



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

MESTRADO INTEGRADO EM MEDICINA DENTÁRIA

**INFLUÊNCIA DE DIFERENTES AGENTES DE SILANO NA
ADESÃO À CERÂMICA**

Trabalho submetido por
Joana Rita Germano Alves
para a obtenção do grau de Mestre em Medicina Dentária

setembro de 2016



INSTITUTO SUPERIOR DE CIÊNCIAS DA SAÚDE EGAS MONIZ

MESTRADO INTEGRADO EM MEDICINA DENTÁRIA

INFLUÊNCIA DE DIFERENTES AGENTES DE SILANO NA ADESÃO À CERÂMICA

Trabalho submetido por
Joana Rita Germano Alves
para a obtenção do grau de **Mestre** em Medicina Dentária

Trabalho orientado por
Prof^a. Doutora Alexandra Franco Montalegre Pinto Rodrigues

e coorientado por
Mestre Inês Maria Candeias Carpinteiro

setembro de 2016

AGRADECIMENTOS

À Professora Doutora Alexandra Pinto pela orientação, disponibilidade e constante simpatia, sem as quais a elaboração deste trabalho não seria possível.

À Mestre Inês Carpinteiro pela co-orientação, ajuda e entusiasmo.

À Professora Doutora Ana Azul pela mediação e por, desde o início, incutir em mim o entusiasmo pela Dentisteria.

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

Ao Professor Doutor José Martins dos Santos pelo acesso à lupa estereoscópica.

À Protamic pela gentil colaboração na sinterização da cerâmica.

À 3M ESPE e à Dentina por terem gentilmente cedido o material para a execução deste estudo.

Aos meus pais, Teresa e João, pelo apoio e amor incondicionais, por fazerem com que supere os meus próprios limites. Obrigada por me abrirem as portas para alcançar os meus sonhos. Não há palavras que vos possam agradecer o suficiente!

Ao João Moreira, por todo o amor e companheirismo, por me tolerar além dos limites! Por ter percorrido este caminho ao meu lado com uma motivação e incentivo incomparáveis. Sem ti, este percurso não teria sido o mesmo. Um eterno obrigada!

Aos meus amigos que me demonstraram que o sucesso não pode ser alcançado sozinho. Um agradecimento especial à minha parceira de box e amiga, Patrícia Branco, com quem eu tive o maior orgulho de partilhar este capítulo.

Ao Zé e à Guedes, por estarem sempre lá com uma compreensão e amizade inabaláveis.

RESUMO

Objetivo: Avaliar a resistência adesiva à microtração imediata e após envelhecimento artificial, de uma resina composta a diferentes materiais cerâmicos, utilizando diferentes agentes de silano.

Materiais e Métodos: Oito blocos de IPS e.max CAD e oito blocos de Lava Ultimate foram preparados com um dos seguintes agentes de silano (n=2): Bis-silane (BS), RelyX Ceramic Primer (RX), Monobond Plus (MP) e Monobond Etch and Prime (MEP), seguidos da aplicação do adesivo Optibond FL. Cada bloco foi posteriormente aderido a um bloco de resina composta Filtek Z100 com dimensões idênticas, cimentado com essa mesma resina pré-aquecida. Metade das amostras foram armazenadas em água destilada a 37°C durante 24 horas, e a outra metade durante 3 meses. Após estes períodos, as amostras foram seccionadas em palitos e sujeitas ao teste da microtração, com uma velocidade de 1mm/min. As fraturas resultantes foram classificadas na lupa estereoscópica. Na análise estatística foram aplicados os testes *t* de Student, Qui-Quadrado e One-way ANOVA com posterior comparação múltipla de Tukey ($p \leq 0,05$).

Resultados: O MEP apresentou valores de resistência adesiva significativamente mais elevados na IPS e.max CAD, nos dois períodos de armazenamento ($40.92 \pm 3.27 / 37.86 \pm 4.17$). O MP apresentou valores significativamente mais elevados na Lava Ultimate, nos dois períodos de armazenamento ($39.17 \pm 3.93 / 34.17 \pm 14.53$). O BS e o RX apresentaram uma diminuição significativa da resistência adesiva após envelhecimento artificial, em ambos os substratos.

Conclusão: A resistência adesiva à microtração é significativamente influenciada pelo agente de silano utilizado, tipo de substrato e envelhecimento artificial.

Palavras-chave: Adesão; Agente de silano; Cerâmica; Resina.

ABSTRACT

Purpose: Evaluate immediate microtensile bond strength and after artificial ageing of a resin composite to different ceramic materials, using different silane coupling agents.

Materials and Methods: Eight blocks of IPS e.max CAD and eight blocks of Lava Ultimate were prepared with one of the following silane coupling agents: Bis-silane (BS), RelyX Ceramic Primer (RX), Monobond Plus (MP) and Monobond Etch and Prime (MEP), followed by the application of the adhesive Optibond FL. Each block was then bonded to a resin composite Filtek Z100 block of identical dimensions, cemented with the same pre-heated resin. Half of the samples were stored in distilled water at 37°C for 24 hours, and the other half for 3 months. After these time periods, the samples were trimmed into beams and subjected to microtensile testing, at a crosshead speed of 1mm/min. The resulting fractures were classified stereoscopically. The statistical analysis was submitted with Student's *t* test, Chi-Square test and One-way ANOVA followed by Tukey's multiple comparison test ($p \leq 0,05$).

Results: MEP showed significantly higher bond strength to IPS e.max CAD, for both storage times ($40.92 \pm 3.27 / 37.86 \pm 4.17$). MP showed significantly higher bond strength to Lava Ultimate, for both storage times ($39.17 \pm 3.93 / 34.17 \pm 4.53$). BS and RX showed significantly lower bond strength after artificial ageing, to both substrates.

Conclusion: Microtensile bond strength is significantly influenced by the silane coupling agent used, the type of substrate and artificial ageing.

Key-words: Adhesion; Silane coupling agent; Ceramic; Resin.

ÍNDICE GERAL

I. INTRODUÇÃO.....	13
1. Adesão	13
1.1.Evolução dos sistemas adesivos	13
2. Restaurações adesivas	14
2.1.Materiais restauradores adesivos	15
2.1.1. Resinas Compostas	15
2.1.1.1. Composição das resinas compostas	16
2.1.1.2. Classificação das resinas compostas	18
2.1.2. Cerâmicas.....	20
2.1.2.1. Composição das cerâmicas	21
2.1.2.2. Classificação das cerâmicas	21
2.1.3. Resinas Compostas para Restaurações Indiretas	26
2.2.Restaurações Diretas.....	28
2.3.Restaurações Indiretas	28
3. Tratamentos de Superfície Interna	30
3.1.Jato de Óxido de Alumínio	31
3.2.Silicatização	32
3.3.Ácido Hidrofluorídrico	32
3.4.Agente de Silano	33
II. OBJETIVOS.....	36
III. HIPÓTESES DE ESTUDO	36
IV. MATERIAIS E MÉTODOS	37
4. Materiais	37
5. Métodos	38
5.1.Seleção das amostras	38
5.2.Preparação das amostras	39
5.3.Cimentação dos blocos	41
5.4.Armazenamento e seccionamento das amostras	42
5.5.Teste da resistência adesiva à microtração	44
5.6.Classificação do modo de falha	45
5.7.Análise estatística	46
V. RESULTADOS	47
VI. DISCUSSÃO	53

VII. CONCLUSÃO.....	61
VIII. BIBLIOGRAFIA	63

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1. Comparação da extensão da preparação cavitária para amálgama <i>versus</i> para resina composta.	15
Figura 2. Cronologia do desenvolvimento das resinas compostas.	18
Figura 3. Classificação das resinas compostas segundo o tamanho das partículas de carga.....	20
Figura 4. Evolução das restaurações metalo-cerâmicas (esquerda) para sistemas <i>metal-free</i> (direita). (Adaptado de <i>Craig's Restorative Dental Materials</i> , 2006)	21
Figura 5. Imagem de MEV da microestrutura de uma vitrocerâmica.	22
Figura 6. Imagem de MEV da microestrutura de uma vitrocerâmica de dissilicato de lítio pré-sinterizada (A) e após sinterização a 820-840°C (G). Notar a amplificação do conteúdo cristalino após sinterização.	23
Figura 7. Imagem de MEV da microestrutura da VITA In-Ceram ALUMINA.	24
Figura 8. Imagem de MEV da microestrutura de um sólido policristalino.	25
Figura 9. Classificação das cerâmicas baseada na microestrutura.	26
Figura 10. Restauração indireta em resina composta: (A) colocação da resina composta em dois incrementos no modelo, (B) esculpimento da anatomia oclusal e (C) restauração finalizada.	26
Figura 11. Restauração indireta com bloco CAD/CAM: (A) corte da peça com disco diamantado e (B) restauração finalizada no modelo de trabalho.....	27
Figura 12. Bloco CAD/CAM da Lava Ultimate e imagem de MEV da microestrutura.	27
Figura 13. Restaurações indiretas posteriores: (A) coroa, (B) <i>overlay</i> , (C) <i>onlay</i> e (D) <i>inlay</i>	29
Figura 14. Restaurações indiretas anteriores: (A) coroa e (B) faceta.	29
Figura 15. Imagens de MEV de (A) uma cerâmica de dissilicato de lítio sem tratamento de superfície e (B) após jateamento com óxido de alumínio de 50µm, durante 5 segundos.	31
Figura 16. Ilustração esquemática do processo de silicatização.....	32
Figura 17. Imagem de MEV do efeito do condicionamento com ácido hidrófluídrico a 4,8% durante 20 segundos numa cerâmica de dissilicato de lítio. Notar a criação de sulcos microretentivos indicados pelas setas.	33
Figura 18. Fórmula química do 3-MPS.....	34
Figura 19. Mecanismo de reação de hidrólise do silano em meio ácido. Nota: Y representa o grupo funcional orgânico e R representa o grupo hidrolisável.	34
Figura 20. Corte dos blocos em duas metades iguais no micrótomo manual de tecidos duros.	38
Figura 21. Moldes de silicone de adição dos blocos de IPS e.max CAD (esquerda) e Lava Ultimate (direita).	38
Figura 22. Blocos de resina composta.....	39
Figura 23. Diferentes agentes de silano usados no estudo.	39
Figura 24. Condicionamento com ácido hidrófluídrico a 4,8% na IPS e.max CAD.	40
Figura 25. Jateamento da Lava Ultimate.....	40
Figura 26. Aplicação do agente de silano.....	40
Figura 27. Aplicação do adesivo Optibond FL.	40
Figura 28. Pré-aquecimento da resina no forna a 55°C.....	41
Figura 29. Posicionamento dos blocos de Lava Ultimate (esquerda) e de IPS e.max CAD (direita) com resina pré-aquecida, antes da aplicação do peso de 5kg.....	42
Figura 30. Fotopolimerizador Optilux 501.....	42
Figura 31. Armazenamento das amostras (direita) na estufa a 37°C (esquerda).....	43

Figura 32. Micrótomo automático de tecidos duros Accutom-50.....	43
Figura 33. Micrótomo manual de tecidos duros Isomet 1000.....	43
Figura 34. Corte de uma amostra de Lava Ultimate nos eixos X e Y.....	44
Figura 35. Corte de uma amostra de IPS e.max CAD no eixo X.....	44
Figura 36. Palitos resultantes do corte de uma amostra de Lava Ultimate.	44
Figura 37. Palitos resultantes do corte de uma amostra de IPS e.max CAD.....	44
Figura 38. Craveira digital.....	44
Figura 39. Máquina de testes universal.	45
Figura 40. Jigs de Geraldi com os palitos fixados (esquerda) e jigs montados na máquina de testes universal (direita).	45
Figura 41. Modo de falha (A) adesiva, (B) coesiva e (C) mista.....	46
Figura 42. Resistência adesiva à microtração.....	48
Figura 43. Resistência adesiva à microtração.....	48
Figura 44. Resistência adesiva à microtração.....	49
Figura 45. Resistência adesiva à microtração.....	49
Figura 46. Comparação da resistência adesiva após	50
Figura 47. Comparação da resistência adesiva após	50
Figura 48. Comparação da resistência adesiva após 24 horas e	51
Figura 49. Comparação da resistência adesiva após 24 horas e	51
Figura 50. Distribuição do modo de falha na IPS e.max CAD.	52
Figura 51. Distribuição do modo de falha na Lava Ultimate (*nota: o bloco correspondente a este grupo sofreu falha adesiva espontânea pré-teste).....	52

ÍNDICE DE TABELAS

<i>Tabela 1.</i> Materiais usados no estudo.	37
<i>Tabela 2.</i> Grupos experimentais e respectivos protocolos de aplicação.	41
<i>Tabela 3.</i> Valores da resistência adesiva à microtração após 24 horas e após 3 meses de armazenamento, em ambos os substratos (média \pm desvio-padrão, em MPa).	47

LISTA DE ABREVIATURAS

Al₂O₃ - Óxido de alumínio

Bis-GMA - Bisfenol-A glicidil metacrilato

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

GPDM - Dimetacrilato de Glicerol-fosfato

K₂O - Óxido de Potássio

Kg - Quilograma

Li₂O – Óxido de Lítio

MEV- Microscopia Eletrónica de Varrimento

MgO – Óxido de Magnésio

MPa - Mega Pascal

P₂O₅ – Pentóxido de Fósforo

SiO₂ - Dióxido de sílica

TEGDMA - Trietilenoglicol dimetacrilato

UDMA - Uretano dimetacrilato

Y-TZP - Zircónia tetragonal policristalina estabilizada com ítria

mm² - milímetro quadrado

mm/min - milímetro por minuto

mW/cm² - mili Watt por centímetro quadrado

nm - nanómetro

µm - micrómetro

3-MPS - 3-metacriloxipropiltrimetoxisilano

10-MDP - 10- metacriloxidildihidrogeno fosfato

I. INTRODUÇÃO

A bioemulsão é a capacidade de mimetizar a natureza (Bazos & Magne, 2014). A preocupação com a estética dentária e os crescentes padrões de exigência por parte dos pacientes, impulsionaram a área da Medicina Dentária Conservadora a preservar o máximo de tecido dentário possível, bem como a desenvolver materiais dentários estéticos que permitam um preparo dentário minimamente invasivo. Tudo com um objetivo comum: respeitar os fundamentos do biomimetismo. Atualmente, a adesão é um dos temas mais discutidos da Medicina Dentária, tendo sido uma das áreas centrais de investigação nas últimas décadas, e com maior evolução (Breschi, Ferracane, Cadenaro, Mazzoni, & Hilton, 2013).

1. Adesão

1.1. Evolução dos sistemas adesivos

O processo de adesão pode ser definido como “a junção de duas superfícies ou materiais independentes nos quais o contato é mantido sem a adição de forças externas” (Breschi et al., 2013). A adesão pode ser feita à estrutura dentária, tendo como substratos o esmalte e a dentina, ou entre diferentes materiais dentários (cerâmica-resina, cerâmica-metal, resina-resina, etc.). Os sistemas adesivos são constituídos por três componentes: ácido, *primer* e adesivo ou resina fluída. Desde que, em 1955, Buonocore demonstrou o efeito do ácido ortofosfórico no esmalte, a evolução no campo da adesão foi exponencial com o aparecimento dos sistemas adesivos, e desenvolvimento de várias técnicas adesivas (Anusavice, Shen, & Rawls, 2013). Fusayama, em 1979, introduziu a técnica *total-etch* ou *etch and rinse*, na qual se faz o condicionamento com ácido ortofosfórico, simultaneamente à dentina e ao esmalte. Estes sistemas adesivos de quarta geração podem ser aplicados em três passos (ácido + *primer* + adesivo) ou dois passos (ácido + *primer* e adesivo). Posteriormente, foi demonstrado por Nakabayashi em 1982, que os monómeros de resina tinham a capacidade de infiltrar a rede de colagénio desmineralizada da dentina condicionada, e formar uma matriz constituída por colagénio, monómeros de resina e resíduos da *smear layer*, denominada de camada híbrida (Anusavice et al., 2013; Breschi et al., 2013).

Na tentativa de simplificar e diminuir o tempo de trabalho, apareceram os sistemas adesivos *self-etch* ou *etch and dry*. Estes sistemas adesivos contêm *primers* acídicos, eliminando o condicionamento com ácido ortofosfórico, podendo ser aplicados em dois passos (*primer* acídico + adesivo) ou num passo único (*primer* acídico e adesivo) (Breschi et al., 2013).

Mais recentemente, foram desenvolvidos os sistemas adesivos multimodo. Estes sistemas, também chamados de universais, têm a capacidade de aderir materiais restauradores à base de metacrilatos a diferentes substratos, tais como a estrutura dentária (esmalte e dentina), cimentos de resina, cimentos de ionómero de vidro, e substratos de restaurações indiretas (metais, alumina, zircónia e cerâmicas com alto teor de sílica) (Breschi et al., 2013). Esta capacidade deve-se à adição de um monómero funcional acídico de metacriloxidilhidrogênio fosfato (MDP), para o qual foi comprovada grande afinidade de ligação ao metal, zircónia e hidroxiapatite residual da dentina, este último quando inserido num sistema adesivo *self-etch* (Breschi et al., 2013). Até este momento, os sistemas adesivos forneciam uma adesão puramente micromecânica, e o MDP veio trazer um mecanismo de adesão química. Alguns dos sistemas adesivos universais mais recentes já contêm na sua composição agentes de silano que permitem a adesão de cimentos de resina a superfícies cerâmicas e, ainda, a reparação de cerâmica fraturada com resina composta (Anusavice et al., 2013; Breschi et al., 2013). Os agentes de silano começaram por ser utilizados como agentes de união nos sistemas adesivos de primeira geração, no entanto, devido à baixa afinidade para a dentina, não tiveram sucesso (Breschi et al., 2013).

2. Restaurações adesivas

Antes do aparecimento das restaurações adesivas, o preparo dentário era feito em função do material restaurador de forma a dar retenção mecânica ao mesmo. Com o desenvolvimento da Dentisteria Adesiva, inverteram-se estes princípios, permitindo preparos dentários de menores dimensões e mais conservadores (Figura 1).

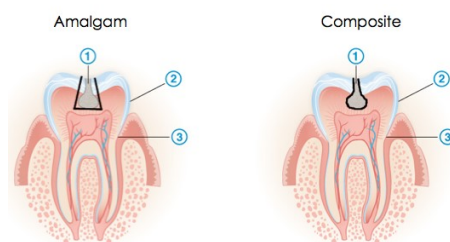


Figura 1. Comparação da extensão da preparação cavitária para amálgama *versus* para resina composta.
(Adaptado de http://thedentalstudent.co.uk/dental-applicants-guide_interviews/)

A Dentisteria Adesiva utiliza os fundamentos da adesão para devolver ao dente a sua função e estética, sem necessidade de sacrificar estrutura dentária sã (Breschi et al., 2013). Dentro das restaurações adesivas, podemos ter restaurações diretas ou indiretas. Todas têm as suas vantagens e desvantagens, bem como indicações e contraindicações.

2.1. Materiais Restauradores Adesivos

A Dentisteria Restauradora Adesiva permite a confecção de preparos dentários minimamente invasivos e a utilização de materiais dentários estéticos, com uma crescente capacidade de mimetização da morfologia dentária. Uma vez comprovada a eficácia e utilidade da técnica adesiva, foi apenas um passo até à globalização das restaurações adesivas.

2.1.1. Resinas Compostas

As resinas compostas são dos materiais mais utilizados nas restaurações estéticas adesivas, apresentando múltiplas aplicabilidades clínicas. São maioritariamente utilizadas como materiais de restauração direta e indireta, mas também como selantes de fissuras, cimentos endodônticos, agentes de cimentação de coroas, facetas, pontes e aparelhos ortodônticos (Anusavice et al., 2013; Ferracane, 2011). Desde o aparecimento dos primeiros compósitos há mais de 50 anos (Atai, Pahlavan, & Moin, 2012), devido às suas propriedades estéticas e mecânicas, a sua popularidade foi imediata (Canché-Escamilla, Duarte-Aranda, & Toledano, 2014).

O desenvolvimento da tecnologia das resinas compostas tem sido constante, sempre com o objetivo de melhorar as suas propriedades estéticas e mecânicas (Figura 2). Uma das descobertas mais marcantes foi a inovação de Bowen, em 1962. A chamada “resina

de Bowen” consistiu na introdução de dois componentes fundamentais: o monómero Bisfenol-A glicidil metacrilato (Bis-GMA) e um silano orgânico com função de agente de união. Ainda hoje estes componentes fazem parte da constituição básica das resinas compostas (Anusavice et al., 2013).

2.1.1.1. Composição das Resinas Compostas

A matriz orgânica é constituída por monómeros de dimetacrilato aromáticos e/ou alifáticos. O Bis-GMA e o Uretano dimetacrilato (UDMA) são os monómeros mais utilizados, tendo alta viscosidade (Anusavice et al., 2013; Ferracane, 2011). Ambos possuem um carbono de dupla ligação no fim da cadeia, permitindo-lhes uma reação de polimerização por adição (Powers & Sakaguchi, 2006). Por outro lado, devido à sua elevada viscosidade, estes monómeros tornam a resina difícil de manipular e necessitam de um diluente que confira fluidez à matriz. Desta forma, foram introduzidos na matriz orgânica monómeros de baixo peso molecular e alta fluidez, como o Trietilenoglicol dimetacrilato (TEGDMA) (Anusavice et al., 2013; Ferracane, 2011; Powers & Sakaguchi, 2006). O TEGDMA é o diluente mais utilizado que, além de conferir à resina composta uma consistência clinicamente aceitável, permite a formação de uma fase contínua na qual as partículas de carga se encontram dispersas (Anusavice et al., 2013; Bottino, Miyashita, Giannini, 2002). A matriz polimérica é reforçada por estas partículas de carga que formam a fase dispersa (Canché-Escamilla et al., 2014).

As partículas de carga inorgânica que constituem as resinas compostas são o vidro (vidro de borossilicato, aluminossilicato de lítio ou bário e vidro de estrôncio ou zinco), quartzo, sílica e zircónia (Anusavice et al., 2013; Powers & Sakaguchi, 2006). São múltiplas as propriedades mecânicas das resinas que são influenciadas pela carga: aumento da resistência à compressão e tração, aumento do módulo de elasticidade, aumento da resistência à abrasão, redução da contração de polimerização, redução da contração e expansão térmica, aumento da viscosidade, diminuição da absorção de água e aumento da radiopacidade (Anusavice et al., 2013; Atai et al., 2012; D’Alpino et al., 2015; Karabela & Sideridou, 2011; Mainjot, Dupont, Oudkerk, Dewael, & Sadoun, 2016). A radiopacidade é resultado das partículas de carga que contêm na sua composição átomos de metais pesados, como é o caso do bário, estrôncio, zircónia e vidro de zinco (Anusavice et al., 2013).

Para unir as duas fases da resina (orgânica e inorgânica), é incorporada uma molécula bifuncional, o agente de silano (Anusavice et al., 2013). O mecanismo de união entre a matriz e a fase dispersa é químico e ocorre através da ligação dos monómeros da matriz com o grupo funcional orgânico do silano (D'Alpino et al., 2015). Por outro lado, o agente de silano liga-se à superfície das partículas de carga inorgânica através da condensação dos grupos silanol com os grupos hidroxilo das partículas de sílica (D'Alpino et al., 2015). Quando ocorre a polimerização, os grupos metacrilato do organosilano formam ligações covalentes com a resina, fortalecendo a ligação entre as duas fases (Anusavice et al., 2013).

A matriz orgânica, a fase dispersa e o agente de união representam os constituintes *major* da resina composta. Porém, estes materiais restauradores contêm na sua estrutura química outros componentes, designados *minor*: iniciadores, ativadores, pigmentos e opacificantes (Anusavice et al., 2013).

Os iniciadores e ativadores das resinas compostas variam consoante o mecanismo de polimerização, classificado em fotopolimerizável, autopolimerizável e de dupla polimerização. O mecanismo de polimerização mais comum é o primeiro, e tem como ativador a luz azul do espectro visível, com um comprimento de onda de, aproximadamente, 468nm. Esta luz vai ativar uma substância fotossensível, sendo a mais comum a canforoquinona. A canforoquinona, por sua vez, interage com o iniciador de amina, formando radicais livres que iniciam a polimerização por adição. Por outro lado, as resinas autopolimerizáveis são comercializadas em duas pastas: uma contém um iniciador de peróxido de benzol, e a outra contém uma amina terciária como ativador. Quando se misturam as duas pastas, inicia-se a reação de polimerização por adição (Anusavice et al., 2013; Powers & Sakaguchi, 2006).

Uma das propriedades que torna a resina composta um material restaurador de excelência, é a propriedade ótica. As resinas compostas são caracterizadas com pigmentos e opacificantes de forma a adquirirem diferentes graus de translucidez e opacidade, correspondentes às diferentes caracterizações dos dentes naturais. Os pigmentos consistem em partículas de óxidos metálicos e são adicionados em quantidades mínimas. Para obter resinas com maior opacidade, são adicionados

opacificantes, normalmente dióxido de titânio e óxido de alumínio (Powers & Sakaguchi, 2006).

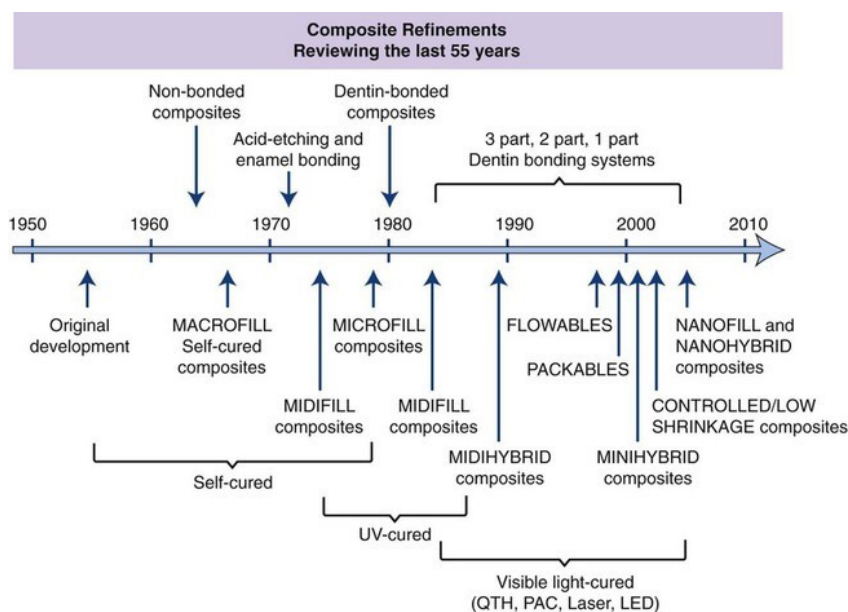


Figura 2. Cronologia do desenvolvimento das resinas compostas.

(Adaptado de Phillips's Science of Dental Materials, 2013)

2.1.1.2. Classificação das Resinas Compostas

As resinas compostas podem ser classificadas segundo diversos parâmetros: tamanho das partículas de carga, grau de escoamento e mecanismo de polimerização. Será descrita a classificação baseada no tamanho das partículas de carga (Figura 3) (Anusavice et al., 2013):

- A. **Resinas macroparticuladas:** as primeiras resinas compostas introduzidas no mercado continham partículas de grandes dimensões (10-100 μ m), chamadas resinas macroparticuladas ou tradicionais. Apesar da elevada resistência e rigidez, estas resinas não permitem um bom polimento e têm baixa resistência à abrasão, resultando em restaurações com superfícies rugosas e com baixa translucidez (Anusavice et al., 2013; Ferracane, 2011).
- B. **Resinas de partículas pequenas:** posteriormente, apareceram as resinas de partículas pequenas ou intermédias (1-10 μ m), que permitem uma maior incorporação de carga inorgânica por volume mas, tal como as anteriores,

continuam a apresentar baixa resistência ao desgaste e elevada friabilidade (Anusavice et al., 2013).

- C. Resinas microparticuladas:** um grande passo na evolução das propriedades mecânicas das resinas foi o aparecimento das micropartículas (0,01-0,1 μ m) (Anusavice et al., 2013). Estas resinas ultrapassaram os problemas de rugosidade superficial e baixa translucidez através da incorporação de sílica coloidal como partícula de carga. A sílica é incorporada na matriz juntamente com mais micropartículas, aumentando a percentagem de carga inorgânica por volume (Anusavice et al., 2013; Ferracane, 2011). Apesar de estas resinas permitirem um polimento altamente eficaz e produzirem superfícies lisas, a nível mecânico são inferiores às resinas macroparticuladas e de pequenas partículas, não estando indicadas para zonas de elevado *stress* (Anusavice et al., 2013).
- D. Resinas microhíbridas:** estas resinas são compostas por partículas de tamanhos diferentes, contendo micropartículas (0,01-0,1 μ m) e partículas de tamanho intermédio (0,1-10 μ m) (Anusavice et al., 2013). Estas resinas contêm, usualmente, partículas de sílica coloidal e de vidro (0,4-1 μ m) (Ferracane, 2011). Permitem juntar, no mesmo material, a qualidade de polimento das micropartículas e as elevadas propriedades mecânicas das partículas de tamanho intermédio (Anusavice et al., 2013).
- E. Resinas nanoparticuladas/nanohíbridas:** no seguimento da premissa de que partículas mais pequenas estão diretamente relacionadas com maior resistência ao desgaste, apareceram as nanopartículas (1-100nm) (Valente, Peralta, Ogliari, Cavalcante, & Moraes, 2013). As resinas nanoparticuladas diferenciam-se das microparticuladas, principalmente devido ao tratamento de superfície que sofrem antes de se aglomerarem em cadeias moleculares. As nanopartículas trouxeram às resinas compostas maior resistência ao desgaste, retenção de brilho e resistência à fratura. Por outro lado, o elevado rácio superfície/volume, possibilita uma maior introdução de água entre as partículas, resultando na degradação da interface matriz-resina e envolvimento deficiente das partículas pela matriz (Atai et al., 2012). Frequentemente, estas nanopartículas agrupam-se em aglomerados denominados *nanoclusters* e dificultam a dispersão na matriz, resultando em pontos de acumulação de stress (Anusavice et al., 2013; Atai et al., 2012; Canché-Escamilla et al., 2014; Karabela & Sideridou, 2011). De forma a contrariar este fenómeno, são incorporadas na fase dispersa partículas de dimensões maiores,

formando as resinas nanohíbridas (Anusavice et al., 2013; Canché-Escamilla et al., 2014).

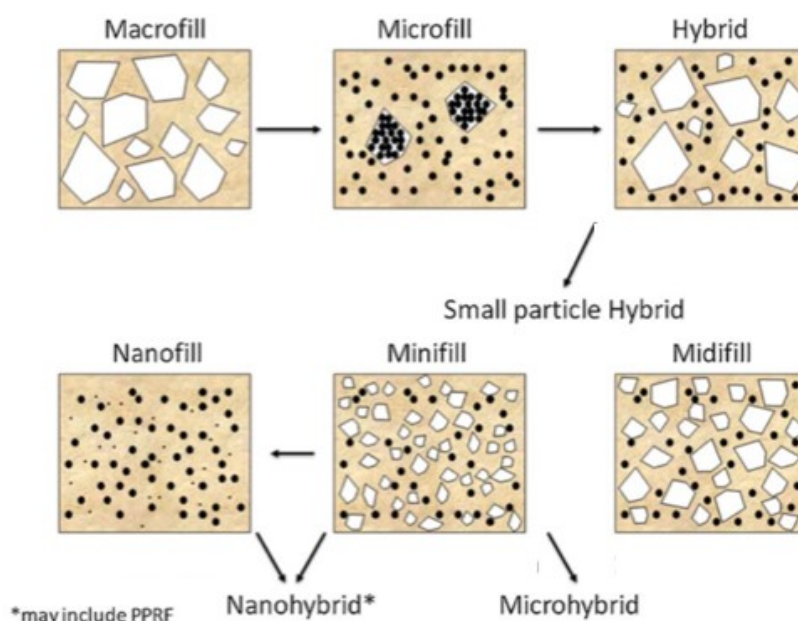


Figura 3. Classificação das resinas compostas segundo o tamanho das partículas de carga.

(Adaptado de Ferracane, 2011)

2.1.2. Cerâmicas

A cerâmica apresenta inúmeras propriedades que a tornam um material de excelência em Medicina Dentária, tais como adequada propriedade ótica, estabilidade química, estabilidade de cor, resistência à abrasão, baixa condução térmica e biocompatibilidade (Carvalho, Faria, Carvalho, Cruz, & Goyatá, 2012; Gomes, Assunção, Rocha, & Santos, 2008; Martins et al., 2010). Estas qualidades inerentes à cerâmica, proporcionaram um avanço científico no sentido de melhorar as capacidades biomiméticas, e equiparar as exigências estéticas da sociedade moderna (Gomes et al., 2008). Como consequência desta crescente demanda, as restaurações metalo-cerâmicas estão a perder relevância clínica, dando lugar às restaurações *metal-free* e ao desenvolvimento dos sistemas *all-ceramic* (Figura 4) (Powers & Sakaguchi, 2006).

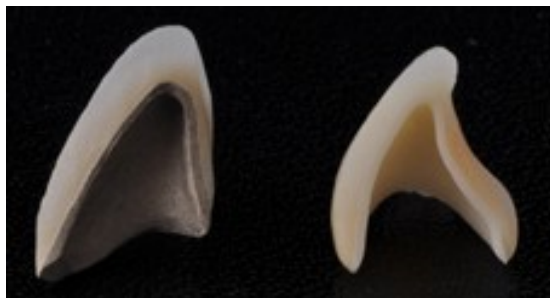


Figura 4. Evolução das restaurações metalo-cerâmicas (esquerda) para sistemas *metal-free* (direita).

(Adaptado de *Craig's Restorative Dental Materials*, 2006)

2.1.2.1. Composição das Cerâmicas

As cerâmicas são materiais inorgânicos e não-metálicos (Anusavice et al., 2013; Giordano & McLaren, 2010). No entanto, na sua composição encontram-se elementos metálicos (alumínio, cálcio, lítio, magnésio, potássio, sódio, lantânio, estanho, titânio e zircônio) e elementos não metálicos (silício, boro, flúor e oxigênio) (Carvalho et al., 2012; Gomes et al., 2008). As cerâmicas são constituídas por uma estrutura cristalina envolvida por uma fase vítrea, com um rácio fase vítrea/cristalina altamente variável (Giordano & McLaren, 2010). As partículas cristalinas podem variar quanto ao tipo, tamanho, densidade, uniformidade de dispersão na matriz vítrea, e influenciar as propriedades mecânicas e óticas das cerâmicas (Carvalho et al., 2012; Giordano & McLaren, 2010; Gomes et al., 2008; Martins et al., 2010). Por um lado, o aumento da percentagem da fase cristalina resulta no controlo do coeficiente de expansão térmica, resistência à erosão e aumento de resistência à fratura (Giordano & McLaren, 2010; Martins et al., 2010). Os cristais funcionam como *stops* à propagação de microfissuras ao longo da matriz vítrea e, quanto mais pequenos e mais uniforme a sua distribuição na matriz, maior será a resistência à fratura (Giordano & McLaren, 2010). Por outro lado, o aumento do conteúdo cristalino está associado à diminuição da translucidez da cerâmica, comprometendo a sua utilização em zonas estéticas (Martins et al., 2010).

2.1.2.2. Classificação das Cerâmicas

As cerâmicas podem ser classificadas segundo diversos parâmetros: microestrutura, técnica de processamento ou aplicação clínica. Irá ser descrita a classificação de acordo com a microestrutura, proposta por Giordano & McLaren, em 2010 (Figura 9):

A. Vitrocerâmicas: contêm maioritariamente dióxido de silicone, também chamado de sílica ou quartzo, e quantidades variáveis de alumina (Al_2O_3), formando os aluminossilicatos (Figura 5) (Giordano & McLaren, 2010; Gomes et al., 2008; Kelly & Benetti, 2011). Estas cerâmicas são maioritariamente usadas como revestimento de infraestruturas metálicas ou cerâmicas (Giordano & McLaren, 2010; Gomes et al., 2008).

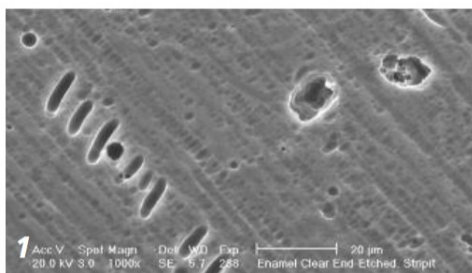


Figura 5. Imagem de MEV da microestrutura de uma vitrocerâmica.

(Adaptado de Giordano & McLaren, 2010)

B. Sistemas à base de vidro com uma segunda fase cristalina: constituída por uma fase vítrea semelhante à da categoria anterior, diferencia-se pela presença de uma fase cristalina, variável na proporção e tipo de cristais. Atualmente, as cerâmicas com uma segunda fase cristalina contêm cristais de leucite, dissilicato de lítio e fluorapatite (Giordano & McLaren, 2010).

- a) Vitrocerâmica com quantidade baixa a moderada de leucite: chamada de cerâmica feldspática, contém cristais de leucite em baixas quantidades. Estes cristais inibem a propagação das microfissuras, aumentando a resistência da cerâmica (Giordano & McLaren, 2010). Estas cerâmicas são maioritariamente usadas como revestimento de restaurações metalocerâmicas (Giordano & McLaren, 2010; Gomes et al., 2008).
- b) Vitrocerâmica com quantidade elevada de leucite (aproximadamente 50%): inicialmente, consiste numa matriz vítrea homogénea e, após um tratamento de calor secundário, induz-se uma desvitrificação parcial, com crescimento dos cristais de leucite envolvidos pelo vidro (Anusavice et al., 2013; Giordano & McLaren, 2010). Esta cristalização permite uma melhoria considerável das propriedades mecânicas da cerâmica, principalmente devido ao *stress* compressivo que se cria em torno dos cristais (Giordano & McLaren, 2010). Um dos primeiros e mais populares sistemas desta categoria é o IPS Empress (Ivoclar Vivadent). Desde então, com o

desenvolvimento de novas técnicas de processamento, foram desenvolvidos outros sistemas, como a versão maquinável IPS Empress CAD (Ivoclar Vivadent).

- c) Vitrocerâmica de dissilicato de lítio: introduzida pela primeira vez como IPS Empress II (Ivoclar Vivadent), apresenta-se atualmente na forma injetável como IPS e.max Press (Ivoclar Vivadent) e na forma maquinável para Cerec como IPS e.max CAD (Ivoclar Vivadent). Quanto à microestrutura, consiste em duas fases cristalinas envolvidas pela matriz vítrea (Carvalho et al., 2012). O volume do conteúdo cristalino é de cerca de 65% (Lien et al., 2015) e é composto por silicato de lítio de dimensões micrométricas, e ortofosfato de lítio de dimensões nanométricas (Carvalho et al., 2012; Giordano & McLaren, 2010; Vidotti, Garcia, Conti, Pereira, & Valle, 2013). A versão maquinável IPS e.max CAD, é comercializada na forma parcialmente cristalinizada, com o objetivo de facilitar o corte da peça nos sistemas *Computer aided design/Computer aided manufactured (CAD/CAM)*. A restauração tem de ser sujeita a um tratamento de calor secundário, denominado sinterização, para estimular o desenvolvimento do conteúdo cristalino e, conseqüentemente, aumentar a resistência e dureza da cerâmica (Figura 6) (Lien et al., 2015). Este material, apesar do elevado conteúdo cristalino, consegue manter a translucidez devido ao baixo índice de refração dos cristais de dissilicato de lítio (Giordano & McLaren, 2010). Esta particularidade vai influenciar a sua aplicabilidade clínica, e permitir que esta cerâmica seja utilizada em regiões anteriores estéticas, assim como coroas monolíticas ou revestidas por uma camada de vitrocerâmica com cristais de fluorapatite (Giordano & McLaren, 2010).

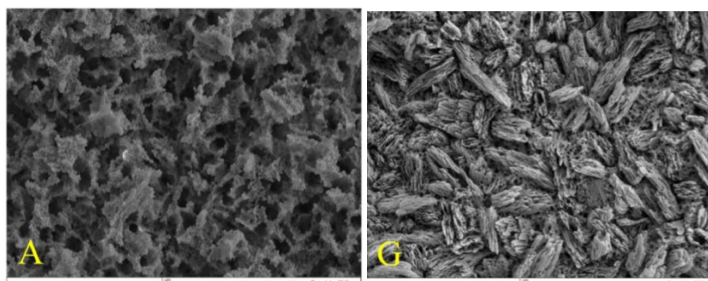


Figura 6. Imagem de MEV da microestrutura de uma vitrocerâmica de dissilicato de lítio pré-sinterizada (A) e após sinterização a 820-840°C (G). Notar a amplificação do conteúdo cristalino após sinterização.

(Adaptado de Lien et al., 2015)

C. Sistemas cerâmicos infiltrados por vidro: comercializados pela VITA Zahnfabrik como VITA In-Ceram, estes sistemas consistem em, pelo menos, duas fases interligadas em toda a extensão do material. A microestrutura é obtida através de uma matriz de alumina porosa, na qual os poros são preenchidos por vidro de aluminossilicato de lantânio. Estes sistemas diferem das categorias anteriores, nas quais não há junção dos cristais. Existem disponíveis no mercado três sistemas infiltrados por vidro (Giordano & McLaren, 2010):

- a) VITA In-Ceram SPINELL: consiste numa matriz de alumina e magnésio reforçada por uma fase cristalina, tendo o espinélio de magnésio como principal componente. É o mais translúcido, mas uma vez que a translucência e a resistência são grandezas inversamente proporcionais (Martins et al., 2010), a resistência é relativamente baixa comparativamente com os outros sistemas. Está indicada para coroas anteriores (Giordano & McLaren, 2010).
- b) VITA In-Ceram ALUMINA: este sistema contém cerca de 85% de alumina por volume (Figura 7). Tem uma translucência alta a moderada, mas inferior à do In-Ceram SPINELL. A resistência é superior a este, mas inferior ao In-Ceram ZIRCONIA, e está indicado para coroas unitárias posteriores e anteriores, e próteses parciais fixas de 3 elementos anteriores até ao canino (Gomes et al., 2008).

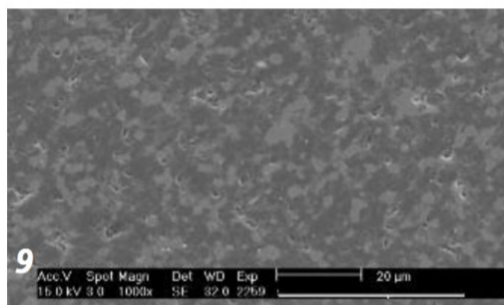


Figura 7. Imagem de MEV da microestrutura da VITA In-Ceram ALUMINA.

(Adaptado de Giordano & McLaren, 2010)

- c) VITA In-Ceram ZIRCONIA: constituído por 62% de alumina, 20% de zircónia e 18% de vidro infiltrado por peso, é caracterizado por alta resistência à flexão e fratura, mas baixa translucidez. Por ser um sistema com opacidade equiparável às ligas metálicas, está indicado para regiões

posteriores como coroas unitárias sobre dentes naturais ou implantes, e próteses parciais fixas de três elementos (Giordano & McLaren, 2010).

D. Sólidos Policristalinos: a composição química consiste numa estrutura policristalina densa, com os cristais firmemente condensados, e ausência total de componentes vítreos (Figura 8) (Giordano & McLaren, 2010; Kelly & Benetti, 2011).

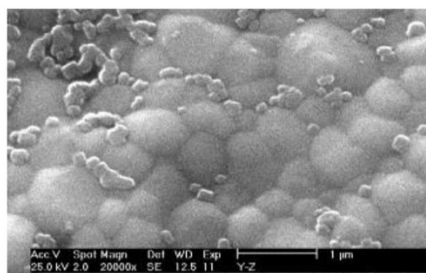


Figura 8. Imagem de MEV da microestrutura de um sólido policristalino.

(Adaptado de Giordano & McLaren, 2010)

Esta cerâmica, à base de zircónia, quando sujeita a temperaturas elevadas assume uma forma tetragonal. Porém, à temperatura ambiente apresenta-se na forma estável ou monoclinica. A adição de óxidos metálicos à zircónia pura permite a estabilização da mesma na forma tetragonal. A adição de 0,03 mol de ítria permite a obtenção da cerâmica utilizada nas restaurações indiretas: cerâmica à base de zircónia tetragonal policristalina estabilizada com ítria (Y-TZP). Devido à sua estrutura química única, a zircónia tem propriedades mecânicas bastante superiores às restantes cerâmicas. A sua resistência à flexão está avaliada em 900-1200 MPa (Carvalho et al., 2012; Giordano & McLaren, 2010; Gomes et al., 2008; Kelly & Benetti, 2011; Martins et al., 2010), e a resistência à fratura encontra-se na ordem dos 8-10MPa (Giordano & McLaren, 2010; Gomes et al., 2008). As excelentes propriedades mecânicas associadas a esta cerâmica influenciam a sua indicação para próteses parciais fixas posteriores de 3 a 4 elementos (Gomes et al., 2008). A sua aplicação em zonas estéticas está comprometida pela elevada opacidade inerente à zircónia, no entanto, pode ser utilizada para próteses anteriores como material de infraestrutura, revestida com vitrocerâmica (Kelly & Benetti, 2011).

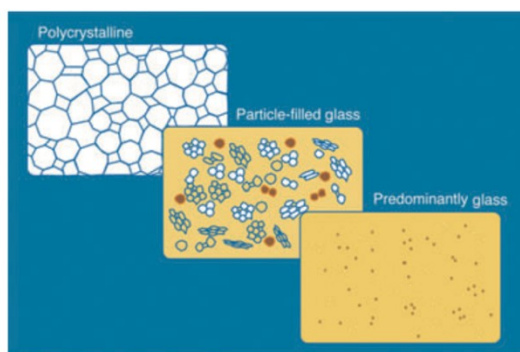


Figura 9. Classificação das cerâmicas baseada na microestrutura.

(Adaptado de Kelly & Benetti, 2011)

2.1.3. Resinas Compostas para Restaurações Indiretas

A. Artesanais: estas restaurações são construídas manualmente, e são estruturalmente idênticas às restaurações diretas (Figura 10). As vantagens, comparativamente aos materiais diretos, incluem a fotopolimerização em meio extraoral, evitando os efeitos negativos da contração de polimerização nas margens da restauração. Ademais, permitem a utilização de meios de polimerização à base de elevadas temperaturas e alta pressão (El Zohairy, De Gee, Mohsen, & Feilzer, 2003). Como resultado, há uma maior resistência à flexão e menor quantidade de monómeros residuais (Al-Harbi, Ayad, ArRejaie, Bahgat, & Baba, 2015; Mainjot et al., 2016).

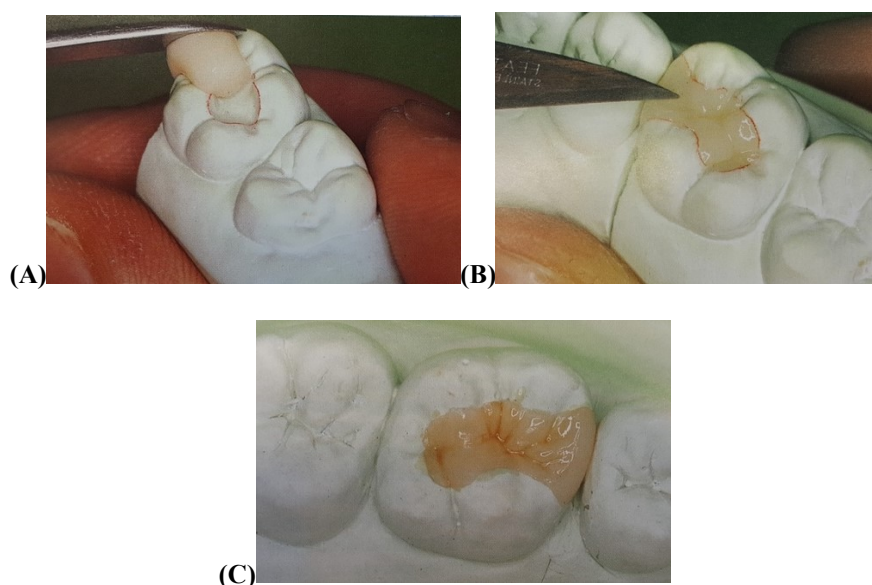


Figura 10. Restauração indireta em resina composta: (A) colocação da resina composta em dois incrementos no modelo, (B) esculpimento da anatomia oclusal e (C) restauração finalizada.

(Adaptado de *Porcelain and Composite Inlays and Onlays*, 1994)

B. Blocos CAD/CAM: a tecnologia *CAD/CAM* introduziu materiais industrializados, e secundariamente fresados (Figura 11). Estes blocos, não necessitando de um grau mínimo de fluidez para serem manipulados manualmente, permitem a incorporação de uma percentagem mais elevada de carga, resultando em propriedades mecânicas mais elevadas, como uma maior resistência à fratura (Al-Harbi et al., 2015; Mainjot et al., 2016).

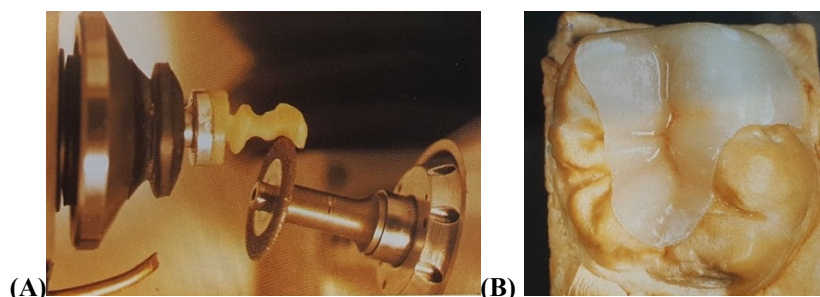


Figura 11. Restauração indireta com bloco CAD/CAM: (A) corte da peça com disco diamantado e (B) restauração finalizada no modelo de trabalho.

(Adaptado de *Porcelain and Composite Inlays and Onlays*, 1994)

B1. Com carga dispersa: a Lava Ultimate é uma nanocerâmica introduzida pela 3M ESPE, equiparada a uma resina nanoparticulada, sendo constituída por partículas de zircónia e sílica dispersas ou agregadas, numa percentagem de 79% por peso (Figura 12). Porém, a verdadeira inovação deste material consiste na composição da matriz polimérica. Além de a polimerização ser feita em condições de elevadas temperaturas e alta pressão, a matriz é composta unicamente por UDMA. Este monómero traz inúmeras vantagens à matriz polimérica: tem uma maior concentração de ligações duplas em comparação com o Bis-GMA, e não necessita de adição de TEGDMA como diluente (Mainjot et al., 2016).

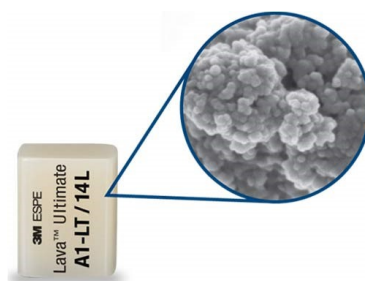


Figura 12. Bloco CAD/CAM da Lava Ultimate e imagem de MEV da microestrutura.

(Adaptado de http://solutions.3mindia.co.in/wps/portal/3M/en_IN/3M-ESPE-APAC/dental-professionals/products/category/digital-materials/LavaUltimate/)

B2. Rede de cerâmica infiltrada por polímero (PICN): estes materiais baseiam a sua microestrutura nas cerâmicas infiltradas por vidro. Introduzidos em 2012 pela VITA Zahnfabrik com o nome de Enamic, consistem na infiltração de um polímero na rede de uma vitrocerâmica. Difere dos materiais previamente discutidos, não existindo uma fase dispersa, mas antes um esqueleto ou uma rede tridimensional que vai distribuir o *stress* de uma forma mais eficaz, elevando a resistência à fratura (Mainjot et al., 2016).

2.2. Restaurações diretas

As restaurações diretas em resina composta apresentam uma solução simples e económica, executadas diretamente na boca numa única consulta, sem necessidade de trabalho laboratorial. São soluções apropriadas quando o volume, extensão e número de restaurações é limitado (Magne & Belser, 2003). Estas limitações devem-se às propriedades intrínsecas do material e à dificuldade da técnica quando a destruição dentária é demasiado extensa. Por um lado, a resina composta é um material flexível e com baixa dureza e, perante uma área extensa, não devolve a rigidez necessária para o dente manter a sua função a longo-prazo. Por outro lado, torna-se difícil respeitar os fundamentos biomiméticos da cor, forma e adaptação marginal numa restauração extensa (Magne & Belser, 2003). Nestes casos, devemos ponderar a execução de uma restauração indireta.

2.3. Restaurações indiretas

As restaurações indiretas incluem todas as restaurações de dentes posteriores e anteriores nas quais a peça protética é executada em meio extraoral. São normalmente fabricadas em resina composta, cerâmica ou resina composta para restaurações indiretas (Duzyol, Sagsoz, Polat Sagsoz, Akgul, & Yildiz, 2015). Estas peças, exceto quando confeccionadas pela tecnologia *CAD/CAM*, exigem sempre trabalho laboratorial e podem ser classificadas em (Fasbinder, Neiva, & Robbins, 2013):

A. Restaurações indiretas posteriores (Figura 13):

- *Coroas*: envolvem o recobrimento de toda a porção coronária do dente;
- *Overlays*: envolvem o recobrimento de todas as cúspides;
- *Onlays*: envolvem o recobrimento de pelo menos uma cúspide;

- *Inlays*: são restaurações intracoronárias que não envolvem recobrimento cuspídeo.

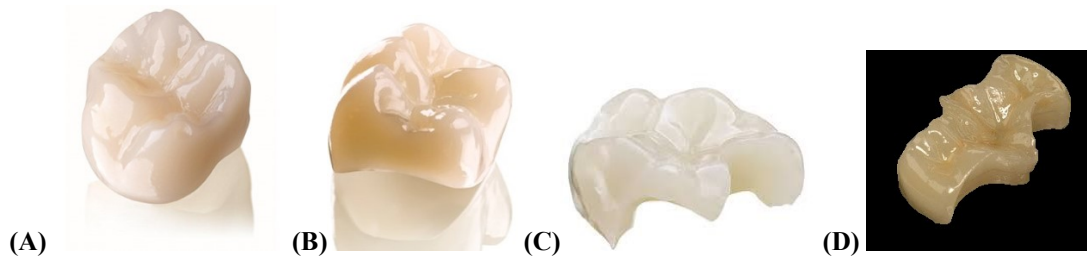


Figura 13. Restaurações indiretas posteriores: (A) coroa, (B) *overlay*, (C) *onlay* e (D) *inlay*.

(Adaptado de *Bonded Porcelain Restorations*, 2003)

B. Restaurações indiretas anteriores (Figura 14):

- Coroa: envolvem o recobrimento de toda a porção coronária do dente;
- Facetas: envolvem o recobrimento da face vestibular, com ou sem extensão do bordo incisal para palatino.

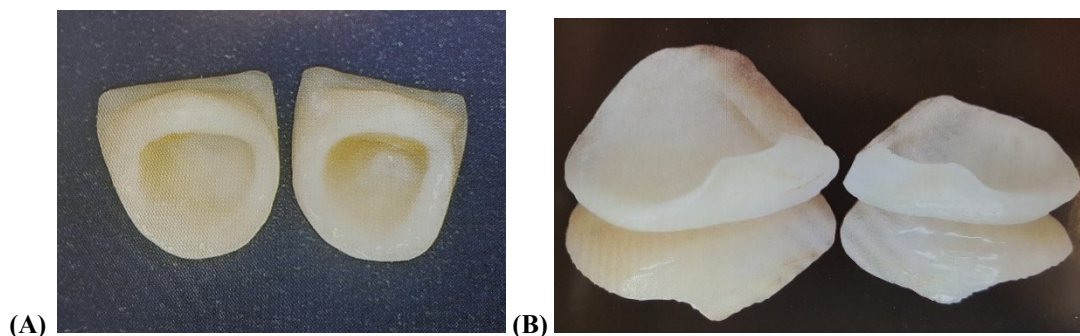


Figura 14. Restaurações indiretas anteriores: (A) coroa e (B) faceta.

(Adaptado de *Bonded Porcelain Restorations*, 2003; *Estética em Reabilitação Oral: Metal free*, 2002)

As restaurações indiretas apareceram na tentativa de contrariar algumas das desvantagens das restaurações diretas. Parte das limitações das restaurações diretas em resina composta, são ultrapassadas pela possibilidade de as indiretas serem confeccionadas no modelo de trabalho. Uma vez que o material é manipulado em meio extraoral, há a possibilidade de trabalhar com maior precisão a anatomia e justeza dos contatos interproximais (Fasbinder et al., 2013; Makishi et al., 2016; Soares, Giannini, Oliveira, Paulillo, & Martins, 2004). O *stress* causado nas margens da restauração devido à contração de polimerização continua a ser um dos maiores inconvenientes das restaurações diretas adesivas. As consequências da contração de polimerização podem ser atenuadas com recurso a uma peça indireta, uma vez que a polimerização ocorre no

modelo de trabalho, limitando o *stress* da contração à reação de polimerização do cimento de resina (El Zohairy et al., 2003; Makishi et al., 2016). Consequentemente, uma restauração indireta em resina composta tem menos microinfiltração, maior resistência, maior dureza e menor sensibilidade pós-operatória (Fasbinder et al., 2013). Além disso, a polimerização extraoral permite a utilização de meios de polimerização a temperaturas e pressões elevadas que resultam num maior grau de conversão de monómero residual e, consequentemente, influencia as propriedades mecânicas da resina composta. Em contrapartida, há uma diminuição de monómero residual disponível para interagir com o cimento de resina, comprometendo a adesão (Fasbinder et al., 2013).

Muitos fatores influenciam o sucesso das restaurações indiretas, incluindo o processo de cimentação (Soares, Silva, Neppelenbroek, Jorge, & Urban, 2009; Tian, Tsoi, Matinlinna, & Burrow, 2014). Os cimentos de resina trouxeram inúmeras vantagens face aos cimentos convencionais (fosfato de zinco e ionómero de vidro), salientando-se resultados mais estéticos e uma união mais resistente e duradoura (Tian et al., 2014). A união de uma restauração indireta ao dente envolve duas interfaces de adesão: dente/cimento e cimento/material restaurador (Soares et al., 2009). Assim como o dente recebe um tratamento de superfície com condicionamento ácido, *primer* e adesivo, também a superfície interna do material restaurador deve ser devidamente preparada para permitir a união à resina (Soares et al., 2009). Desta forma, foram criados diferentes protocolos de tratamento de superfície interna que permitem aumentar a energia de superfície da restauração e criar uma adesão forte e duradoura.

3. Tratamentos de superfície interna

É primordial o estudo da melhor opção de tratamento de superfície para aderir cerâmica e resina devido à sua aplicabilidade clínica na Dentisteria Adesiva, seja na cimentação de restaurações indiretas com cimentos de resina ou na reparação intraoral de restaurações cerâmicas com resina composta (Blatz, Sadan, & Kern, 2003; Hooshmand, van Noort, & Keshvad, 2002). Uma adesão forte entre cerâmica e resina depende de uma preparação da superfície que crie mecanismos de retenção química e micromecânica (Blatz et al., 2003; Neis et al., 2015; Passia, Lehmann, Freitag-Wolf, & Kern, 2015). Os mecanismos de retenção química incluem o tratamento da superfície

com agentes de silano e adesivos e, por outro lado, os meios de retenção micromecânica incluem o condicionamento com ácido hidrofúorídrico, jateamento com partículas de óxido de alumínio, jateamento com partículas de óxido de alumínio modificadas por sílica (silicatização), e aumento da rugosidade superficial com brocas diamantadas de grão grosso. Este tratamento físico-químico é essencial para aumentar a energia de superfície do substrato (Blatz et al., 2003).

3.1. Jato de óxido de alumínio

O jato de óxido de alumínio (Al_2O_3) com partículas de 25-50 μm , cria um mecanismo de retenção micromecânica através da produção de uma superfície ativa e rugosa (Duzyol et al., 2015; Soares et al., 2004). O jateamento consiste na libertação destas partículas com uma pressão de ar de cerca de 0,28 MPa ou 30 Psi, aplicada perpendicularmente à superfície e a uma distância de 10mm (Tian et al., 2014; Ying, Lung, & Matinlinna, 2012). Quando as partículas atingem a superfície, destroem parcialmente o substrato, resultando em microrugosidades (Figura 15) que facilitam a infiltração dos monómeros do silano, da resina adesiva e da resina de cimentação (Makishi et al., 2016). O jateamento tem demonstrado bons resultados na adesão de restaurações indiretas em resina composta e cerâmica, e na reparação intraoral de restaurações em cerâmica com resina composta (Duzyol et al., 2015; Soares et al., 2004).

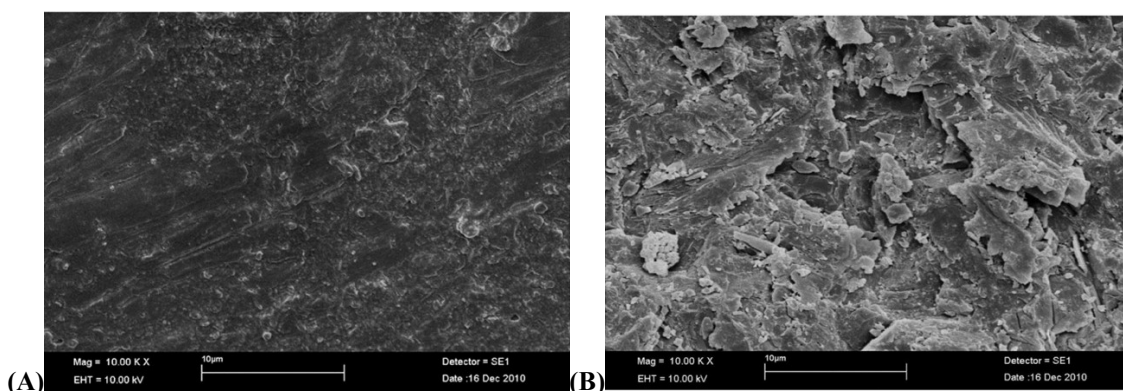


Figura 15. Imagens de MEV de (A) uma cerâmica de dissilicato de lítio sem tratamento de superfície e (B) após jateamento com óxido de alumínio de 50 μm , durante 5 segundos.

(Adaptado de Guarda et al., 2013)

3.2. Silicatização

A abrasão da superfície com partículas de Al_2O_3 modificadas por dióxido de silicone (SiO_2) (Duzyol et al., 2015) é um sistema de tratamento de superfície triboquímico (Wahsh, & Ghallab, 2015). As partículas têm cerca de $30\mu m$ e incorporam-se na superfície da cerâmica através de ar comprimido com uma pressão de 2.8 bar a $13s/cm^2$, gerando energia cinética que derrete parcialmente a superfície e permite a incorporação da sílica (Figura 16) (Attia & Kern, 2011; Tian et al., 2014; Ying et al., 2012). Wahsh & Ghallab (2015), referem que a silicatização aumenta a área de superfície para posterior interação química com o silano, enquanto cria uma estrutura microretentiva. É um procedimento útil quando queremos aderir resina a cerâmicas com baixo conteúdo de sílica. Existem vários sistemas de silicatização disponíveis no mercado e dentro dos mais populares temos o Rocatec Plus (3M ESPE), o Rocatec Soft (3M ESPE) e o CoJet (3M ESPE).

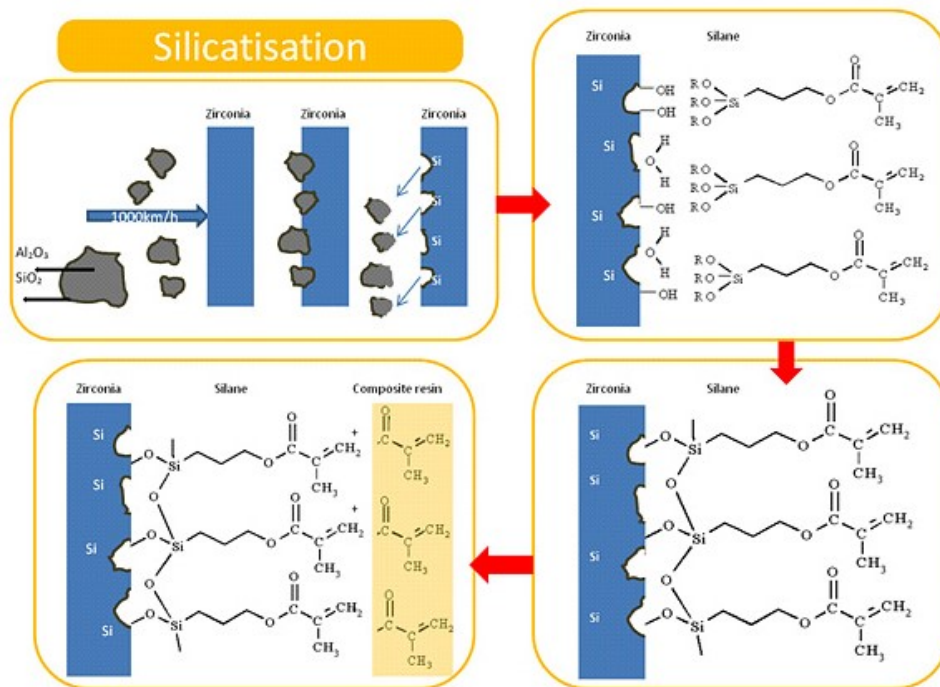


Figura 16. Ilustração esquemática do processo de silicatização.

(Adaptado de Petre & Sfeatcu, 2013)

3.3. Ácido hidrofluorídrico

O ácido hidrofluorídrico é classificado como um ácido fraco e consiste numa solução aquosa de fluoreto de hidrogénio (Tian et al., 2014). A reação com o dióxido de

silicone que compõe a matriz vítrea da cerâmica resulta na substituição do átomo de oxigênio por flúor (Tian et al., 2014), formando hexafluorossilicatos (Colares et al., 2013; Zogheib, Bona, Kimpara, & McCabe, 2011). O condicionamento ácido resulta na dissolução seletiva da fase vítrea da cerâmica, com consequente exposição dos cristais (Colares et al., 2013; Kalavacharla, Lawson, Ramp, & Burgess, 2015; Lise, Perdigão, Van Ende, Zidan, & Lopes, 2015; Tian et al., 2014). Os cristais atuam como superfícies microretentivas para a resina, tornam a superfície rugosa e, conseqüentemente, favorecem a adesão ao agente de silano e à resina (Figura 17) (Lise et al., 2015; Pisani-Proenca et al., 2006). Dependendo da microestrutura da cerâmica, o ácido hidrófluorídrico pode ser aplicado em diferentes concentrações, desde 2,5 a 10% (Lise et al., 2015). Segundo Colares et al (2013), relativamente ao tratamento de superfície interna das cerâmicas condicionáveis, “um condicionamento ácido eficaz da superfície da cerâmica é considerado um passo essencial para o sucesso clínico das restaurações indiretas adesivas de cerâmica e procedimentos de reparação direta de cerâmica.”.

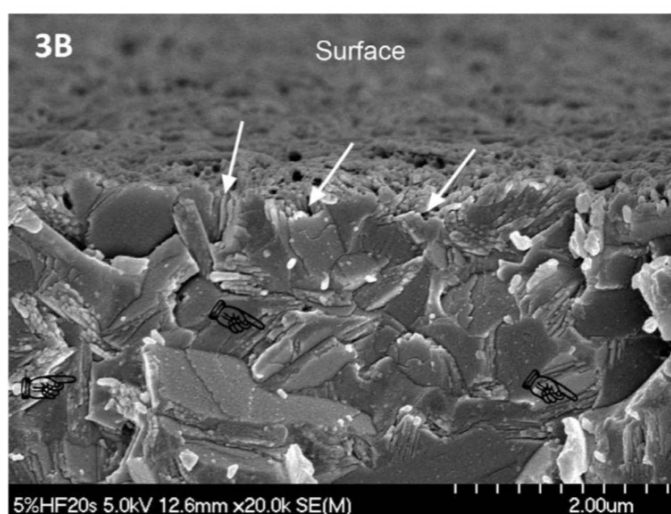


Figura 17. Imagem de MEV do efeito do condicionamento com ácido hidrófluorídrico a 4,8% durante 20 segundos numa cerâmica de dissilicato de lítio. Notar a criação de sulcos microretentivos indicados pelas setas.

(Adaptado de Lise et al., 2015)

3.4. Agente de silano

O agente de silano é uma molécula bifuncional que permite a ligação entre componentes orgânicos e inorgânicos, através de um mecanismo de retenção química (Kalavacharla et al., 2015; Zakir et al., 2016). Em Dentisteria, o silano mais utilizado é

o 3-metacriloxipropiltrimetoxisilano (Figura 18) (Attia, Lehmann, & Kern, 2011; Kalavacharla et al., 2015; Taira, Sakai, & Sawase, 2012; Zakir et al., 2016).

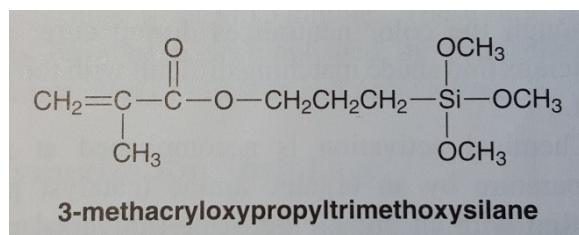


Figura 18. Fórmula química do 3-MPS.

(Adaptado de *Craig's Restorative Dental Materials*, 2006)

Para interagir com a sílica dos substratos inorgânicos, o agente de silano tem de ser ativado através de uma reação de hidrólise, na presença de água e de um catalisador ácido (Taira et al., 2012; Zakir et al., 2016). O silano pode ser representado quimicamente como $Y-(CH_2)_m-Si-(OR)_3$, onde o Y representa o grupo funcional orgânico, e o R representa o grupo funcional hidrolisável (Brentel et al., 2007; Ying et al., 2012). O resultado final da reação é a formação de grupos terminais silanol (-Si-OH) (Figura 19) (Ying et al., 2012; Zakir et al., 2016).

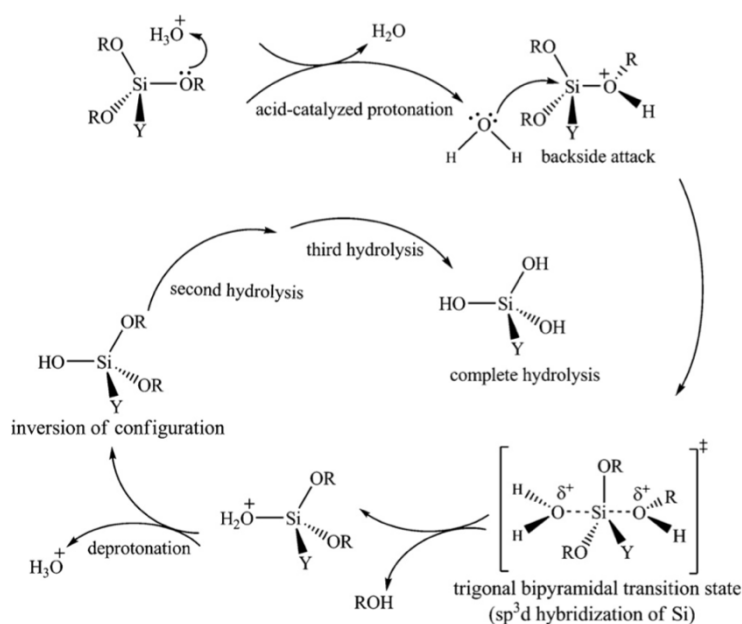


Figura 19. Mecanismo de reação de hidrólise do silano em meio ácido. Nota: Y representa o grupo funcional orgânico e R representa o grupo hidrolisável.

(Adaptado de Ying et al., 2012)

Uma vez ativado, o agente de silano reage com os grupos hidroxilo (OH) da sílica através dos seus grupos terminais silanol, originando ligações siloxano (Si-O-Si) (Pisani-Proenca et al., 2006; Sattabanasuk, Charnchairerk, Punsukumtana, & Burrow, 2016). Produz-se uma reação de condensação, com libertação de água como subproduto (Sattabanasuk et al., 2016). Por outro lado, os grupos funcionais não hidrolisáveis copolimerizam com os grupos metacrilato da matriz orgânica da resina (Huang, Wang, & Gao, 2013; Lise et al., 2015; Sattabanasuk et al., 2016).

O agente de silano aumenta a energia de superfície, aumenta a molhabilidade e diminui o ângulo de contacto entre a cerâmica e a resina, resultando numa melhoria das forças adesivas (Huang et al., 2013; Lise et al., 2015; Sattabanasuk et al., 2016; Wahsh & Ghallab, 2015; Zakir et al., 2016). Como resultado desta interação, a superfície previamente hidrofílica, torna-se hidrofóbica e facilita a penetração da resina nos poros microscópicos da cerâmica previamente condicionada ou jateada (Huang et al., 2013; Sattabanasuk et al., 2016; Zakir et al., 2016).

II. OBJETIVOS

Atualmente existem diferentes protocolos de tratamento de superfície interna, assim como diferentes tipos de agentes de silano. O aparecimento de agentes de silano não hidrolisados, pré-hidrolisados e, mais recentemente, o aparecimento de *primers* universais e agentes de silano autocondicionantes, tornam fundamental o estudo do protocolo de adesão que permita obter a resistência mais elevada.

Com o avanço da tecnologia *CAD/CAM*, a utilização de blocos pré-fabricados é uma tendência crescente, e a informação disponível em relação à durabilidade da adesão da resina composta aos blocos pré-fabricados de cerâmica é ainda limitada.

O principal objetivo deste estudo consiste na avaliação da resistência adesiva à microtração imediata e após envelhecimento artificial, de uma resina composta a diferentes materiais cerâmicos, utilizando diferentes agentes de silano.

III. HIPÓTESES DE ESTUDO

As hipóteses nulas são:

H1: a utilização de diferentes agentes de silano não influencia significativamente a resistência adesiva à microtração imediata de uma resina composta a ambos os substratos;

H2: a utilização de diferentes agentes de silano não influencia significativamente a resistência adesiva à microtração após envelhecimento de uma resina composta a ambos os substratos;

H3: para o mesmo agente de silano, a resistência adesiva à microtração imediata e após envelhecimento, não depende do substrato utilizado;

H4: o envelhecimento não influencia significativamente a resistência adesiva dos diferentes agentes de silano.

IV. MATERIAIS E MÉTODOS

4. Materiais

Tabela 1. Materiais usados no estudo.

Tipo de Material	Nome Comercial	Fabricante	Composição
Cerâmica	IPS e.max CAD	Ivoclar Vivadent, Schann, Liechtenstein	SiO ₂ , Li ₂ O, K ₂ O, MgO, Al ₂ O ₃ , P ₂ O ₅ e outros óxidos
Resina Nanocerâmica	Lava Ultimate	3M ESPE, St Paul, Minn	Matriz orgânica: monômeros de UDMA Partículas de carga inorgânica: nanômeros e <i>nanoclusters</i> de sílica (20nm) e de zircônia (4-11nm)
Resina Composta	Filtek Z100	3M ESPE	Matriz orgânica: monômeros de Bis-GMA e TEGDMA. Partículas de carga inorgânica: zircônia/sílica, 66% em volume, com partículas de 3,5-0,01µm
Agente de Silano	Bis-silane	Bisco Inc., Schaumburg, USA	Etanol, Metacriloxipropiltrimetoxisilano, Ácido propanóico
Agente de Silano	RelyX Ceramic Primer	3M ESPE	Etanol, Água, Metacriloxipropiltrimetoxisilano
Agente de Silano	Monobond Plus	Ivoclar Vivadent	Etanol, Metacrilato de sulfido, Metacrilato de ácido fosfórico, Metacrilato de silano
Agente de Silano	Monobond Etch and Prime	Ivoclar Vivadent	Etanol, Água, Polifluoreto de amônio, Metacrilato de silano
Adesivo	Optibond FL	Kerr, Scafati, Itália	Bis-GMA, HEMA, GPDM, vidro de borossilicato de bário-alumínio, hexafluorossilicato de disódio, sílica fumada

5. Metodologia

5.1. Seleção das amostras

Foram usados quatro blocos pré-sinterizados de cerâmica de dissilicato de lítio IPS e.max CAD A3-HT (Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein) com dimensões de 10,4x12,5x15mm e quatro blocos de resina nanocerâmica Lava Ultimate A3-HT (3M ESPE, St Paul, Minn) com dimensões de 14x14x17mm. Cada bloco foi dividido em duas partes iguais no micrótomo manual de tecidos duros (Isomet 1000, Buehler Ltd, Lake Bluff, IL, USA), e cada metade constituiu uma amostra (n=8) (Figura 20). As amostras de IPS e.max CAD foram posteriormente sinterizadas de acordo com as instruções do fabricante.

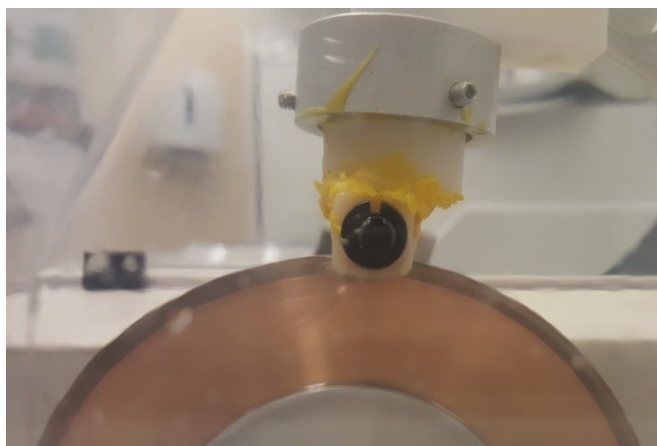


Figura 20. Corte dos blocos em duas metades iguais no micrótomo manual de tecidos duros.

Foram construídos, através de um molde de silicone de adição e com a técnica incremental, dezasseis blocos de resina composta Filtek Z100 (3M ESPE) com dimensões idênticas ao dissilicato de lítio e à resina nanocerâmica (Figuras 21 e 22).



Figura 21. Moldes de silicone de adição dos blocos de IPS e.max CAD (esquerda) e Lava Ultimate (direita).

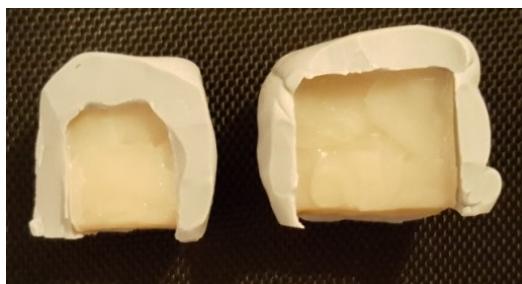


Figura 22. Blocos de resina composta.

Foram estudados quatro agentes de silano disponíveis no mercado: Bis-silane (Bisco Inc., Schaumburg, USA), RelyX Ceramic Primer (3M ESPE), Monobond Plus (Ivoclar Vivadent) e Monobond Etch and Prime (Ivoclar Vivadent) (Figura 23).



Figura 23. Diferentes agentes de silano usados no estudo.

5.2.Preparação das amostras

Foram usados dois blocos de IPS e.max CAD e dois blocos de Lava Ultimate para cada agente de silano testado. Todos os blocos de IPS e.max CAD, exceto os dois blocos do Monobond Etch and Prime, foram sujeitos a condicionamento ácido com ácido hidrofúorídrico a 4,8% (Ceramic Etching Gel, Ivoclar Vivadent), deixou-se atuar durante 20 segundos, seguido de lavagem abundante e secagem da superfície com jato de ar (Figura 24). Todos os blocos de Lava Ultimate foram sujeitos a jateamento com partículas de óxido de alumínio modificadas por sílica com diâmetro de 30 μm , durante 5 segundos, com pressão de 30 Psi ou 2 bar, a uma distância de 10mm aplicada perpendicularmente à superfície, seguido de limpeza com álcool (Figura 25). Os dezasseis blocos foram colocados num banho de ultrassons com água destilada, durante 4 minutos. Cada grupo (n=2) foi baseado no silano aplicado (Tabela 2): BS (Bis-silane), RX (RelyX Ceramic Primer), MP (Monobond Plus) e MEP (Monobond Etch and Prime). Os quatro agentes de silano foram aplicados com um *microbrush*, de acordo

com as instruções do fabricante (Figura 26). De seguida, foram aplicadas duas camadas do adesivo Optibond FL (Kerr, Scafati, Itália), sem fotopolimerizar (Figura 27). Os dezasseis blocos de resina composta foram sujeitos a tratamento de superfície com jateamento com partículas de óxido de alumínio modificadas por sílica de 30 µm, durante 5 segundos, com pressão de 30 Psi ou 2 bar, a uma distância de 10mm aplicada perpendicularmente à superfície, seguido de condicionamento com ácido ortofosfórico a 37,5% (37,5% Phosphoric Acid, Kerr), lavagem abundante e secagem da superfície com jato de ar. Foram colocados num banho de ultrassons com água destilada durante 4 minutos, seguido da aplicação de um dos agentes de silano e de duas camadas do adesivo Optibond FL (Kerr), sem fotopolimerizar.



Figura 24. Condicionamento com ácido hidrofúorídrico a 4,8% na IPS e.max CAD.

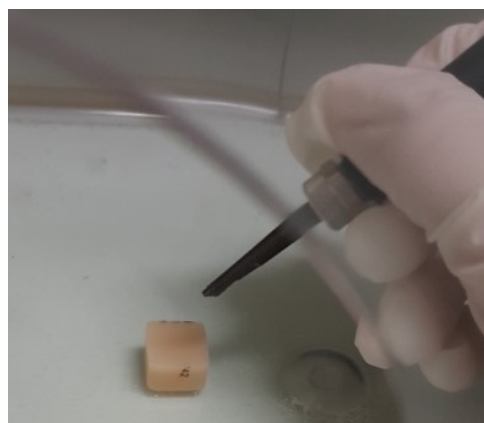


Figura 25. Jateamento da Lava Ultimate.

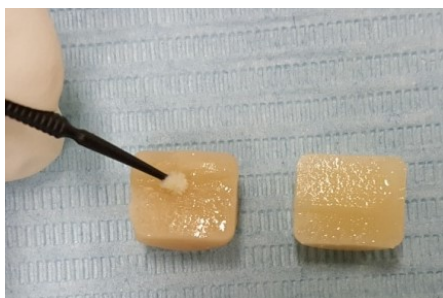


Figura 26. Aplicação do agente de silano.

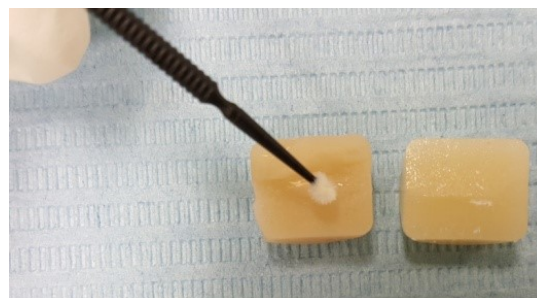


Figura 27. Aplicação do adesivo Optibond FL.

Tabela 2. Grupos experimentais e respetivos protocolos de aplicação.

GRUPO	Protocolo
BS	Misturou-se uma gota da parte A e uma gota da parte B, aplicou-se 1 camada fina e secou-se com seringa de ar durante 5s
RX	Aplicou-se 1 camada fina na superfície, deixou-se atuar 5s e secou-se com seringa de ar durante 5s
MP	Aplicou-se 1 camada fina na superfície, deixou-se atuar 60s e secou-se com seringa de ar durante 5s
MEP	Aplicou-se 1 camada fina durante 20s, deixou-se atuar 40s, lavou-se abundantemente e secou-se com seringa de ar durante 10s

5.3.Cimentação dos blocos

A resina composta Filtek Z100 A3 (3M ESPE) foi pré-aquecida no forno Ena Heat (Micerium, Avegno, Italy) a 55°C (Figura 28) e aplicada com uma espátula angulada na superfície dos dezasseis blocos de cerâmica, permitindo a cimentação aos blocos de IPS e.max CAD e Lava Ultimate (Figura 29). Foi aplicado um peso de 5kg, durante 20 segundos para calibrar a espessura da resina de cimentação.

**Figura 28.** Pré-aquecimento da resina no forna a 55°C.

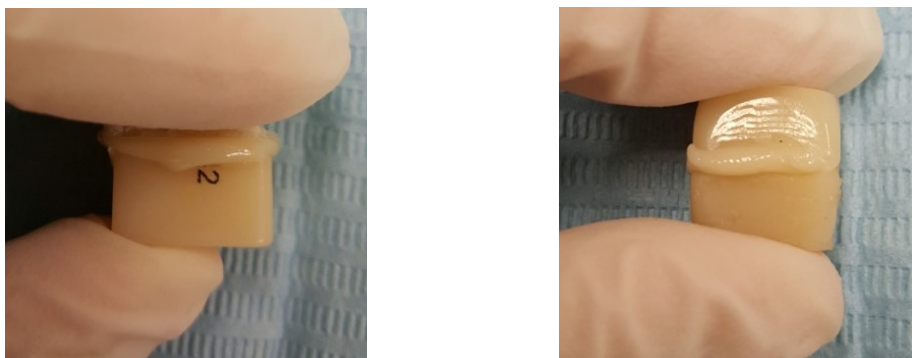


Figura 29. Posicionamento dos blocos de Lava Ultimate (esquerda) e de IPS e.max CAD (direita) com resina pré-aquecida, antes da aplicação do peso de 5kg.

Após a adesão das duas peças, todas as faces foram fotopolimerizadas durante 40 segundos com um fotopolimerizador Optilux 501 (Kerr, Middleton, USA), com intensidade de 600 mW/cm² (Figura 30). O fotopolimerizador foi calibrado entre amostras com um radiômetro para garantir a manutenção de uma intensidade da luz fotopolimerizadora de 600 mW/cm². Aplicou-se glicerina nas margens e fotopolimerizou-se mais 20 segundos em cada face.



Figura 30. Fotopolimerizador Optilux 501.

5.4. Armazenamento e seccionamento das amostras

Metade das amostras foram colocadas em água destilada numa estufa a 37°C durante 24 horas, e a outra metade foi sujeita a um meio laboratorial de envelhecimento através de armazenamento em água destilada numa estufa a 37°C, durante 3 meses (Figura 31).



Figura 31. Armazenamento das amostras (direita) na estufa a 37°C (esquerda).

Concluídos estes períodos, as amostras foram retiradas da estufa e seccionadas em palitos com uma secção transversal de $1 \pm 0,2 \text{ mm}^2$ para posterior teste de resistência à microtração. As amostras de IPS e max CAD foram seccionadas no micrótomo manual de tecidos duros (Isomet 1000, Buehler Ltd, Lake Bluff, IL, USA), devido à elevada dureza do material (Figura 33). As amostras de Lava Ultimate foram seccionadas no micrótomo automático de tecidos duros (Accutom-50, Stuers A/S, Ballerup, Denmark) (Figura 32). As amostras de ambos os grupos foram seccionadas com lâmina de disco diamantado de baixa-rotação e irrigação com água destilada, com seccionamento na direção X e Y, perpendicular à superfície de adesão (Figuras 34 e 35).

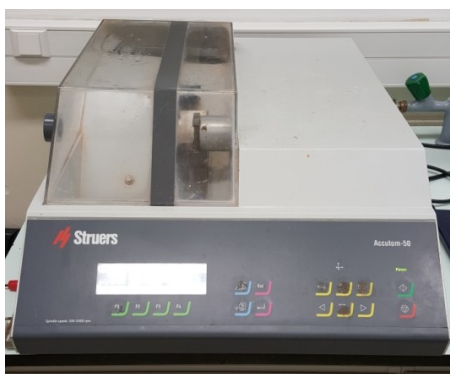


Figura 32. Micrótomo automático de tecidos duros Accutom-50.



Figura 33. Micrótomo manual de tecidos duros Isomet 1000.

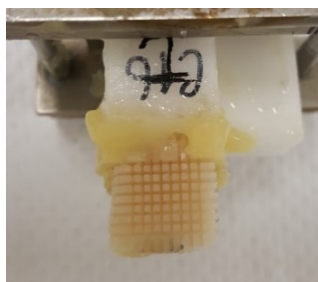


Figura 34. Corte de uma amostra de Lava Ultimate nos eixos X e Y.

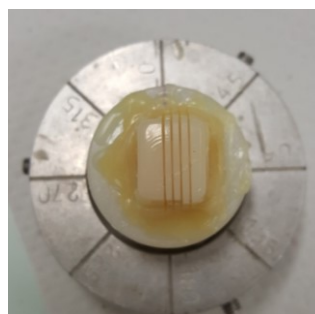


Figura 35. Corte de uma amostra de IPS e.max CAD no eixo X.



Figura 36. Palitos resultantes do corte de uma amostra de Lava Ultimate.



Figura 37. Palitos resultantes do corte de uma amostra de IPS e.max CAD.

5.5. Teste da resistência adesiva à microtração

Os palitos foram medidos com uma craveira digital (Storm Digital Caliper CDC/N 0-150mm, Pontoglio, BS, Italy) com uma sensibilidade de 0,02mm (Figura 38), para obter a exata área da superfície de adesão, e permitir o cálculo das forças da microtração em MPa.

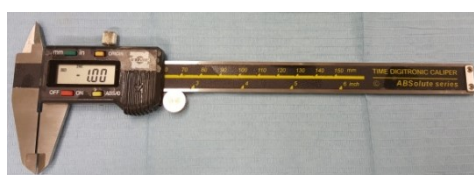


Figura 38. Craveira digital.

O teste da resistência à microtração foi realizado na máquina de testes universal (Shimadzu Autograph AG-IS, Tokyo, Japan) (Figura 39).

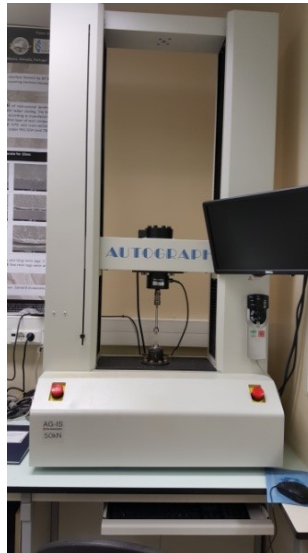


Figura 39. Máquina de testes universal.

Cada palito foi fixado com cianoacrilato (Zapit, Dental Ventures of America, Corona, CA, USA) no *jig* de aço inoxidável de Geraldi. A máquina de testes universal foi programada de forma a ser aplicada uma carga de tensão de 1mm/min nos palitos, até ocorrer fratura (Figura 40).



Figura 40. *Jigs* de Geraldi com os palitos fixados (esquerda) e *jigs* montados na máquina de testes universal (direita).

5.6. Classificação do modo de falha

As falhas resultantes do teste da microtração foram analisadas na lupa estereoscópica DFC 290 HD (Leica Microsystems Inc, Buffalo Grove, EUA) com uma ampliação de 20x, para caracterização das falhas em adesiva (falha na interface cerâmica-cimento ou resina-cimento) (Figura 41a), coesiva (falha na cerâmica ou na resina) (Figura 41b), ou mista (falha adesiva e coesiva) (Figura 41c).

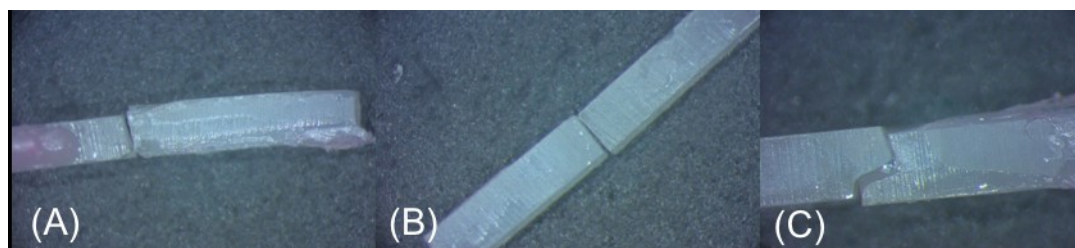


Figura 41. Modo de falha (A) adesiva, (B) coesiva e (C) mista.

5.7. Análise Estatística

A análise estatística envolveu medidas de estatística descritiva (frequências absolutas e relativas, médias e respectivos desvios-padrão) e estatística inferencial. O nível de significância para aceitar ou rejeitar as hipóteses nulas foi fixado em $p \leq 0,05$.

Utilizou-se os testes *t* de Student quando se compararam 2 parâmetros em variáveis dependentes quantitativas, e o teste One-Way ANOVA quando se compararam mais de 3 parâmetros em variáveis dependentes quantitativas. Os pressupostos destes testes, nomeadamente o pressuposto de normalidade de distribuição e o pressuposto de homogeneidade de variâncias, foram analisados com os testes de Kolmogorov-Smirnov e teste de Levene.

Nos casos em que estes pressupostos não se encontravam satisfeitos, foram substituídos pelos testes não-paramétricos alternativos, designadamente o teste de Mann-Whitney ou o teste de Kruskal-Wallis. Quando a homogeneidade de variâncias não se encontrava satisfeita, usou-se o teste *t* de Student e a One-Way ANOVA com a correção de Welch. Para analisar a relação entre os tipos de falha, usou-se o teste de independência do Qui-quadrado. Foi analisado o pressuposto do Qui-quadrado de que não deve haver mais do que 20,0% das células com frequências esperadas inferiores a 5. Quando este pressuposto não se encontrava satisfeito, usou-se o teste do Qui-quadrado por simulação de Monte-Carlo. As diferenças foram analisadas com o apoio dos resíduos estandardizados.

A análise estatística foi efetuada com o SPSS (Statistical Package for Social Sciences) versão 22.0 para Windows.

V. RESULTADOS

As médias e respectivos desvios-padrões dos valores de resistência adesiva à microtração estão representados na Tabela 3. A análise estatística demonstrou que a resistência adesiva à microtração foi significativamente influenciada pelo tipo de substrato, agente de silano utilizado e período de armazenamento.

Tabela 3. Valores da resistência adesiva à microtração após 24 horas e após 3 meses de armazenamento, em ambos os substratos (média \pm desvio-padrão, em MPa).

Grupo	IPS e.max CAD		Lava Ultimate	
	Após 24h de armazenamento (MPa)	Após 3m de armazenamento (MPa)	Após 24h de armazenamento (MPa)	Após 3m de armazenamento (MPa)
BS	36.26 \pm 12.43	21.07 \pm 3.36***	30.78 \pm 11.18	Falha do bloco pré-teste
RX	32.20 \pm 9.59	27.66 \pm 6.27	31.08 \pm 13.95	21.80 \pm 9.37
MP	29.66 \pm 3.59	28.72 \pm 5.05	39.17 \pm 3.93***	34.17 \pm 14.53**
MEP	40.92 \pm 3.27***	37.86 \pm 4.17***	29.04 \pm 12.34	27.15 \pm 3.37

* $p \leq 0,05$ ** $p \leq 0,01$ *** $p \leq 0,001$

O teste One-way ANOVA e o teste de comparação múltipla *a posteriori* de Tukey identificaram diferenças estatisticamente significativas nos resultados de resistência adesiva após 24 horas e após 3 meses de armazenamento, em ambos os substratos. Nas amostras de IPS e.max CAD após 24 horas de armazenamento, o grupo MEP apresentou valores significativamente mais elevados de resistência adesiva do que o grupo MP ($p \leq 0,001$) (Figura 42). Após 3 meses de armazenamento, as diferenças foram todas estatisticamente significativas com exceção da diferença entre os grupos RX e MP

(Figura 43). O grupo MEP apresentou valores de resistência adesiva significativamente mais elevados e o grupo BS valores de resistência adesiva significativamente mais baixos ($p \leq 0,001$).

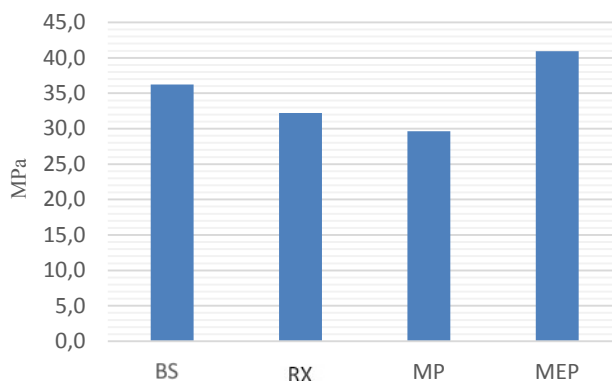


Figura 42. Resistência adesiva à microtração após 24 horas de armazenamento, na IPS e.max CAD.

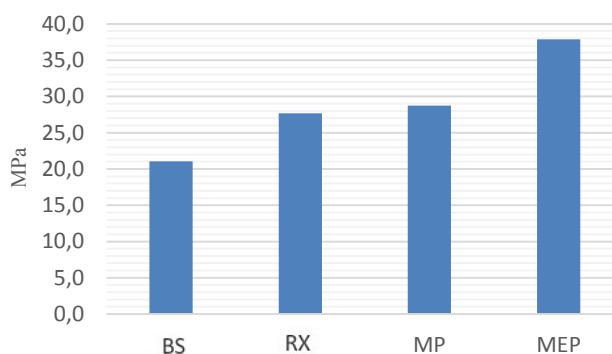


Figura 43. Resistência adesiva à microtração após 3 meses de armazenamento, na IPS e.max CAD.

Por outro lado, nas amostras de Lava Ultimate após 24 horas de armazenamento, o grupo MP apresentou valores de resistência adesiva significativamente mais elevados comparativamente com o grupo MEP ($p \leq 0,001$) (Figura 44). Após 3 meses de armazenamento, foram encontradas diferenças significativas entre o grupo MP e os restantes, sendo que o MP apresentou valores de resistência adesiva significativamente mais elevados ($p \leq 0,01$) (Figura 45). No grupo BS não foi possível efetuar o teste de resistência adesiva à microtração após 3 meses de armazenamento, porque o bloco sofreu falha adesiva espontânea durante o período de armazenamento.

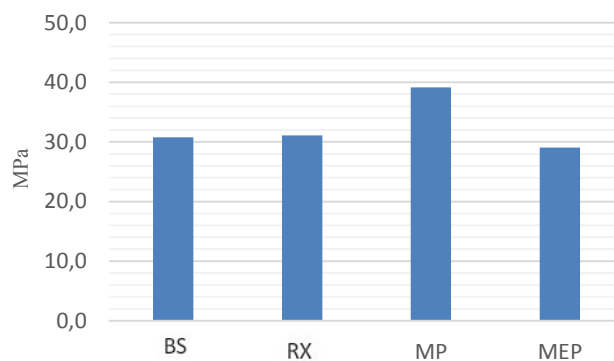


Figura 44. Resistência adesiva à microtração após 24 horas de armazenamento, na Lava Ultimate.

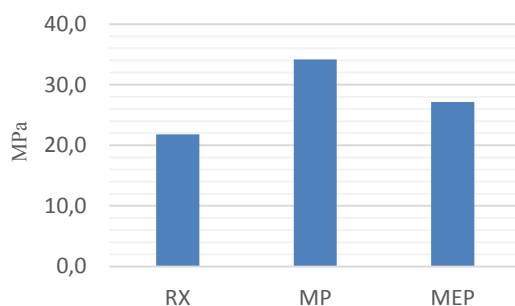


Figura 45. Resistência adesiva à microtração após 3 meses de armazenamento, na Lava Ultimate.

O teste *t* de Student demonstrou diferenças estatisticamente significativas nos resultados de resistência adesiva após 24 horas (Figura 46) e 3 meses de armazenamento (Figura 47), dependentes do tipo de substrato. Para o grupo MP após 24 horas de armazenamento, o valor de resistência adesiva foi significativamente mais elevado na Lava Ultimate ($p \leq 0,001$). Por outro lado, o grupo MEP apresentou valores de resistência adesiva significativamente mais elevados na IPS e.max CAD, após 24 horas e 3 meses de armazenamento ($p \leq 0,001$).

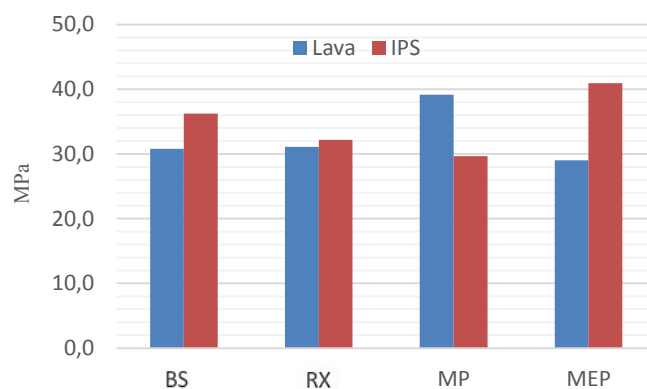


Figura 46. Comparação da resistência adesiva após 24 horas de armazenamento, nos dois substratos.

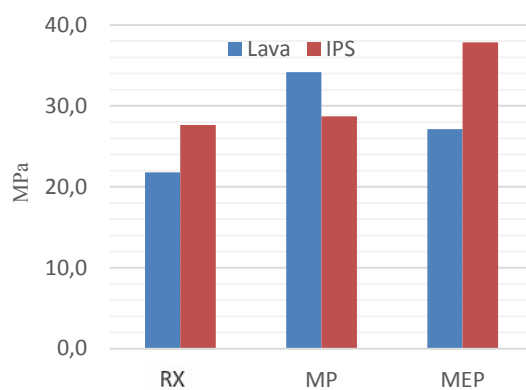


Figura 47. Comparação da resistência adesiva após 3 meses de armazenamento, nos dois substratos.

Neste mesmo teste foram, ainda, encontradas diferenças estatisticamente significativas nos valores de resistência adesiva à microtração entre os dois períodos de armazenamento (Figuras 48 e 49). Nos grupos BS e RX, o valor de resistência adesiva foi significativamente mais elevado no período de armazenamento de 24 horas ($p \leq 0,001$ e $p \leq 0,01$, respectivamente).

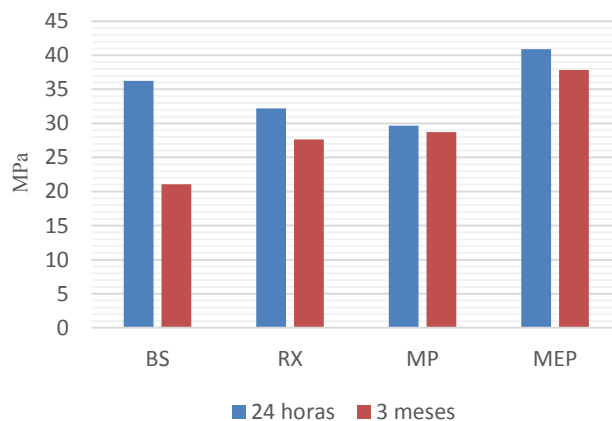


Figura 48. Comparação da resistência adesiva após 24 horas e após 3 meses de armazenamento, na IPS e.max CAD.

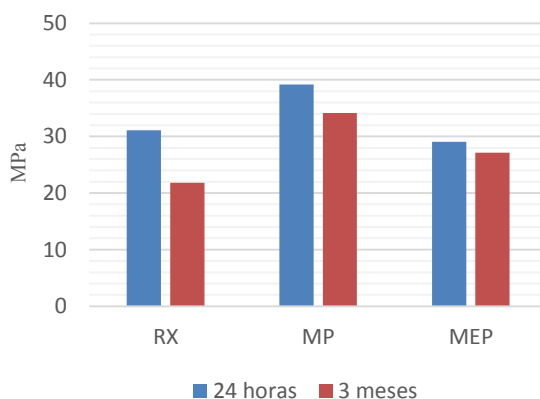


Figura 49. Comparação da resistência adesiva após 24 horas e após 3 meses de armazenamento, na Lava Ultimate.

A distribuição do modo de falha está resumida nas Figuras 50 e 51 para a IPS e.max CAD e Lava Ultimate, respetivamente. O teste do Qui-Quadrado identificou diferenças estatisticamente significativas na distribuição do modo de falha. Nas amostras de IPS e.max CAD, houve uma proporção significativamente mais elevada de falhas do tipo coesiva após 24 horas de armazenamento, e de falhas do tipo adesiva após 3 meses de armazenamento ($p \leq 0,01$), para todos os grupos exceto o MEP. Este grupo apresentou uma proporção significativamente mais baixa de falhas do tipo adesiva, após 3 meses de armazenamento ($p \leq 0,01$). Nas amostras de Lava Ultimate, houve uma proporção significativamente mais elevada de falhas do tipo coesiva em ambos os períodos de armazenamento ($p \leq 0,01$), para todos os grupos exceto o MP. Este grupo apresentou uma proporção significativamente mais baixa de falhas do tipo mista ($p \leq 0,01$).

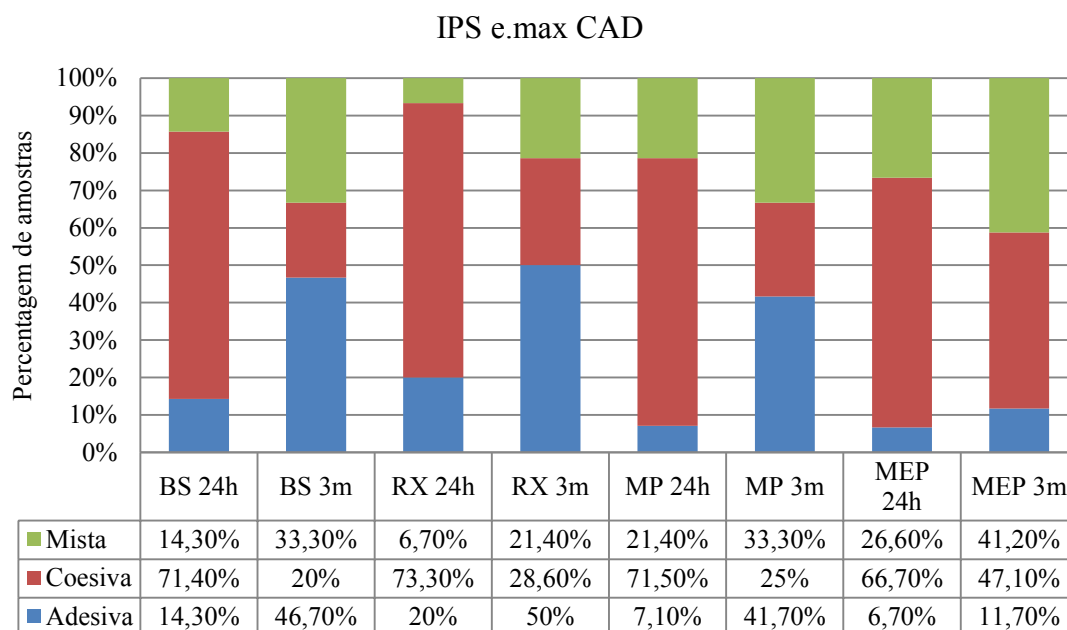


Figura 50. Distribuição do modo de falha na IPS e.max CAD.

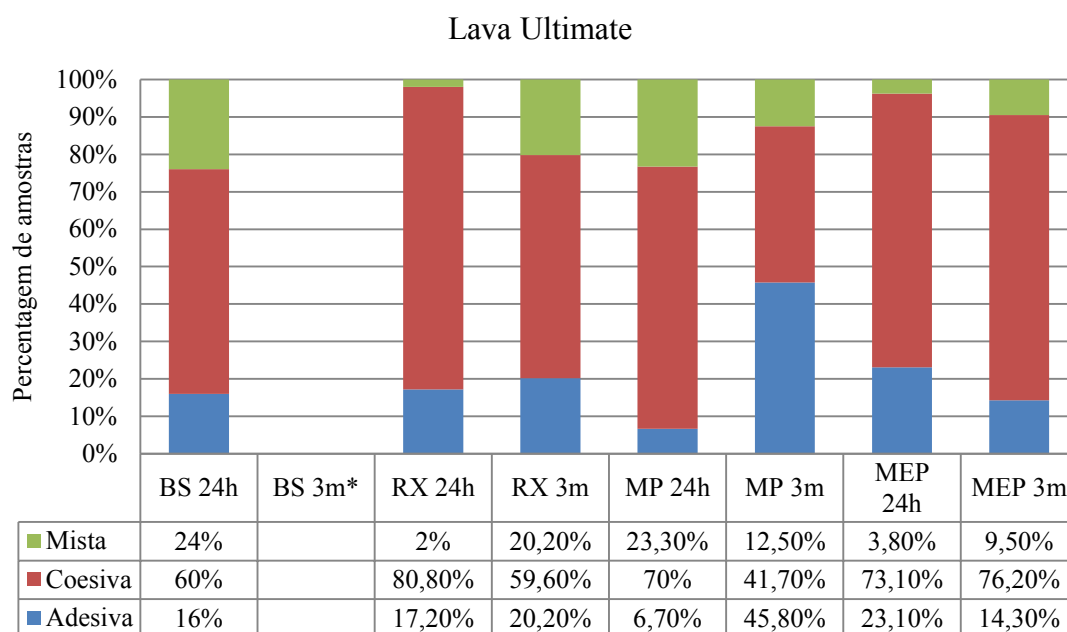


Figura 51. Distribuição do modo de falha na Lava Ultimate (*nota: o bloco correspondente a este grupo sofreu falha adesiva espontânea pré-teste).

VI. DISCUSSÃO

O sucesso da adesão entre a cerâmica e a resina composta depende de muitos fatores, entre os quais a durabilidade e estabilidade da interface adesiva (Baratto et al., 2015). A qualidade desta interface está diretamente relacionada com os tratamentos de superfície interna aplicados ao substrato (Guarda et al., 2013). De forma a obter forças adesivas clinicamente fiáveis, é essencial a promoção de mecanismos de retenção micromecânica e química entre os materiais cerâmicos e as resinas compostas (Colares et al., 2013).

Vários estudos reportaram o efeito positivo do condicionamento com ácido hidrofúorídrico na superfície da cerâmica dissilicato de lítio, seguido da aplicação do agente de silano (Duzyol et al., 2015; Huang et al., 2013; Lise et al., 2015; Sattabanasuk et al., 2016). A aplicação do ácido cria uma topografia superficial em forma de favo de mel, através da dissolução da matriz vítrea, que potencia uma retenção micromecânica entre a cerâmica e a resina (Makishi et al., 2016). Existem vários protocolos quanto à concentração e tempo de aplicação do ácido. Neste estudo, a IPS e.max CAD foi condicionada com ácido hidrofúorídrico a 4,8%, durante 20 segundos. Além de ser o protocolo recomendado pelo fabricante, foi comprovado por outros autores que concentrações e tempos de aplicação mais elevados, podem aumentar o risco de *overetching* e diminuir a resistência à flexão da cerâmica (Duzyol et al., 2015; Kalavacharla et al., 2015; Lise et al., 2015; Zogheib et al., 2011).

Para o pré-tratamento da resina nanocerâmica e da resina composta, optou-se pelo jateamento da superfície. O jateamento com partículas de óxido de alumínio permite a criação de microretenções na superfície do substrato, aumentando a área de superfície para posterior interação com o agente de silano. Para a resina nanocerâmica Lava Ultimate, alguns autores, bem como o fabricante, recomendam o jateamento com partículas de diâmetro $\leq 50\mu\text{m}$ devido ao risco de destruição excessiva das partículas de carga inorgânica, quando aplicadas partículas de dimensões elevadas (Yavuz, Dilber, Kara, Tuncdemir, & Ozturk, 2013). Park & Choi (2016), compararam diferentes tratamentos de superfície na Lava Ultimate e concluíram que o que produzia maior resistência adesiva era o jateamento, e não encontraram diferenças significativas entre o jateamento convencional e o jateamento com partículas modificadas por sílica. Neste estudo, optou-se pelo jateamento com partículas de óxido de alumínio modificadas por

sílica com um diâmetro de 30 μ m, por ser um tratamento que ativa a superfície, tornando-a mais receptiva ao tratamento químico com o agente de silano.

A retenção química é conseguida com o agente de silano através dos seus grupos terminais silanol e organofuncional que se unem à sílica e aos monómeros de resina, respetivamente (Kim et al., 2015). Vários autores demonstraram o aumento significativo das forças adesivas quando um agente de silano é aplicado após o tratamento de superfície mecânico, provando que este é um passo indispensável na obtenção de forças adesivas duradouras (Kalavacharla et al., 2015; Lise et al., 2015; Sattabanasuk et al., 2016; Soares et al., 2004). Estão disponíveis no mercado diversos agentes de silano, variáveis quanto à composição química, modo de apresentação e indicações clínicas. Estes agentes podem ser categorizados em silanos não-hidrolisados (sistemas de dois frascos), pré-hidrolisados (sistemas de um frasco), sistemas universais e, mais recentemente, foi introduzido no mercado um agente de silano autocondicionante. Neste estudo, foi avaliada a influência do tempo de armazenamento na adesão de quatro agentes de silano aplicados na IPS e.max CAD e na Lava Ultimate.

Para testar a resistência adesiva foi usado o teste da microtração. Comparativamente com outros testes, o da microtração fornece uma distribuição mais uniforme do *stress*, aplicado diretamente à interface adesiva (Huang et al., 2013). Por outro lado, o corte dos palitos com uma secção transversal de $1\pm 0,2\text{mm}^2$ é um procedimento que pode fragilizar a interface adesiva e subvalorizar os resultados. No entanto, é importante realçar que nenhum teste *in vitro* consegue representar na totalidade as condições da cavidade oral e que, em ambiente clínico, existe uma combinação de forças de tração e cisalhamento que atuam em simultâneo na interface de adesão.

Os resultados do teste da microtração revelaram diferenças significativas na resistência adesiva dos diferentes agentes de silano, após 24 horas e após 3 meses de armazenamento. A primeira e segunda hipótese nulas foram, consequentemente, rejeitadas.

Na cerâmica IPS e.max CAD, o grupo MEP apresentou os valores mais elevados de resistência adesiva à microtração. Os resultados revelaram, ainda, que este grupo obteve valores significativamente mais elevados na IPS e.max CAD, comparativamente com a Lava Ultimate. A terceira hipótese nula foi, consequentemente, rejeitada. Segundo o

fabricante, o MEP contém na sua composição polifluoreto de amônio e metacrilato de silano, o que permite juntar o condicionamento ácido e a silanização num passo único. O condicionamento com ácido hidrófluorídrico seguido da silanização, é considerado o estado da arte para o tratamento de superfície interna de restaurações adesivas em cerâmicas vítreas (Sattabanasuk et al., 2016). Porém, o ácido hidrófluorídrico é conhecido pelo seu potencial tóxico e nocivo para a saúde (Huang et al., 2013; Yavuz et al., 2013). Quando em contato com os tecidos cutâneos e mucosos, pode causar queimaduras de segundo e terceiro grau e, uma vez dissolvido para os tecidos profundos, interfere com o metabolismo do cálcio e magnésio, resultando em quadros de hipocalcemia e necrose (Kukiattrakoon & Thammasitboon, 2012; Özcan, Allahbeickaraghi, & Dündar, 2012). Apesar de demonstrada a sua eficácia na cimentação adesiva e reparação intraoral de restaurações em vitrocerâmica, este ácido deve ser manuseado com prudência e alguns autores recomendam métodos alternativos, como a aplicação de fluorofosfato acidulado a 1,23% (Sattabanasuk et al., 2016; Tian et al., 2014). O MEP é um *primer* introduzido recentemente no mercado, e ainda não existem estudos publicados sobre este agente de silano, exceto os conduzidos pelo próprio fabricante. O MEP foi o único grupo onde não se efetuou condicionamento com ácido hidrófluorídrico na IPS e.max CAD, o que permitiu avaliar o seu potencial autocondicionante. Os resultados obtidos demonstraram valores de resistência adesiva superiores aos apresentados pelos grupos condicionados com ácido hidrófluorídrico e posteriormente silanizados. Estes resultados estão em concordância com os estudos conduzidos pelo fabricante (Ivoclar Vivadent, 2015). O polifluoreto de amônio apresenta baixo potencial tóxico e, de acordo com o fabricante, as imagens obtidas por MEV demonstraram que o MEP produz um padrão de desmineralização menos pronunciado que o condicionamento convencional, com menor probabilidade de ocorrência de *overetching*. Desta forma, o clínico poderá beneficiar da simplicidade da técnica de um passo, reduzindo o tempo de trabalho. O MEP poderá ser um bom substituto do ácido hidrófluorídrico para procedimentos com risco acrescido de exposição, como reparações intraorais. Por outro lado, o MEP apresentou valores mais baixos quando aplicado na Lava Ultimate. Park & Choi (2016), compararam diferentes tratamentos de superfície na Lava Ultimate e demonstraram uma diminuição das forças adesivas aquando da aplicação de ácido hidrófluorídrico. A Lava Ultimate é um material híbrido constituído por nanómeros e *nanoclusters* de sílica e zircónia, envolvidos por um agente de união silano, responsável pela ligação à matriz polimérica

de UDMA (Güngör, Nemli, Bal, Ünver, & Dogan, 2016; Wahsh & Ghallab, 2015). Ataís et al. (2010), sugerem que o condicionamento ácido com fluoretos pode criar espaços entre as partículas de carga e levar à penetração de água que, por sua vez, interfere com a estabilidade do agente de união e acelera a degradação hidrolítica da interface adesiva. Por outro lado, o polifluoreto de amônio poderá ter dissolvido as partículas de sílica incorporadas na superfície após o jateamento, diminuindo a disponibilidade da superfície para interagir com o agente de silano. Apesar de inferiores aos da IPS e.max CAD, o grupo MEP apresentou valores de resistência adesiva comparáveis aos dos grupos BS e RX. Como consequência do impacto das partículas de óxido de alumínio na superfície da resina nanocerâmica, era expectável a criação de microrugosidades que permitissem a infiltração dos monómeros de silano e da resina fluída, resultando em forças adesivas clinicamente aceitáveis.

Na resina nanocerâmica Lava Ultimate, o grupo MP apresentou os valores mais elevados de resistência adesiva à microtração. Os resultados revelaram, ainda, que este grupo obteve valores significativamente mais elevados na Lava Ultimate, comparativamente com a IPS e.max CAD. O MP é classificado como um *primer* universal e reúne diferentes agentes de união na mesma solução. De acordo com o fabricante, além do metacrilato de silano (MPS) responsável pela ligação aos substratos ricos em sílica, o MP inclui um metacrilato de ácido fosfórico (10-MDP) e um metacrilato de sulfido, que lhe permite interagir com diversos substratos: vitrocerâmicas, cerâmicas ricas em óxidos, metais preciosos, resinas e resinas reforçadas por fibras. O 10-MDP é um monómero adesivo bifuncional, com um terminal de fosfato hidrofílico que se une aos óxidos através de ligações químicas Zr-O-P, e um terminal de metacrilato hidrofóbico que copolimeriza com os monómeros da resina (Kim et al., 2015; Park & Choi, 2016; Zakir et al., 2016). A Lava Ultimate é composta por nanómeros de zircónia, o que justifica os resultados elevados de resistência adesiva do MP. Estes resultados corroboram os de Park & Choi (2016), onde é reportado um aumento significativo das forças adesivas na Lava Ultimate, quando aplicado um agente de silano com 10-MDP, comparativamente a um *primer* baseado exclusivamente em metacrilato de silano. Por outro lado, o MP obteve valores significativamente mais baixos na IPS e.max CAD, comparativamente à Lava Ultimate. A IPS e.max CAD está inserida na categoria das vitrocerâmicas, sendo constituída por uma matriz vítrea reforçada por uma segunda fase cristalina de dissilicato de lítio

(Kalavacharla et al., 2015). A retenção química depende da interação dos grupos silanol do agente de silano com os grupos hidroxilo da sílica presente na matriz vítrea, não havendo qualquer benefício da interação com o 10-MDP. Makishi et al. (2016), demonstraram que os valores de resistência adesiva de um *primer* universal foram significativamente menores no dissilicato de lítio, comparativamente a uma resina composta para restaurações indiretas. Sattabanasuk et al. (2016), reportaram um aumento da hidrofobicidade da superfície de uma vitrocerâmica após a aplicação de um agente de silano convencional *versus* a aplicação de um *primer* universal. Estes estudos são corroborados pelos resultados obtidos. Os valores de resistência adesiva sugerem que o agente de silano presente no MP poderá ser instável quando combinado com 10-MDP na mesma solução. O 10-MDP cria um meio ácido que pode levar à hidrólise precoce dos grupos silanol do agente de silano (Kim et al., 2015; Makishi et al., 2016). Por outro lado, a diferença significativa da resistência adesiva deste grupo comparativamente com o MEP, na IPS e.max CAD, também poderá ser justificada por uma quantidade insuficiente de agente de silano adicionado ao *primer* universal (Kim et al., 2015; Makishi et al., 2016; Sattabanasuk et al., 2016). Apesar de comprovada a sua eficácia em substratos pobres em sílica, a utilização de um *primer* universal no dissilicato de lítio, não oferece vantagens face aos agentes de silano sem MDP.

Foram ainda estudados um agente de silano não-hidrolisado (BS) e um pré-hidrolisado (RX). Os agentes de silano pré-hidrolisados reúnem o MPS, ácido e solvente num único frasco (Hooshmand, van Noort, & Keshvad, 2004). Os agentes de silano não-hidrolisados são compostos por dois frascos, dos quais um contém o MPS, e outro contém o ácido e o solvente. O ácido tem a função de hidrolisar os grupos éster a silanol, e o solvente garante a manutenção da solubilidade da solução (Hooshmand et al., 2004). Nas soluções não-hidrolisadas, é necessário misturar as duas soluções para ativar o agente de silano, antes da aplicação do mesmo na superfície do substrato (Zakir et al., 2016). O agente de silano deve ser aplicado imediatamente após a mistura, para permitir uma solução reativa fresca (de Rosatto, Roscoe, Novais, de Sousa Menezes, & Soares, 2014; Eliasson, Tibballs, & Dahl, 2014). Vários autores reportaram que os agentes não-hidrolisados têm um prazo de validade superior aos pré-hidrolisados (de Rosatto et al., 2014; Hooshmand et al., 2004; Wahsh & Ghallab, 2015). Segundo Hooshmand et al. (2004), nos agentes de silano hidrolisados, os grupos silanol começam a condensar e a formar dímeros, oligómeros e polímeros de alto peso molecular,

comprometendo o prazo de validade. Por outro lado, estas soluções têm um grau de hidrólise mais elevado, o que potencia a sua ação (Hooshmand et al., 2004). Ambas as categorias têm as suas vantagens e desvantagens e existe controvérsia quanto à eficácia dos dois tipos de agentes. de Rosatto et al. (2014), reportaram valores de resistência adesiva superiores para as soluções pré-hidrolisadas. Por outro lado, Hooshmand et al. (2004) e Zakir et al. (2016), reportaram a ausência de diferenças significativas entre as duas categorias, até 1 ano de armazenamento. Estes autores concluíram que a resistência adesiva dependia maioritariamente da utilização de uma técnica de aplicação que promova a eliminação completa dos grupos silanol livres. Estes estudos estão em concordância com os resultados obtidos, uma vez que não foram identificadas diferenças significativas nos grupos BS e RX. Apenas nos valores correspondentes à resistência adesiva após 3 meses de armazenamento, o BS apresentou valores significativamente mais baixos.

Os resultados demonstraram uma diminuição dos valores de resistência adesiva à microtração após 3 meses de armazenamento em todos os grupos, mas apenas significativa nos grupos BS e RX. A quarta hipótese nula foi, conseqüentemente, rejeitada. Segundo Eliasson et al. (2014) e Kamel, Elsayed, Abdalla, & Darrag (2014), o armazenamento em água destilada é o meio de envelhecimento artificial mais utilizado. Optou-se por um período de armazenamento de 3 meses num meio de água destilada a 37°C, uma vez que este é um método válido e comprovado, que mimetiza as condições de instabilidade hidrolítica do meio oral e permite qualificar a capacidade do material para suportar essas condições (Al-Harbi et al., 2015; Kamel et al., 2014; Tian et al., 2014). O processo responsável pela diminuição das forças adesivas é a degradação hidrolítica da interface adesiva (Tian et al., 2014). A água apresenta baixo peso molecular, conseguindo penetrar espaços até dimensões nanométricas entre cadeias moleculares e, ainda, agrupar-se com grupos funcionais capazes de se ligarem através de pontes de hidrogénio (Attia & Kern, 2011). Este poderá ter sido o fenómeno responsável pela diminuição da resistência adesiva após 3 meses de armazenamento, para todos os grupos estudados. Como referido anteriormente, a eficácia do agente de silano depende do grau de hidrólise e, quanto maior o número de moléculas de silano não hidrolisadas, maior será a sua permeabilidade, permitindo a infiltração da água que resulta na destabilização das ligações siloxano e degradação hidrolítica da interface adesiva (Guarda et al., 2013; Wahsh & Ghallab, 2015). O efeito negativo e cumulativo

destes fenômenos, pode justificar a diminuição estatisticamente significativa da resistência adesiva após envelhecimento artificial, para os grupos BS e RX. No entanto, o grupo BS apresentou uma diminuição dos valores mais acentuada do que o RX. Por ser um silano não-hidrolisado, o BS poderá não ter atuado tempo suficiente na superfície para ocorrer um grau de hidrólise significativo, que permitisse a manutenção de uma adesão estável a longo-prazo.

A determinação do modo de falha permite uma compreensão mais abrangente dos mecanismos envolvidos na resistência adesiva à microtração, assim como a determinação do elemento mais fraco do complexo cerâmica/resina nanocerâmica-silano-resina composta. A observação na lupa estereoscópica identificou uma prevalência de falhas do tipo coesiva em ambos os substratos, após 24 horas de armazenamento. Hooshmand et al. (2002), sugerem que uma prevalência elevada de falhas coesivas indica que a resistência da interface adesiva excede o limiar de *stress* da resina composta. A aplicação de pré-tratamentos promoveram mecanismos de retenção mecânica, complementados pela retenção química fornecida pelo agente de silano e resina adesiva, pelo que era expectável a obtenção de forças adesivas elevadas. Por outro lado, houve uma prevalência de falhas do tipo adesiva na IPS e.max CAD, após 3 meses de armazenamento. De acordo com Makishi et al. (2016), uma predominância de falhas do tipo adesiva sugere que a interface adesiva é o elo mais fraco. Estes resultados corroboram a premissa de que o armazenamento em água destilada a longo-prazo afeta a integridade e qualidade da interface adesiva (Oba et al., 2014; Passia et al., 2015). Apenas o grupo MEP apresentou uma predominância de falhas do tipo coesiva (47,1%) e mista (41,2%) na IPS e.max CAD, após 3 meses de armazenamento. Uma predominância de falhas coesivas/mistas face a uma predominância de falhas adesivas, enfatizam a qualidade do complexo adesivo (Sattabanasuk et al., 2016). Ademais, corrobora os resultados obtidos de resistência adesiva à microtração. Na Lava Ultimate, após 3 meses de armazenamento, houve uma predominância de falhas do tipo coesiva. Quando ocorre uma predominância de falha coesiva na resina composta, normalmente é devido a defeitos na estrutura da própria resina (Hooshmand et al., 2002). A resina Filtek Z100 é uma resina microhíbrida, com indicação do fabricante para restaurações diretas e indiretas em dentes posteriores e anteriores. Neste estudo, foram construídos blocos de dimensões elevadas, principalmente os blocos correspondentes da Lava Ultimate. A integridade da resina Filtek Z100 poderá ter ficado comprometida pois,

apesar de ser um material com bom *outcome* clínico, não foi fabricada com esta finalidade (Malta, Magne, & Monteiro-Junior, 2014). Por outro lado, os blocos de resina composta foram construídos manualmente com a técnica incremental. Esta técnica é sensível e, num bloco de dimensões elevadas, poderá ter falhado algum incremento ou ocorrido a incorporação de poros, resultando na polimerização incompleta de algumas camadas. Todos estes fenómenos poderão ter contribuído para a elevada predominância de falhas coesivas. A ausência de falhas coesivas na cerâmica e resina nanocerâmica, pode ser explicada pelo elevado limiar de *stress* para que ocorra fratura destes materiais.

VII. CONCLUSÃO

Dentro das limitações deste estudo, podemos retirar as seguintes conclusões: a resistência adesiva foi significativamente influenciada pelo agente de silano utilizado, pelo tipo de substrato e pelo envelhecimento artificial.

Na IPS e.max CAD, o MEP apresentou os resultados mais elevados de resistência adesiva, demonstrando que pode ser uma ótima alternativa ao condicionamento com ácido hidrofúorídrico no dissilicato de lítio para procedimentos de risco acrescido de exposição, como reparações intraorais de restaurações cerâmicas.

Na Lava Ultimate, o MP apresentou os resultados mais elevados de resistência adesiva. No entanto, como *primer* universal, a sua aplicação no dissilicato de lítio não oferece benefícios comparativamente com os agentes de silano sem MDP.

Os agentes de silano BS e RX não apresentaram diferenças significativas na entre si, quanto à resistência adesiva imediata, podendo concluir-se que a formulação da solução (pré-hidrolisada ou não-hidrolisada) não influencia a resistência adesiva à microtração imediata no dissilicato de lítio e na resina nanocerâmica.

O envelhecimento artificial diminuiu significativamente a resistência adesiva dos agentes de silano BS e RX, comparativamente com os outros grupos. Os agentes de silano MEP e MP apresentam maior estabilidade hidrolítica e capacidade de manutenção de forças adesivas a longo-prazo.

São necessárias mais investigações para compreender qual o melhor tratamento de superfície interna para estes materiais. Neste estudo, apenas foi avaliada a resistência adesiva à microtração. Para uma compreensão mais abrangente da resistência da interface adesiva, seriam úteis estudos que avaliassem o comportamento dos agentes de silano sujeitos a ciclos de cargas mastigatórias e variações térmicas.

Em estudos futuros, seria interessante aderir os materiais restauradores a dentina, de forma a eliminar a condicionante da construção manual dos blocos de resina composta, e variar o tipo de cimento resinoso com estes agentes de silano.

Por outro lado, o MEP é um agente de silano recente no mercado e seria útil o estudo da sua aplicação noutros materiais que tenham indicação do fabricante para condicionamento com ácido hidrofúorídrico, como o VITA Enamic.

VIII. BIBLIOGRAFIA

- Al-Harbi, F. A., Ayad, N. M., ArRejaie, A. S., Bahgat, H. A., & Baba, N. Z. (2015). Effect of aging regimens on resin nanoceramic chairside CAD/CAM material. *Journal of Prosthodontics*, 1-7. doi.org/10.1111/jopr.12408
- Anusavice, K. J., Shen, C., & Rawls, H. R. (2013). *Phillips' science of dental materials* (12^a ed.). St. Louis, Missouri: Elsevier Saunders.
- Atai, M., Pahlavan, A., & Moin, N. (2012). Nano-porous thermally sintered nano silica as novel fillers for dental composites. *Dental Materials*, 28(2), 133–145. doi.org/10.1016/j.dental.2011.10.015
- Attia, A., & Kern, M. (2011). Long-term resin bonding to zirconia ceramic with a new universal primer. *Journal of Prosthetic Dentistry*, 106(5), 319–327. doi.org/10.1016/S0022-3913(11)60137-6
- Attia, A., Lehmann, F., & Kern, M. (2011). Influence of surface conditioning and cleaning methods on resin bonding to zirconia ceramic. *Dental Materials*, 27(3), 207–213. doi.org/10.1016/j.dental.2010.10.004
- Baratto, S. S. P., Spina, D. R. F., Gonzaga, C. C., da Cunha, L. F., Furuse, A. Y., Filho, F. B., & Correr, G. M. (2015). Silanated surface treatment: Effects on the bond strength to lithium disilicate glass-ceramic. *Brazilian Dental Journal*, 26(5), 474–477. doi.org/10.1590/0103-6440201300354
- 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
- Bottino, M. A., Quintas, A. F., Miyashita, E., & Giannini, V. (2002). *Estética em reabilitação oral: Metal free*. São Paulo, Brasil: Artes Médicas.
- Brentel, A. S., Ozcan, M., Valandro, L. F., Alarça, L. G., Amaral, R., & Bottino, M. A. (2007). Microtensile bond strength of a resin cement to feldspathic ceramic after different etching and silanization regimens in dry and aged conditions. *Dental Materials*, 23(11), 1323–1331. doi.org/10.1016/j.dental.2006.11.011

- Breschi, L., Ferracane, J. L., Cadenaro, M., Mazzoni, A., Hilton, T. J. (2013). Adhesion to enamel and dentin. In Hilton, T. J., Ferracane, J. L., & Broome, J. C. (Eds.), *Summitt's fundamentals of operative dentistry - A contemporary approach* (4^a ed.) (pp. 207-248). Hanover Park, Illinois: Quintessence Books.
- Canché-Escamilla, G., Duarte-Aranda, S., & Toledano, M. (2014). Synthesis and characterization of hybrid silica/PMMA nanoparticles and their use as filler in dental composites. *Materials Science and Engineering C*(42) 161–167. doi.org/10.1016/j.msec.2014.05.016
- Carvalho, R. L. D. A., de Faria, J. C. B., de Carvalho, R. F., Cruz, F. L. G., & Goyatá, F. D. R. (2012). Indicações, adaptação marginal e longevidade clínica de sistemas cerâmicos livres de metal: Uma revisão da literatura. *International Journal of Dentistry*, 11(1), 55–65.
- Colares, R. C. R., Neri, J. R., de Souza, A. M. B., Pontes, K. M. D. F., Mendonça, J. S., & Santiago, S. L. (2013). Effect of surface pretreatments on the microtensile bond strength of lithium-dissilicate ceramic repaired with composite resin. *Brazilian Dental Journal* 24(4), 349-352. doi.org/10.1590/0103-6440201301960
- D'Alpino, P. H. P., Svizero, N. D. R., Júnior, O. B., Valduga, C. J., Graeff, C. F. D. O., & Sauro, S. (2015). Effects of age condition on the distribution and integrity of inorganic fillers in dental resin composites. *Clinical Oral Investigations*. doi.org/10.1007/s00784-015-1599-9
- de Rosatto, C. M. P., Roscoe, M. G., Novais, V. R., de Sousa Menezes, M., & Soares, C. J. (2014). Effect of silane type and air-drying temperature on bonding fiber post to composite core and resin cement. *Brazilian Dental Journal*, 25(3), 217–224. doi.org/10.1590/0103-6440201300005
- Duzyol, M., Sagsoz, O., Sagsoz, N. P., Akgul, N., & Yildiz, M. (2015). The effect of surface treatments on the bond strength between CAD/CAM blocks and composite resin. *Journal of Prosthodontics*, 29(Ic), 1-6. doi.org/10.1111/jopr.12322
- El Zohairy, A. A., De Gee, A. J., Mohsen, M. M., & Feilzer, A. J. (2003). Microtensile bond strength testing of luting cements to prefabricated CAD/CAM ceramic and

- composite blocks. *Dental Materials*, 19(7), 575–583. doi.org/10.1016/S0109-5641(02)00107-0
- Eliasson, S. T., Tibballs, J., & Dahl, J. E. (2014). Effect of different surface treatments and adhesives on repair bond strength of resin composites after one and 12 months of storage using an improved microtensile test method. *Operative Dentistry*, 39(5), 206–216. doi.org/10.2341/12-429-L
- Fasbinder, D. J., Neiva, G., & Robbins J. W. (2013). Esthetic inlays and onlays. In Hilton, T. J., Ferracane, J. L., & Broome, J. C. (Eds.), *Summitt's fundamentals of operative dentistry - A contemporary approach* (4^a ed.) (pp. 501-523). Hanover Park, Illinois: Quintessence Books.
- Ferracane, J. L. (2011). Resin composite — State of the art. *Dental Materials*, 27, 29–38. doi.org/10.1016/j.dental.2010.10.020
- Garber, D. A., & Goldstein, R. E. (1994). *Porcelain & composite inlays and onlays: Esthetic posterior restorations*. Carol Stream, Illinois: Quintessence Books.
- Giordano, R., & McLaren, E. A. (2010). Ceramics overview: Classification by microstructure and processing methods. *International Dentistry - African Edition*, 4(3), 18–30.
- Gomes, E. A., Assunção, W. G., Rocha, E. P., & Santos, P. H. (2008). Cerâmicas odontológicas: O estado atual. *Cerâmica*, 54, 319–325. doi.org/10.1590/S0366-69132008000300008
- Guarda, G. B., Correr, A. B., Gonçalves, L. S., Costa, A. R., Borges, G. A., Sinhoreti, M. A. C., & 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. *Operative Dentistry*, 38(2), 208-217. doi.org/10.2341/11-076-L
- Güngör, M. B., Nemli, S. K., Bal, B. T., Ünver, S., & Dogan, A. (2016). Effect of surface treatments on shear bond strength of resin composite bonded to CAD/CAM resin-ceramic hybrid materials. *The Journal of Advanced Prosthodontics*, 8, 259–

266. doi.org/10.4047/jap.2016.8.4.259

Hooshmand, T., van Noort, R., & Keshvad, A. (2002). Bond durability of the resin-bonded and silane treated ceramic surface. *Dental Materials*, 18(2), 179–188. doi.org/10.1016/S0109-5641(01)00047-1

Hooshmand, T., van Noort, R., & Keshvad, A. (2004). Storage effect of a pre-activated silane on the resin to ceramic bond. *Dental Materials*, 20(7), 635–642. doi.org/10.1016/j.dental.2003.08.005

Huang, B. R., Wang, X. Y., & Gao, X. J. (2013). Effects of different surface treatments on ceramic repairs with composite. *The Chinese Journal of Dental Research*, 16(2), 111–117.

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. *Operative Dentistry*, 40(4), 372–378. doi.org/10.2341/14-116-L

Kamel, M. M., Elsayed, H. Y., Abdalla, A. I., & Darrag, A. M. (2014). The effect of water storage on micro-shear bond strength of contemporary composite resins using different dentin adhesive systems. *Tanta Dental Journal*, 11(1), 47–55. doi.org/http://dx.doi.org/10.1016/j.tdj.2014.03.004

Karabela, M. M., & Sideridou, I. D. (2011). Synthesis and study of properties of dental resin composites with different nanosilica particles size. *Dental Materials*, 27(8), 825–835. doi.org/10.1016/j.dental.2011.04.008

Kelly, J. R., & Benetti, P. (2011). Ceramic materials in dentistry: Historical evolution and current practice. *Australian Dental Journal*, 56(1), 84–96. doi.org/10.1111/j.1834-7819.2010.01299.x

Kim, R. J., Woo, J., Lee, I., Yi, Y., Hwang, J., & Seo, D. (2015). Performance of universal adhesives on bonding to leucite-reinforced ceramic. *Biomaterials Research*, 19(11), 1–6. doi.org/10.1186/s40824-015-0035-1

- Kukiattrakoon, B., & Thammasitboon, K. (2012). Optimal acidulated phosphate fluoride gel etching time for surface treatment of feldspathic porcelain: On shear bond strength to resin composite. *European Journal of Dentistry*, 6(1), 63–69.
- Lien, W., Roberts, H. W., Platt, J. A., Vandewalle, K. S., Hill, T. J., & Chu, T. M. G. (2015). Microstructural evolution and physical behavior of a lithium disilicate glass-ceramic. *Dental Materials*, 31(8), 928–940. doi.org/10.1016/j.dental.2015.05.003
- Lise, D. P., Perdigão, J., Van Ende, A., Zidan, O., & Lopes, G.C. (2015). Microshear bond strength of resin cements to lithium disilicate substrates as a function of surface preparation. *Operative Dentistry*, 40(5), 524–552. doi.org/10.2341/14-240-L
- Magne, P., & Bazos, P. (2014). Bio-emulation: Biomimetically emulating nature utilizing a histoanatomic approach: Visual synthesis. *Int J Esthet Dent.*, 9(3), 330-352.
- Magne, P., & Belser, U. (2003). *Bonded porcelain restorations in the anterior dentition: A biomimetic approach*. Carol Stream, Illinois: Quintessence Books.
- Mainjot, A. K., Dupont, N. M., Oudkerk, J. C., Dewael, T. Y., & Sadoun, M. J. (2016). From artisanal to CAD-CAM blocks: State of the art of indirect composites. *Journal of Dental Research*, 1–9. doi.org/10.1177/0022034516634286
- Makishi, P., André, C. B., Lyra e Silva, J. P., Bacelar-Sá, R., Corredor-Sobrinho, L., & Giannini, M. (2016). Effect of storage time on bond strength performance of multimode adhesives to indirect resin composite and lithium disilicate glass ceramic. *Operative Dentistry*, 1–11. doi.org/10.2341/15-187-L
- Malta, D. A., Magne, P., & Monteiro-Junior, S. (2014). Bond strength and monomer conversion of indirect composite resin restorations, Part 1: Light vs heat polymerization. *J Adhes Dent.*, 16(6), 517-22. doi: 10.3290/j.jad.a33199
- Martins, L. M., Lorenzoni, F. C., Farias, B. C., Lopes, L. D. S., Bonfante, G., & Rubo, J. H. (2010). Biomechanical behavior of dental ceramics: Review. *Cerâmica*, 56,

148–155.

- Neis, C. A., Albuquerque, N. L. G., de Souza Albuquerque, I., Gomes, E. A., de 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. *Brazilian Dental Journal*, *26*(2), 152–155. doi.org/10.1590/0103-6440201302447
- Oba, Y., Koizumi, H., Nakayama, D., Ishii, T., Akazawa, N., & Matsumura, H. (2014). Effect of silane and phosphate primers on the adhesive performance of a tri-n-butylborane initiated luting agent bonded to zirconia. *Dental Materials Journal*, *33*(2), 226–232. doi.org/10.4012/dmj.2013-346
- Özcan, M., Allahbeickaraghi, A., & Dündar, M. (2012). Possible hazardous effects of hydrofluoric acid and recommendations for treatment approach: A review. *Clinical Oral Investigations*, *16*(1), 15–23. doi.org/10.1007/s00784-011-0636-6
- Park, J., & Choi, Y. (2016). Microtensile bond strength and micromorphologic analysis of surface-treated resin nanoceramics. *The Journal of Advanced Prosthodontics*, *8*, 275–284. doi.org/10.4047/jap.2016.8.4.275
- Passia, N., Lehmann, F., Freitag-Wolf, S., & Kern, M. (2015). Tensile bond strength of different universal adhesive systems to lithium disilicate ceramic. *Journal of the American Dental Association*, *146*(10), 729–734. doi.org/10.1016/j.adaj.2015.04.008
- Petre, A., & Sfeatcu, R. (2013). Adhesive cementation protocol for zirconia restorations. *International Poster Journal of Dentistry and Oral Medicine*, *15*(1), 637.
- Pisani-Proenca, J., Erhardt, M. C. G., Valandro, L. F., Gutierrez-Aceves, G., Bolanos-Carmona, M. V., Del Castillo-Salmeron, R., & Bottino, M. A. (2006). Influence of ceramic surface conditioning and resin cements on microtensile bond strength to a glass ceramic. *Journal of Prosthetic Dentistry*, *96*(6), 412–417. doi.org/10.1016/j.prosdent.2006.09.023

- Powers, J. M., & Sakaguchi, R. L. (2006). *Craig's restorative dental materials* (12^a ed.). St. Louis, Missouri: Mosby Elsevier.
- Sattabanasuk, V., Charnchairerk, P., Punsukumtana, L., & Burrow, M. F. (2016). Effects of mechanical and chemical surface treatments on the resin-glass ceramic adhesion properties. *Journal of Investigative and Clinical Dentistry*, 0, 1–9. doi.org/10.1111/jicd.12220
- Soares, C. J., Giannini, M., de Oliveira, M. T., Paulillo, L. A. M. S., & Martins, L. R. M. (2004). Effect of surface treatments of laboratory-fabricated composites on the microtensile bond strength to a luting resin cement. *J Appl Oral Sci*, 12(1), 45–50. doi.org/S1678-77572004000100009
- Soares, E. D. S., da Silva, J. V. P., Neppelenbroek, K. H., Jorge, J. H., & Urban, V. M. (2009). Tratamento de superfície de cerâmica pura para cimentação com cimentos resinosos. *Revista de Odontologia da UNESP*, 38(3), 154–6.
- Taira, Y., Sakai, M., & Sawase, T. (2012). Effects of primer containing silane and thiophosphate monomers on bonding resin to a leucite-reinforced ceramic. *Journal of Dentistry*, 40(5), 353–358. doi.org/10.1016/j.jdent.2011.12.003
- Tian, T., Tsoi, J. K. H., Matinlinna, J. P., & Burrow, M. F. (2014). Aspects of bonding between resin luting cements and glass ceramic materials. *Dental Materials*, 30(7), e147–e162. doi.org/10.1016/j.dental.2014.01.017
- Valente, L. L., Peralta, S. L., Ogliari, F. A., Cavalcante, L. M., & Moraes, R. R. (2013). Comparative evaluation of dental resin composites based on micron- and submicron-sized monomodal glass filler particles. *Dental Materials*, 29(11), 1182–1187. doi.org/10.1016/j.dental.2013.09.006
- Vidotti, H. A., Garcia, R. P., Conti, P. C. R., Pereira, J. R., & Valle, A. L. do. (2013). Influence of low concentration acid treatment on lithium disilicate core/veneer ceramic bond strength. *Journal of Clinical and Experimental Dentistry*, 5(4), 157–162. doi.org/10.4317/jced.51081
- Wahsh, M. M., & Ghallab, O. H. (2015). Influence of different surface treatments on

microshear bond strength of repair resin composite to two CAD/CAM esthetic restorative materials. *Tanta Dental Journal*, 12(3), 178–184. doi.org/10.1016/j.tdj.2015.06.001

Yavuz, T., Dilber, E., Kara, H. B., Tuncdemir, A. R., & Ozturk, A. N. (2013). Effects of different surface treatments on shear bond strength in two different ceramic systems. *Lasers Med Sci*, 28, 1233–1239. doi.org/10.1007/s10103-012-1201-5

Ying, C., Lung, K., & Matinlinna, J. P. (2012). Aspects of silane coupling agents and surface conditioning in dentistry: An overview. *Dental Materials*, 28(5), 467–477. doi.org/10.1016/j.dental.2012.02.009

Zakir, M., Ashraf, U., Tian, T., Han, A., Qiao, W., Jin, X., ... Matinlinna, J. P. (2016). The role of silane coupling agents and universal primers in durable adhesion to dental restorative materials - A review. *Current Oral Health Reports*. doi.org/10.1007/s40496-016-0108-9

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. *Brazilian Dental Journal*, 22(1), 45–50.