivoclar-Vivadent, Schaan, Liechtenstein) na cerâmica de dissilicato de lítio, quando comparados com os valores obtidos no grupo em que se aplicou ácido hidrófluorídrico como agente condicionante, seguido da aplicação de silano. Por ser um produto ainda bastante recente, não existem muitos estudos publicados.

Nesta investigação testou-se o Monobond Etch & Prime (Ivoclar-Vivadent, Schaan, Liechtenstein) com o objetivo de avaliar o poder autocondicionante e a capacidade de adesão deste sistema de silanização recente. O grupo em que foi aplicado foi o único em que não se realizou previamente o condicionamento com ácido hidrófluorídrico. A falha total adesiva dos blocos deste grupo poderá ter sido devida à falta de retenção

micromecânica da cerâmica. A adesão poderá estar comprometida uma vez que o protocolo de aplicação deste novo produto passa pela lavagem após a aplicação da solução de silano autocondicionante e por não ter sido realizado o tratamento térmico do silano, quando seguidas as instruções do fabricante. O tratamento térmico permite a eliminação de contaminantes, como a água e o álcool, que prejudicam a adesão. Permite que se completem as reações de condensação entre sílica-silano e promove ainda a formação de ligações mais resistentes entre a superfície cerâmica e o silano (Carvalho *et al.*, 2011).

Até à data não foram encontradas publicações em que se comparasse a aplicação de diferentes agentes de silanização comerciais, na influencia da resistência adesiva a cerâmicas vítreas. Assim para elucidar as diferenças entres valores de resistência adesiva obtidos torna-se relevante uma análise química.

Os resultados obtidos neste projeto de investigação permitiram rejeitar as hipóteses nulas, aceitando-se as hipóteses alternativas. Assim, o tempo de condicionamento com ácido hidrofúorídrico a 4,9%, bem como o sistema de silanização aplicado, influenciam a resistência adesiva entre a cerâmica de dissilicato de lítio e a resina composta.

*Influência da aplicação de diferentes silanos e tempos de condicionamento com ácido hidrofluorídrico a 4,9% na resistência adesiva ( $\mu$ TBS) entre uma cerâmica e uma resina composta*

## VII. CONCLUSÃO

Com o presente estudo e respectivas limitações associadas pode concluir-se que:

O condicionamento da superfície da cerâmica de dissilicato de lítio com ácido hidrofluorídrico a 4,9% durante 60 segundos demonstrou melhores valores de resistência adesiva, quando comparado com o condicionamento com ácido hidrofluorídrico a 4,9% durante 20 segundos nos grupos de aplicação do ESPE Sil Silane Coupling Agent (3M ESPE AG, Seefeld, Germany) e do Monobond Plus (Ivoclar-Vivadent, Schaan, Liechtenstein).

Relativamente aos sistemas de silanização testados, o silano Bis-Silane (Bisco, Schaumburg, IL, USA) foi o que apresentou significativamente melhores resultados de resistência adesiva quando se condicionou a cerâmica durante 20 segundos. Também apresentou melhores valores de resistência adesiva quando a cerâmica foi condicionada durante 60 segundos, comparativamente com o silano ESPE Sil Silane Coupling Agent (3M ESPE AG, Seefeld, Germany).

A redução de passos clínicos, com o uso do sistema de silanização Monobond Etch & Prime (Ivoclar-Vivadent, Schaan, Liechtenstein), não trouxe nenhuma vantagem que justifique a sua utilização clínica.

### **Relevância Clínica**

As cerâmicas dentárias não estabelecem ligações químicas com o dente natural e a força adesiva entre estes dois substratos é muito fraca. Assim, o sucesso, a longo prazo, das restaurações adesivas indiretas depende de um bom tratamento da superfície da restauração, um protocolo adesivo eficaz e uma correta preparação da estrutura dentária onde vai ser aderida a restauração.

Hoje em dia, diversos materiais estão comercialmente disponíveis e, como tal, é importante ter o conhecimento exato das propriedades dos materiais e a melhor

abordagem no que respeita à preparação da superfície dos mesmos, sempre com o objetivo de estabelecer a melhor força de adesão entre os substratos a aderir. A qualidade da preparação dentária e da adesão são alguns dos fatores que ditam o sucesso, a longo prazo, das restaurações adesivas indiretas.

Nesta investigação, foram testadas diferentes técnicas de tratamento da superfície cerâmica com o intuito de simular um protocolo clínico adesivo e, assim, sugerir o melhor método a ser aplicado clinicamente.

### **Perspetivas Futuras**

Para a adesão/cimentação de restaurações cerâmicas (dissilicato de lítio) existem diversas metodologias e inúmeros materiais disponíveis. São necessários mais estudos para a otimização do protocolo adesivo aquando da preparação da superfície interna da restauração indireta, com a finalidade de obter melhores valores de resistência adesiva e, conseqüentemente, aumentar a longevidade da restauração. Assim, estudos futuros deveriam:

Avaliar a resistência adesiva do sistema de silanização Monobond Etch & Prime (Ivoclar-Vivadent, Schaan, Liechtenstein) aplicado em diferentes tipos de cerâmica vítrea.

Avaliar a resistência adesiva do sistema de silanização Monobond Etch & Prime (Ivoclar-Vivadent, Schaan, Liechtenstein), com prévio condicionamento da superfície cerâmica com ácido hidrófluorídrico.

Avaliar a resistência adesiva do sistema de silanização Monobond Etch & Prime (Ivoclar-Vivadent, Schaan, Liechtenstein), com tratamento térmico do silano.

Avaliar, com recurso a microscopia eletrónica de varrimento, o efeito do ácido hidrófluorídrico, submetido a tratamento térmico, na rugosidade de uma cerâmica vítrea.

Avaliar a resistência adesiva entre uma cerâmica vítrea e o agente de cimentação, quando condicionada com ácido hidrofúorídrico, submetendo-o a tratamento térmico.

Avaliar a resistência adesiva entre uma cerâmica vítrea e o agente de cimentação, mediante diferentes métodos de tratamento térmico do silano aplicado.

*Influência da aplicação de diferentes silanos e tempos de condicionamento com ácido hidrofluorídrico a 4,9% na resistência adesiva ( $\mu$ TBS) entre uma cerâmica e uma resina composta*

**VIII. BIBLIOGRAFIA**

Aboushelib, M. N., & Sleem, D. (2014). Microtensile bond strength of lithium disilicate ceramics to resin adhesives. *J Adhes Dent*, 16(6), 547-552. doi:10.3290/j.jad.a33249.

Adebayo, O. A., Burrow, M. F., & Tyas, M. J. (2008). Bond strength test: role of operator skill. *Aust Dent J*, 53(2), 145-150. doi:10.1111/j.1834-7819.2008.00024.x.

Alghazzawi, T. F. (2016). Advancements in CAD/CAM technology: Options for practical implementation. *J Prosthodont Res*, 60(2), 72-84. doi:10.1016/j.jpor.2016.01.003.

Anusavice, K., Shen, C., & Rawls, H. R. (2013). *Phillips' Science of Dental Materials*. Elsevier.

Armstrong, S., Geraldeli, S., Maia, R., Raposo, L. H., Soares, C. J., & Yamagawa, J. (2010). Adhesion to tooth structure: a critical review of "micro" bond strength test methods. *Dent Mater*, 26(2), e50-62. doi:10.1016/j.dental.2009.11.155.

Armstrong, S., Breschi, L., Özcan, M., Pfefferkorn, 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 (muTBS) approach. *Dent Mater*, 33(2), 133-143. doi:10.1016/j.dental.2016.11.015.

Armstrong, S., Vargas, M., Chung, I., Pashley, D., Campbell, J., Laffoon, J., & Qian, F. (2004). Resin-Dentin interfacial ultrastructure and microtensile dentin bond strength after 5 year water storage. *Operative Dentistry*, 29(6), 705-712.

Baier, R. E. (1992). Principles of adhesion. *Oper Dent, Suppl 5*, 1-9.

Beuer, F., Schweiger, J., & Edelhoff, D. (2008). Digital dentistry: an overview of

recent developments for CAD/CAM generated restorations. *Br Dent J*, 204(9), 505-511. doi:10.1038/sj.bdj.2008.350.

Bilgin, M. S., Baytaroglu, E. N., Erdem, A., & Dilber, E. (2016). A review of computer-aided design/computer-aided manufacture techniques for removable denture fabrication. *Eur J Dent*, 10(2), 286-291. doi:10.4103/1305-7456.178304.

Blatz, M. B., Sadan, A., & Kern, M. (2003). Resin-ceramic bonding: a review of the literature. *J Prosthet Dent*, 89(3), 268-274. doi:10.1067/mpr.2003.50.

Borges, G. A., Sophr, A. M., de Goes, M. F., Sobrinho, L. C., & Chan, D. C. (2003). Effect of etching and airborne particle abrasion on the microstructure of different dental ceramics. *J Prosthet Dent*, 89(5), 479-488. doi:10.1016/S0022391302527049.

Borges, A. L. S., Posritong, S., Özcan, M., Campos, F., Melo, R., & Bottino, M. C. (2017). Can Cleansing Regimens Effectively Eliminate Saliva Contamination from Lithium Disilicate Ceramic Surface? *Eur J Prosthodont Restor Dent*, 25(1), 9-14. doi:10.1922/EJPRD\_1605Borges06.

Buonocore, M. G. (1955). A simple method of increasing the adhesion of acrylic filling materials to enamel surfaces. *J Dent Res*, 34(6), 849-853. doi:10.1177/00220345550340060801.

Cardenas, A. M., Siqueira, F., Hass, V., Malaquias, P., Gutierrez, M. F., Reis, A., Loguercio, A. (2017). Effect of MDP-containing Silane and Adhesive Used Alone or in Combination on the Long-term Bond Strength and Chemical Interaction with Lithium Disilicate Ceramics. *J Adhes Dent*, 19(3), 203-212. doi:10.3290/j.jad.a38414.

de Carvalho, R. F., Martins, M. E., de Queiroz, J. R., Leite, F. P., & Özcan, M. (2011). Influence of silane heat treatment on bond strength of resin cement to a feldspathic ceramic. *Dent Mater J*, 30(3), 392-397.

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. *J Appl Oral Sci*, 16(2), 106-110.

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. *J Dent*, 26(1), 53-58.

Chen, L., & Suh, B.I. (2012). Bonding of resin materials to all-ceramics: A review. *Curr Res Dent*. 3. 7-17.

Colares, R. C., Neri, J. R., Souza, A. M., Pontes, K. M., Mendonca, J. S., & Santiago, S. L. (2013). Effect of surface pretreatments on the microtensile bond strength of lithium-disilicate ceramic repaired with composite resin. *Braz Dent J*, 24(4), 349-352. doi:10.1590/0103-6440201301960.

Conrad, H. J., Seong, W. J., & Pesun, I. J. (2007). Current ceramic materials and systems with clinical recommendations: a systematic review. *J Prosthet Dent*, 98(5), 389-404. doi:10.1016/S0022-3913(07)60124-3.

Davidowitz, G., & Kotick, P. G. (2011). The use of CAD/CAM in dentistry. *Dent Clin North Am*, 55(3), 559-570. doi:10.1016/j.cden.2011.02.011.

Della Bona, A., Shen, C., & Anusavice, K. J. (2004). Work of adhesion of resin on treated lithia disilicate-based ceramic. *Dent Mater*, 20(4), 338-344. doi:10.1016/S0109-5641(03)00126-X.

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. *Braz Oral Res*, 21(1):10-15.

El-Damanhoury, H. M., & Gaintantzopoulou, M. D. (2017). Self-etching ceramic primer versus hydrofluoric acid etching: Etching efficacy and bonding performance. *J Prosthodont Res*. doi:10.1016/j.jpor.2017.06.002.

El Zohairy, A. A., De Gee, A. J., Hassan, F. M., & Feilzer, A. J. (2004). The effect

of adhesives with various degrees of hydrophilicity on resin ceramic bond durability. *Dent Mater*, 20(8), 778-787. doi:10.1016/j.dental.2003.05.010.

El Zohairy, A. A., De Gee, A. J., Mohsen, M. M., & Feilzer, A. J. (2005). Effect of conditioning time of self-etching primers on dentin bond strength of three adhesive resin cements. *Dent Mater*, 21(2), 83-93. doi:10.1016/j.dental.2003.12.002.

Feilzer, A. J., & Dauvillier, B. S. (2003). Effect of TEGDMA/BisGMA ratio on stress development and viscoelastic properties of experimental two-paste composites. *J Dent Res*, 82(10), 824-828. doi:10.1177/154405910308201012.

Ferracane, J. L. (2011). Resin composite--state of the art. *Dent Mater*, 27(1), 29-38. doi:10.1016/j.dental.2010.10.020.

Frankenberger, R., Hartmann, V. E., Krech, M., Kramer, N., Reich, S., Braun, A., & Roggendorf, M. (2015). Adhesive luting of new CAD/CAM materials. *Int J Comput Dent*, 18(1), 9-20.

Gale, M. S., & Darvell, B. W. (1999). Thermal cycling procedures for laboratory testing of dental restorations. *J Dent*, 27(2), 89-99.

Garboza, C. S., Berger, S. B., Guiraldo, R. D., Fugolin, A. P., Gonini-Junior, A., Moura, S. K., & Lopes, M. B. (2016). Influence of Surface Treatments and Adhesive Systems on Lithium Disilicate Microshear Bond Strength. *Braz Dent J*, 27(4), 458-462. doi:10.1590/0103-6440201600624.

Giordano, R., & McLaren, E. A. (2010). Ceramics overview: classification by microstructure and processing methods. *Compend Contin Educ Dent*, 31(9), 682-684.

Girardo, T. C., Villada, V. R., Castillo, M. P., Gomes, O. M., Bittencourt, B. F., & Dominguez, J. A. (2016). Active and Passive Application of the Phosphoric Acid on the Bond Strength of Lithium Disilicate. *Braz Dent J*, 27(1), 90-94. doi:10.1590/0103-6440201600428.

Goncalves, F., Pfeifer, C. S., Ferracane, J. L., & Braga, R. R. (2008). Contraction stress determinants in dimethacrylate composites. *J Dent Res*, 87(4), 367-371. doi:10.1177/154405910808700404.

Gomes, E. A., Assunção, W. G., Rocha, E. P., & Santos, P. H. (2008). Cerâmicas odontológicas: o estado atual. *Cerâmica*, 54(331), 319-325. doi:10.1590/S0366-69132008000300008.

Gracis, S., Thompson, V. P., Ferencz, J. L., Silva, N. R., & Bonfante, E. A. (2015). A new classification system for all-ceramic and ceramic-like restorative materials. *Int J Prosthodont*, 28(3), 227-235. doi:10.11607/ijp.4244.

Guarda, G. B., Correr, A. B., Goncalves, L. S., Costa, A. R., Borges, G. A., Sinhoreti, M. A., & Correr-Sobrinho, L. (2013). Effects of surface treatments, thermocycling, and cyclic loading on the bond strength of a resin cement bonded to a lithium disilicate glass ceramic. *Oper Dent*, 38(2), 208-217. doi:10.2341/11-076-L.

Heymann, H., Swift, E. J., Ritter, A. V., & Sturdevant, C. M. (2013). *Sturdevant's art and science of operative dentistry*. St. Louis, Mo: Elsevier/Mosby.

Hilton, T. J., Ferracane, J. L., & Broome, J. C. (2013). *Summitt's fundamentals of operative dentistry: a contemporary approach*. Hanover Park, IL: Quintessence Publishing Co. Inc.

Ho, G. W., & Matinlinna, J. P. (2011). Insights on Ceramics as Dental Materials. Part II: Chemical Surface Treatments. *Silicon*, 3(3), 117–123. doi:10.1007/s12633-011-9079-6.

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. doi:10.1007/s12633-011-9078-7.

Hooshmand, T., van Noort, R., & Keshvad, A. (2002). Bond durability of the resin-bonded and silane treated ceramic surface. *Dent Mater*, 18(2), 179-188.

Ilie, N., & Hickel, R. (2011). Resin composite restorative materials. *Aust Dent J*, 56 Suppl 1, 59-66. doi:10.1111/j.1834-7819.2010.01296.x.

Kalavacharla, V. K., Lawson, N. C., Ramp, L. C., & Burgess, J. O. (2015). Influence of Etching Protocol and Silane Treatment with a Universal Adhesive on Lithium Disilicate Bond Strength. *Oper Dent*, 40(4), 372-378. doi: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. *Dent Mater*, 27(8), 825-835. doi:10.1016/j.dental.2011.04.008.

Kern, M., & Thompson, V. P. (1994). Sandblasting and silica coating of a glass-infiltrated alumina ceramic: volume loss, morphology, and changes in the surface composition. *J Prosthet Dent*, 71(5), 453-461.

Kim, K. H., Ong, J. L., & Okuno, O. (2002). The effect of filler loading and morphology on the mechanical properties of contemporary composites. *J Prosthet Dent*, 87(6), 642-649.

Landuyt, K. L., Snauwaert, J., Munck, J. D., Peumans, M., Yoshida, Y., Poitevin, A., Meerbeek, B. V. (2007). Systematic review of the chemical composition of contemporary dental adhesives. *Biomaterials*, 28(26), 3757-3785. doi:10.1016/j.biomaterials.2007.04.044.

Li, R. W., Chow, T. W., & Matinlinna, J. P. (2014). Ceramic dental biomaterials and CAD/CAM technology: state of the art. *J Prosthodont Res*, 58(4), 208-216. doi:10.1016/j.jpor.2014.07.003.

Lung, C. Y., & Matinlinna, J. P. (2012). Aspects of silane coupling agents and surface conditioning in dentistry: an overview. *Dent Mater*, 28(5), 467-477. doi:10.1016/j.dental.2012.02.009.

Magne, P., Magne, M., Magne, I. (2010). Porcelain jacket crowns: back to the future through bonding, *Quintessence Dental Technology*, 89-96.

Mante, F. K., Ozer, F., Walter, R., Atlas, A. M., Saleh, N., Dietschi, D., & Blatz, M. B. (2013). The current state of adhesive dentistry: a guide for clinical practice. *Compend Contin Educ Dent*, 34 Spec 9, 2-8.

Matinlinna, J. P., Lassila, L. V., Özcan, M., Yli-Urpo, A., & Vallittu, P. K. (2004). An introduction to silanes and their clinical applications in dentistry. *Int J Prosthodont*, 17(2), 155-164.

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. *J Oral Rehabil*, 34(8), 622-630. doi:10.1111/j.1365-2842.2005.01569.x.

Matinlinna, J. P., Lung, C. Y. K., & Tsoi, J. K. H. (2017). Silane adhesion mechanism in dental applications and surface treatments: A review. *Dent Mater*. doi:10.1016/j.dental.2017.09.002.

McLaren, E. A., & Figueira, J. (2015). Updating Classifications of Ceramic Dental Materials: A Guide to Material Selection. *Compend Contin Educ Dent*, 36(6), 400-405.

Monticelli, F., Toledano, M., Osorio, R., & Ferrari, M. (2006). Effect of temperature on the silane coupling agents when bonding core resin to quartz fiber posts. *Dent Mater*, 22(11), 1024-1028. doi:10.1016/j.dental.2005.11.024.

Nakabayashi, N., Kojima, K., & Masuhara, E. (1982). The promotion of adhesion by the infiltration of monomers into tooth substrates. *Journal of Biomedical Materials Research*, 16(3), 265-273. doi:10.1002/jbm.820160307.

Murillo Gómez, F., & De Góes, M. (2015). Effect of Different Silane-Containing Solutions on Glass-Ceramic/ Cement Bonding Interacting with Dual-Cure Resin Cements. *Odovtos - International Journal of Dental Sciences*, 0(16), 87-105. doi:10.15517/ijds.v0i16.20330.

Nandini, S. (2010). Indirect resin composites. *J Conserv Dent*, 13(4), 184-194. doi:10.4103/0972-0707.73377.

Neis, C. A., Albuquerque, N. L., Albuquerque Ide, S., Gomes, E. A., Souza-Filho, C. B., Feitosa, V. P., Bacchi, A. (2015). Surface treatments for repair of feldspathic, leucite - and lithium disilicate-reinforced glass ceramics using composite resin. *Braz Dent J*, 26(2), 152-155. doi:10.1590/0103-6440201302447.

Noda, Y., Nakajima, M., Takahashi, M., Mamanee, T., Hosaka, K., Takagaki, T., Tagami, J. (2017). The effect of five kinds of surface treatment agents on the bond strength to various ceramics with thermocycle aging. *Dent Mater J*. doi:10.4012/dmj.2016-383.

Özcan, M., & Vallittu, P. K. (2003). Effect of surface conditioning methods on the bond strength of luting cement to ceramics. *Dent Mater*, 19(8), 725-731.

Panah, F. G., Rezai, S. M., & Ahmadian, L. (2008). The influence of ceramic surface treatments on the micro-shear bond strength of composite resin to IPS Empress 2. *J Prosthodont*, 17(5), 409-414. doi:10.1111/j.1532-849X.2007.00296.x.

Pashley, D. H., Tay, F. R., Breschi, L., Tjäderhane, L., Carvalho, R. M., Carrilho, M., & Tezvergil-Mutluay, A. (2011). State of the art etch-and-rinse adhesives. *Dent Mater*, 27(1), 1-16. doi:10.1016/j.dental.2010.10.016.

Perdigão, J. (2007). New Developments in Dental Adhesion. *Dental Clinics of North America*, 51(2), 333-357. doi:10.1016/j.cden.2007.01.001.

Perdigao, J., & Loguercio, A. D. (2014). Universal or Multi-mode Adhesives: Why and How? *J Adhes Dent*, 16(2), 193-194. doi:10.3290/j.jad.a31871.

Peutzfeldt, A. (1997). Resin composites in dentistry: the monomer systems. *Eur J Oral Sci*, 105(2), 97-116.

de Rosatto, C. M. P., Roscoe, M. G., Novais, V. R., Menezes, M. S., & Soares, C. J. (2014). Effect of Silane Type and Air-Drying Temperature on Bonding Fiber Post to Composite Core and Resin Cement. *Braz Dent J*, 25(3), 217-224. doi:10.1590/0103-6440201300005.

Roulet, J. F., Soderholm, K. J., & Longmate, J. (1995). Effects of treatment and storage conditions on ceramic/composite bond strength. *J Dent Res*, 74(1), 381-387. doi:10.1177/00220345950740011501.

Sezinando, A. (2014). Looking for the ideal adhesive – A review. *Rev Port Estomatol, Med Dent Cir Maxilofac*, 55(4), 194-206. doi:10.1016/j.rpemd.2014.07.004.

Soares, C. J., Soares, P. V., Pereira, J. C., & Fonseca, R. B. (2005). Surface treatment protocols in the cementation process of ceramic and laboratory-processed composite restorations: a literature review. *J Esthet Restor Dent*, 17(4), 224-235.

Sundfeld, D., Correr-Sobrinho, L., Pini, N. I., Costa, A. R., Sundfeld, R. H., Pfeifer, C. S., & Martins, L. R. (2016). The Effect of Hydrofluoric Acid Concentration and Heat on the Bonding to Lithium Disilicate Glass Ceramic. *Braz Dent J*, 27(6), 727-733. doi:10.1590/0103-6440201601024.

Thompson, J. Y., Stoner, B. R., Piascik, J. R., & Smith, R. (2011). Adhesion/cementation to zirconia and other non-silicate ceramics: where are we now? *Dent Mater*, 27(1), 71-82. doi:10.1016/j.dental.2010.10.022.

Van Landuyt, K. L., Snauwaert, J., De Munck, J., Peumans, M., Yoshida, Y., Poitevin, A., Van Meerbeek, B. (2007). Systematic review of the chemical composition of contemporary dental adhesives. *Biomaterials*, 28(26), 3757-3785. doi:10.1016/j.biomaterials.2007.04.044.

Van Meerbeek, B., Perdigao, J., Lambrechts, P., & Vanherle, G. (1998). The clinical performance of adhesives. *J Dent*, 26(1), 1-20.

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. *Oper Dent*, 28(3), 215-235.

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. *Dent Mater*, 26(2), e100-121. doi:10.1016/j.dental.2009.11.148.

Yoshida, Y., Inoue, S. (2012). Chemical analyses in dental adhesive technology. *Japanese Dental Science Review*, 48(2), 141-152, 1882-7616, doi:10.1016/j.jdsr.2012.03.001.

Zakir, Muhammad & Ashraf, Usman & Tian, Tian & Han, Aifang & Qiao, Wei & Jin, Xiaozhuang & Zhang, M & Tsoi, James & Matinlinna, Jukka. (2016). The Role of Silane Coupling Agents and Universal Primers in Durable Adhesion to Dental Restorative Materials - a Review. *Current Oral Health Reports*. doi: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. *Schweiz Monatschr Zahnmed*, 120(11), 972-986.

Zogheib, L. V., Bona, A. D., 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. *Braz Dent J*, 22(1), 45-50.

## ANEXOS

Anexo 1 - Tabela de materiais utilizados.

Material	Composição	LOTE	Validade
IPS <sup>TM</sup> Ceramic Etching Gel (Ivoclar-Vivadent, Schaan, Liechtenstein)	Ácido hidrofloreídrico 4,9%	T29351	12/2017
Bis-Silane <sup>TM</sup> (Bisco, Schaumburg, IL, USA)	Etanol (50-75%), ácido 3-(trimetoxisilil)propil-2-metil-2-propenoico (5-10%)	1600001184 1600001185	2014 2018
Monobond Plus (Ivoclar-Vivadent, Schaan, Liechtenstein)	Etanol (50-100%), Metacrilato de sulfido, Metacrilato de ácido fosfórico (10-MDP), Metacrilato de silano (≤2,5%)	V21266	12/2017
ESPE <sup>TM</sup> Sil Silane Coupling Agent (3M ESPE AG, Seefeld, Germany)	MPS – 3 – metacriloxipropil trimetoxisilano (<3), Etanol (>97%), Acetona	632307	06/2019
Monobond Etch & Prime (Ivoclar-Vivadent, Schaan, Liechtenstein)	Etanol, Água, Polifluoreto de amônio, Metacrilato de silano	W05619	01/2019
Optibond <sup>TM</sup> FL (Kerr, CA, USA)	Bond: Bis- GMA, HEMA, GDMA, CQ, ODMAB, partículas de carga (aprox. 48% de	6158322	05/2018

*Influência da aplicação de diferentes silanos e tempos de condicionamento com ácido hidrófluorídrico a 4,9% na resistência adesiva ( $\mu$ TBS) entre uma cerâmica e uma resina composta*

	peso), factor de união A174		
Resina Composta Enamel Plus HRi (Micerium S.p.A., Avegno, Ge, Italy)	UDMA, Bis-GMA, Butanodiol, Dimetacrilato, Partículas de vidro, Nanopartículas de óxido de zircónia	2017000418 2016001162 2016008171	01/2022
Blocos de dissilicato de lítio IPS <sup>TM</sup> e.max CAD A3-HT/C14 (Ivoclar-Vivadent, Schaan, Liechtenstein)	Componentes: SiO <sub>2</sub> Conteúdo adicional: 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	-