



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

MESTRADO INTEGRADO EM MEDICINA DENTÁRIA

**RESISTÊNCIA ADESIVA DE REPARAÇÕES DE CERÂMICA DE
DISSILICATO DE LÍTIO COM RESINA COMPOSTA:
A INFLUÊNCIA DE DIFERENTES SISTEMAS ADESIVOS
UNIVERSAIS. ESTUDO IN VITRO**

Trabalho submetido por
Bruna Alexandra Torres Martins
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

**RESISTÊNCIA ADESIVA DE REPARAÇÕES DE CERÂMICA DE
DISSILICATO DE LÍTIO COM RESINA COMPOSTA:
A INFLUÊNCIA DE DIFERENTES SISTEMAS ADESIVOS
UNIVERSAIS. ESTUDO IN VITRO**

Trabalho submetido por
Bruna Alexandra Torres Martins
para a obtenção do grau de Mestre em Medicina Dentária

Trabalho orientado por
Prof. Doutor Pedro de Melo e Moura

setembro de 2016

AGRADECIMENTOS

Ao Prof. Doutor Pedro de Melo e Moura, não só por ter demonstrado toda a disponibilidade como meu orientador neste projeto, mas sobretudo pela amizade e por ser um exemplo profissional a seguir. Agradeço tudo o que me transmitiu ao longo destes três últimos anos.

Ao Prof. Doutor Mário Polido, pela disponibilização do laboratório de materiais dentários, que foi nos últimos meses a minha segunda casa.

Ao Prof. Doutor Luís Proença, por todos os esclarecimentos e pela ajuda na análise estatística.

Aos meus pais e às minhas irmãs, por terem tornado este percurso possível, e por todos os valores que me transmitiram ao longo da vida.

Ao Moritz, pela paciência nos momentos de ansiedade, pelo incentivo, e pelas palavras e sorrisos, não só agora, mas desde sempre.

À Andreia, à Carolina, à Daniela, à Joana e à Inês, pela amizade durante estes cinco anos e por todos os restantes que ainda estão por vir.

A todos os meus colegas que passaram as manhãs, tardes e noites a acompanhar-me e a encher o laboratório de alegria.

Ao Ricardo, ao Tiago, à Nicole e à Lara, os meus amigos eternos.

RESUMO

Objetivo: Avaliar a resistência adesiva à microtração (μTBS) entre uma cerâmica de dissilicato de lítio e um material reparador, utilizando diferentes adesivos universais e fazendo variar a aplicação prévia de um *primer* de silano.

Materiais e Métodos: Dez blocos de cerâmica de dissilicato de lítio (IPS e.max[®] CAD, Ivoclar Vivadent) foram condicionados com ácido hidrófluorídrico e aleatoriamente divididos em cinco grupos, de acordo com o protocolo de reparação a aplicar: (G1–SiA) *primer* de silano BIS-SILANE[™] (Bisco) e adesivo Adper[™] Scotchbond[™] Multi-Purpose (3M ESPE); (G2–SU) adesivo Scotchbond[™] Universal (3M ESPE); (G3–SiSU) BIS-SILANE[™] e Scotchbond[™] Universal; (G4–F) adesivo Futurabond U (VOCO); e (G5–SiF) BIS-SILANE[™] e Futurabond U. As amostras foram depois reparadas com uma resina nanohíbrida (Grandio[®], VOCO). Após armazenamento em água desionizada a 37°C, avaliou-se a μTBS às 24h e aos três meses. O modo de falha foi analisado numa lupa estereoscópica.

Resultados: Valores mais elevados de μTBS foram obtidos na avaliação imediata: SiA (36.83 MPa) > SiF (31.70 MPa) > SiSU (30.37 MPa) > SU (23.51 MPa) > F (22.30 MPa). Após armazenamento durante três meses ocorreu falha pré-teste nos grupos SU e F, e uma diminuição significativa nos valores de μTBS dos restantes grupos: SiA (26.21 MPa) > SiF (24.14 MPa) > SiSU (22.20 MPa).

Conclusões: A μTBS entre um material restaurador e uma cerâmica de dissilicato de lítio varia de acordo com a aplicação, ou não, de um *primer* de silano previamente ao adesivo universal; varia ainda com o tempo de armazenamento.

Relevância Clínica: Para uma adesão durável na reparação de restaurações em cerâmica de dissilicato de lítio CAD/CAM, a utilização de um *primer* de silano seguido da utilização de um adesivo universal é preferível à utilização de um adesivo universal isolado.

Palavras-chave: Cerâmica de dissilicato de lítio; Resistência adesiva; Reparação; Adesivo universal.

ABSTRACT

Purpose: To evaluate the microtensile bond strength (μ TBS) between a lithium disilicate ceramic and a repair material, using different universal adhesive systems and varying the prior application of a silane primer.

Materials and Methods: Ten blocks of lithium disilicate ceramic (IPS e.max[®] CAD, Ivoclar Vivadent) were etched with hydrofluoric acid and randomly divided into five groups, according to the repair protocol to be applied: (G1-SiA) silane primer BIS-SILANE[™] (Bisco) and Adper[™] Scotchbond[™] Multi-Purpose adhesive (3M ESPE); (G2-SU) Scotchbond[™] Universal adhesive (3M ESPE); (G3-SiSU) BIS-SILANE[™] and Scotchbond[™] Universal adhesive; (G4-F) Futurabond U adhesive (VOCO); and (G5-SiF) BIS-SILANE[™] and Futurabond U adhesive. The samples were then repaired with a nanohybrid resin (Grandio[®], VOCO). After storing in deionized water at 37°C, the μ TBS was evaluated after 24h and after three months. The fractured surfaces were examined by stereomicroscopy.

Results: Higher values were obtained in the immediate μ TBS test: SiA (36.83 MPa) > SiF (31.70 MPa) > SiSU (30.37 MPa) > SU (23.51 MPa) > F (22.30 MPa). After storage for three months, SU and F groups had a pretest fail; and, in the remaining groups, there was a significant decrease in the μ TBS values: SiA (26.21 MPa) > SiF (24.14 MPa) > SiSU (22.20 MPa).

Conclusions: The μ TBS between a lithium disilicate ceramic and a repair material varies with the application, or not, of a silane primer prior to the universal adhesive; it also varies with the storage time.

Practical Implications: To establish a durable bond in the repair of a lithium disilicate ceramic restoration, using a silane primer followed by a universal adhesive is preferable to a simplified procedure that uses only a universal adhesive.

Key Words: Lithium disilicate ceramic; Bond strength; Repair; Universal adhesive.

ÍNDICE GERAL

I. INTRODUÇÃO	13
1. CERÂMICAS DENTÁRIAS	13
1.1. Classificação	14
1.1.1. Sistemas Cerâmicos à Base de Vidro	14
1.1.2. Sistemas Cerâmicos à Base de Vidro Reforçados	15
1.1.2.1. Cerâmicas com Baixa a Moderada Concentração de Leucite	16
1.1.2.2. Cerâmicas Vítreas.....	16
1.1.2.2.a. Cerâmicas Vítreas com Alto Conteúdo de Leucite.....	17
1.1.2.2.b. Cerâmicas Vítreas com Dissilicato de Lítio	18
1.1.3 Sistemas Cerâmicos Cristalinos com Infiltração de Material Vítreo	19
1.1.4. Sólidos Policristalinos	20
2. FRATURAS CERÂMICAS	21
3. REPARAÇÃO DE UMA CERÂMICA VÍTREA.....	22
3.1. Tratamento de Superfície.....	22
3.1.1. Condicionamento com Ácido Hidrofluorídrico.....	23
3.1.2. Silanos	24
3.1.2.1. Silanização.....	25
3.1.2.2. Silanos Comerciais	27
3.2. Adesão	28
3.2.1. Sistemas Adesivos <i>Etch-and-rinse</i>	29
3.2.2. Sistemas Adesivos <i>Self-etch</i>	30
3.2.3. Componentes dos Sistemas Adesivos.....	31
3.2.3.1. HEMA	31
3.2.3.2. Solventes.....	32
3.2.4. Adesão à Cerâmica em Reparações	33
3.2.5. Novos Sistemas Adesivos - Sistemas Adesivos Universais	34
4. AVALIAÇÃO DA RESISTÊNCIA ADESIVA.....	36
5. MÉTODOS DE ENVELHECIMENTO DE AMOSTRAS.....	37
II. OBJETIVO	39
1. HIPÓTESES DE ESTUDO	39
III. MATERIAIS E MÉTODOS.....	41

IV. RESULTADOS	57
1. RESISTÊNCIA ADESIVA À MICROTRAÇÃO (μTBS).....	57
1.1. Comparação entre os Grupos Imediato <i>versus</i> Envelhecimento	57
1.2. Comparação entre os Grupos de μTBS Imediata	58
1.3. Comparação entre os Grupos de μTBS após Envelhecimento.....	59
1.4. Resumo dos Dados de Resistência Adesiva (μTBS).....	60
2. ANÁLISE DOS MODOS DE FALHA	61
2.1. Comparação entre os Grupos Imediato <i>versus</i> Envelhecimento	61
2.2. Comparação entre os Grupos de Teste Imediato	62
2.3. Comparação entre os Grupos de Teste após Envelhecimento	64
2.4. Resumo dos Dados dos Modos de Falha	65
V. DISCUSSÃO	67
VI. CONCLUSÕES.....	79
VII. BIBLIOGRAFIA	81
ANEXOS	

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1 – O progresso de um <i>crack</i> é impedido pelos cristais da cerâmica	17
Figura 2 – Reação de hidrólise dos três grupos alcoxi de um silano trialcoxi	26
Figura 3 – Reação de condensação entre moléculas de silano trialcoxi	26
Figura 4 – Estrutura molecular do MPS	27
Figura 5 – Classificação dos sistemas adesivos segundo o tratamento da <i>smear layer</i> e o números de passos clínicos	31
Figura 6 – Blocos de cerâmica e.max [®] CAD (Ivoclar Vivadent) no estado pré-cristalino	41
Figura 7 – Amostras (<i>n</i> =10) de cerâmica e.max [®] CAD (Ivoclar Vivadent) após sinterização e corte dos blocos	41
Figura 8 – Estufa Memmert INE 400	42
Figura 9 – LaboPol, Struers	42
Figura 10 – Regularização e polimento da secção a aderir do bloco de cerâmica	42
Figura 11 – Aspeto macroscópico da secção a aderir de cada bloco, antes da regularização e polimento (à esquerda), e após a regularização e polimento (à direita)	42
Figura 12 – Aplicação do ácido hidrofluorídrico	42
Figura 13 – Lavagem do ácido hidrofluorídrico	42
Figura 14 – Lavagem do ácido ortofosfórico (amostra ainda com ácido)	43
Figura 15 – Lavagem do ácido ortofosfórico (amostra sem ácido)	43
Figura 16 – Aspeto macroscópico da secção a aderir de cada bloco, após regularização e polimento (à esquerda), e após condicionamento com ácido hidrofluorídrico (à direita)	43
Figura 17 – Matriz composta (vista superior)	44
Figura 18 – Matriz composta (vista anterior)	44
Figura 19 – BIS-SILANE [™]	44
Figura 20 – Protocolo de aplicação do BIS-SILANE [™] (colocação com um <i>microbrush</i>)	44
Figura 21 – Protocolo de aplicação do BIS-SILANE [™] (aplicação de jato de ar)	44
Figura 22 – Adper [™] Scotchbond [™] Multi-Purpose Adhesive	45
Figura 23 – Aplicação do Adper [™] Scotchbond [™] Multi-Purpose Adhesive	45

Figura 24 – Fotopolimerização do Adper™ Scotchbond™ Multi-Purpose Adhesive	45
Figura 25 – Scotchbond™ Universal	45
Figura 26 – Colocação do Scotchbond™ Universal num recipiente de plástico descartável	45
Figura 27 – Aplicação do Scotchbond™ Universal	45
Figura 28 – Futurabond U	46
Figura 29 – Aplicação do Futurabond U	46
Figura 30 – Restauração do bloco de cerâmica com resina composta Grandio®	47
Figura 31 – Fotopolimerização da última camada de resina	47
Figura 32 – Fotopolimerização de cada face lateral da restauração em resina.....	48
Figura 33 – Bloco de cerâmica restaurado	48
Figura 34 – Recipiente para armazenamento das amostras de cada sub-grupo	49
Figura 35 – IsoMet® 1000 (Buehler)	51
Figura 36 – Corte dos espécimes.....	51
Figura 37 – Microbarras de um dos sub-grupos.....	52
Figura 38 – Medição das dimensões de cada microbarra com uma craveira digital ...	52
Figura 39 – Máquina de testes universal (Shimadzu Autograph AG-IS 50 kN).....	53
Figura 40 – Microbarra fixa a um <i>jig</i> de aço inoxidável de Geraldeli	53
Figura 41 – Microbarra fraturada após ter sido submetida a uma força de tensão.....	53
Figura 42 – Falha adesiva	53
Figura 43 – Falha coesiva na resina	54
Figura 44 – Falha coesiva na cerâmica	54
Figura 45 – Falha mista.....	54
Figura 46 – Gráfico da resistência adesiva (MPa) e desvio-padrão de todos os grupos testados	60
Figura 47 – Gráfico com o tipo e frequência de falhas, segundo o grupo, no teste imediato	63
Figura 48 – Gráfico com o tipo e frequência de falhas, segundo o grupo, no teste após envelhecimento.....	64

ÍNDICE DE TABELAS

Tabela 1 – Presença, ou não, de silano na composição de alguns adesivos universais.....	35
Tabela 2 – Testes de medição da resistência adesiva.....	36
Tabela 3 – Códigos dos grupos de acordo com a utilização de silano e/ou adesivo ...	46
Tabela 4 – Códigos dos sub-grupos de acordo com o tempo de armazenamento.....	48
Tabela 5 – Esquematização do protocolo.....	49
Tabela 6 – Materiais utilizados na presente investigação	50
Tabela 7 – Comparação dos valores de μTBS (MPa) no grupo SiA, no imediato e após envelhecimento.....	57
Tabela 8 – Comparação dos valores de μTBS (MPa) no grupo SiSU, no imediato e após envelhecimento.....	57
Tabela 9 – Comparação dos valores de μTBS (MPa) no grupo SiF, no imediato e após envelhecimento.....	58
Tabela 10 – Valores de μTBS nos grupos de teste imediato.....	58
Tabela 11 – Teste de comparação múltipla de Tukey (grupos de μTBS imediata)	59
Tabela 12 – Valores de μTBS nos grupos de teste após envelhecimento	59
Tabela 13 – Resistência adesiva (MPa) dos distintos grupos de acordo com o tempo de armazenamento.	60
Tabela 14 – Falhas no grupo SiA (imediato <i>versus</i> envelhecimento)	61
Tabela 15 – Falhas no grupo SiSU (imediato <i>versus</i> envelhecimento).....	61
Tabela 16 – Falhas no grupo SiF (imediato <i>versus</i> envelhecimento).....	62
Tabela 17 – Tipo e frequência de falhas, segundo o grupo, no teste imediato.....	63
Tabela 18 – Tipo e frequência de fraturas, segundo o grupo, no teste após envelhecimento.....	64
Tabela 19 – Modos de falha (%) dos distintos grupos de acordo com o tempo de armazenamento.....	65

LISTA DE ABREVIATURAS

10-MDP – 10-metacrilóiloxidecil dihidrogenofosfato

bis-GMA – bisfenol-A-glicidil dimetacrilato

°C – graus Celsius

CAD/CAM – *Computer-aided Design/Computer-aided Manufacturing*

Dp – desvio-padrão

E&R – *etch-and-rinse*

HAp – hidroxiapatite

HEMA – hidroxietil metacrilato

M – média

MPa – megapascal

MPS – 3-metacrilóxiopropiltrimetoxissilano

MSDS – *material safety data sheet*

µm – micrómetro

µSBS – *microshear bond strenght*

µTBS – *microtensile bond strenght*

min – minuto

mm – milímetro

mm/min – milímetro por minuto

mW/cm² – miliwatt por centímetro quadrado

N – newton

OH⁻ – hidroxilo

s – segundo

SBS – *shear bond strenght*

SE – *self-etch*

SPSS – *Statistical Package for the Social Sciences*

TBS – *tensile bond strength*

TEGDMA – trietilenoglicol dimetacrilato

I. INTRODUÇÃO

Os elevados padrões estéticos da atualidade têm resultado num aumento da utilização de restaurações totalmente cerâmicas. Prevê-se que esta tendência continue e, portanto, torna-se importante conhecer não só as indicações, limitações e propriedades de cada um dos sistemas totalmente cerâmicos disponíveis, como também os procedimentos que devem ser tomados na existência de complicações (Conrad, Seong & Pesun, 2007; Fasbinder, Dennison, Heys & Neiva, 2010; Blum *et al.*, 2012).

1. CERÂMICAS DENTÁRIAS

A palavra “cerâmica” tem a sua origem no termo grego *keramos*, que significa “terra queimada”. A sua etimologia está associada à obtenção da antiga olaria através da queima de argilas. Segundo uma definição mais atual, as cerâmicas são sólidos inorgânicos não-metálicos (Kina, 2005; McLaren & Cao, 2009; Anusavice, Shen & Rawls, 2013; McLaren & Figueira, 2015). A introdução destes materiais na área da medicina dentária deve-se a Nicholas Dubois de Chémant, em 1774 (Kelly & Benetti, 2011; Amoroso *et al.*, 2012).

São materiais que se caracterizam pela sua biocompatibilidade, estética, elevada dureza, resistência à abrasão e coeficiente de expansão térmico semelhante ao das estruturas dentárias. A sua grande desvantagem é serem friáveis (Kina, 2005; Guerra, Neves, Almeida, Valones & Guimarães, 2007; Giordano & McLaren, 2010; Anusavice *et al.*, 2013).

As cerâmicas dentárias compreendem três tipos básicos de materiais: (1) sólidos amorfos sem fase cristalina, ou vidros; (2) materiais que consistem numa mistura de conteúdo cristalino e vítreo; e (3) sólidos policristalinos, materiais que não apresentam conteúdo vítreo. A maioria das cerâmicas dentárias apresenta algum conteúdo cristalino, e por isso há autores que têm limitado a sua definição a materiais inorgânicos com conteúdo cristalino, excluindo os vidros não-cristalinos (McLaren & Cao, 2009; Giordano & McLaren, 2010; Anusavice *et al.*, 2013; McLaren & Figueira, 2015). As cerâmicas dentárias com conteúdo cristalino apresentam estruturalmente duas fases distintas: uma fase cristalina e uma fase vítrea à base de sílica. A fase vítrea forma-se a

partir da fusão da sílica, que passa da forma de sólido cristalino para a de sólido amorfo (ou vidro) (Kina, 2005; Gomes, Assunção, Rocha & Santos, 2008; Raghavan, 2012; Anusavice *et al.*, 2013).

1.1. Classificação

Como resultado da existência de uma elevada quantidade de sistemas cerâmicos, a sua atual classificação é complicada. A classificação mais comumente utilizada é a microestrutural, uma vez que facilita a compreensão da natureza química e estrutural das cerâmicas dentárias. Segundo esta classificação, as cerâmicas dentárias são divididas em quatro categorias principais, de acordo com a relação percentual entre a fase vítrea e a fase cristalina do material (McLaren & Cao, 2009; Giordano & McLaren, 2010; Raghavan, 2012; McLaren & Figueira, 2015):

- Sistemas cerâmicos à base de vidro;
- Sistemas cerâmicos à base de vidro reforçados;
- Sistemas cerâmicos cristalinos com infiltração de material vítreo; e
- Sólidos policristalinos.

1.1.1. Sistemas Cerâmicos à Base de Vidro

Esta categoria compreende as cerâmicas predominantemente vítreas, que apresentam uma composição rica em sílica associada a quantidades variáveis de alumina. Os aluminossilicatos, quando associados a potássio ou sódio, são também conhecidos como feldspatos, e é por este motivo que estas cerâmicas são também designadas de vidros feldspáticos (Kelly, 2004; Guerra *et al.*, 2007; Giordano & McLaren, 2010; Anusavice *et al.*, 2013).

O elevado teor vítreo desta cerâmica confere-lhe a translucidez necessária para produzir restaurações estéticas. Por outro lado, e também como resultado do seu elevado conteúdo vítreo, esta cerâmica comporta-se como um vidro, é friável. São as cerâmicas dentárias com as mais fracas propriedades mecânicas, apresentando uma resistência flexural que varia entre os 60 e os 70 MPa. As suas indicações são limitadas,

restringindo-se à confecção de facetas e ao revestimento de subestruturas cerâmicas (Giordano & McLaren, 2010; Pini *et al.*, 2012; Isgrò & Sachs, 2015).

1.1.2. Sistemas Cerâmicos à Base de Vidro Reforçados

Com o desenvolvimento dos sistemas cerâmicos à base de vidro comprovou-se a eficácia estética deste material; o seguinte desafio consistia em atender às exigências funcionais que as cerâmicas predominantemente vítreas não conseguiam. Por esse motivo, as cerâmicas dentárias evoluíram no sentido da procura de propriedades mecânicas cada vez melhores; com efeito, fizeram-se modificações na própria estrutura da cerâmica, nomeadamente o aumento da percentagem da sua fase cristalina (Kina, 2005; Denry & Holloway, 2010; Raghavan, 2012; Isgrò & Sachs, 2015).

A composição vítrea das cerâmicas reforçadas é muito semelhante à das cerâmicas predominantemente vítreas. A diferença entre as duas encontra-se no facto de quantidades variáveis de cristais terem sido adicionadas ou terem crescido no seio da matriz vítrea das cerâmicas reforçadas (Giordano & McLaren, 2010; Raghavan, 2012; McLaren & Figueira, 2015). A leucite, o dissilicato de lítio e a fluorapatita são os cristais, ou agentes de reforço, que se utilizam atualmente (Giordano e McLaren, 2010; Raghavan, 2012).

Segundo Giordano e McLaren (2010), esta categoria de cerâmicas pode ser dividida em três subcategorias, de acordo com a relação percentual entre a fase vítrea e a fase cristalina e com os tipos de cristais:

- Cerâmicas com baixa a moderada concentração de leucite (< 50%);
- Cerâmicas vítreas com alto conteúdo de leucite (aproximadamente 50%); e
- Cerâmicas vítreas com dissilicato de lítio.

Note-se, no entanto, que no seu conjunto estas três subcategorias não contemplam todos os materiais cerâmicos à base de vidro reforçados; contemplam apenas os principais.

1.1.2.1. Cerâmicas com Baixa a Moderada Concentração de Leucite

Ainda que outras categorias de cerâmica apresentem uma matriz vítrea feldspática, este tipo de material tem sido comumente designado de cerâmica ou porcelana feldspática (McLaren & Cao, 2009; Giordano & McLaren, 2010).

A adição de leucite a um vidro feldspático permite modificações controladas no coeficiente de expansão térmico da cerâmica. Este fenómeno possibilitou a produção de cerâmicas de revestimento de subestruturas metálicas, que têm que apresentar um coeficiente de expansão térmico semelhante e, portanto, compatível ao do metal a revestir (McLaren & Cao, 2009; Denry & Holloway, 2010; Giordano & McLaren, 2010; Kelly & Benetti, 2011; Anusavice *et al.*, 2013).

Estes materiais são vulgarmente vendidos na forma pó/líquido e, para além de se destinarem ao revestimento de subestruturas metálicas, são também utilizados na confecção de facetas, *inlays* e *onlays* (Kelly, 2004; Denry & Holloway, 2010; Giordano & McLaren, 2010).

1.1.2.2. Cerâmicas Vítreas

As cerâmicas vítreas compreendem as cerâmicas com alto conteúdo de leucite e as cerâmicas com dissilicato de lítio. São o resultado de um processo controlado de formação de cristais num vidro, através de desvitrificação parcial (Höland, Schweiger, Rheinberger & Kappert, 2009; Anusavice *et al.*, 2013; Isgrò & Sachs, 2015). Estas cerâmicas apresentam-se inicialmente como um vidro homogéneo, e é o seu tratamento secundário com calor que permite a nucleação e o crescimento de cristais. Após tratamento, este material passa a apresentar-se como uma cerâmica constituída por uma matriz vítrea residual que se encontra a rodear uma segunda fase, composta por finos cristais de leucite ou de dissilicato de lítio (Höland *et al.*, 2009; Giordano & McLaren, 2010; Isgrò & Sachs, 2015).

A presença de finos cristais confere a estas cerâmicas melhores propriedades mecânicas e físicas (Giordano & McLaren, 2010; Isgrò & Sachs, 2015).

1.1.2.2.a. Cerâmicas Vítreas com Alto Conteúdo de Leucite

Os finos cristais de leucite que compõem estas cerâmicas, orientados aleatoriamente na matriz vítrea residual, são responsáveis por um fenómeno designado de reforço por dispersão, que permite um aumento da resistência à fratura e à flexão destas cerâmicas (Denry & Holloway, 2010; Kelly & Benetti, 2011; Isgrò & Sachs, 2015). O reforço por dispersão ocorre quando a leucite se encontra em concentrações entre 40 a 55% em massa (Kelly, 2004; Kelly & Benetti, 2011).

Os cristais da cerâmica atuam como agentes capazes de bloquear a propagação de *cracks* quando o material é sujeito a forças de tração. Um *crack* que se esteja a propagar a partir de um defeito na cerâmica é forçado a passar através ou ao redor do cristal, o que lhe retira alguma energia e pode impedir o seu progresso (Figura 1) (Guerra *et al.*, 2007; Denry & Holloway, 2010; Giordano & McLaren, 2010; Isgrò & Sachs, 2015).

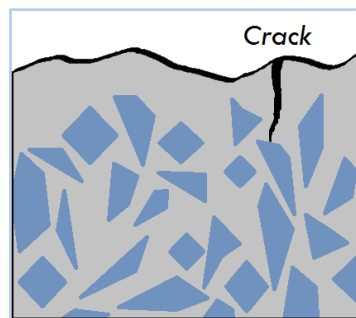


Figura 1 – O progresso de um *crack* é impedido pelos cristais da cerâmica

As suas propriedades mecânicas, aliadas ao facto destas cerâmicas apresentarem características semelhantes ao dente natural (translucidez, cor, desgaste), permitem que estes materiais sejam utilizados na confecção de *inlays*, *onlays* e coroas anteriores (Conrad *et al.*, 2007; Höland *et al.*, 2009; McLaren & Figueira, 2015).

O sistema IPS Empress[®], introduzido no mercado no início dos anos 90 pela Ivoclar Vivadent (Liechtenstein, Germany), é a versão comercial mais utilizada desta cerâmica (Guerra *et al.*, 2007; Giordano & McLaren, 2010). O sistema é atualmente composto pelas cerâmicas IPS Empress[®] Esthetic e IPS Empress[®] CAD; a diferença entre as duas

encontra-se essencialmente na técnica de processamento. Ambas apresentam uma resistência flexural de 160 MPa (Bühler-Zemp, 2004; Bühler-Zemp, Völkel & Fischer, 2011).

1.1.2.2.b. Cerâmicas Vítreas com Dissilicato de Lítio

As cerâmicas vítreas com dissilicato de lítio surgiram como resultado das limitações de utilização das cerâmicas vítreas com leucite. Procuravam-se materiais semelhantes, mas com melhores propriedades mecânicas, nomeadamente uma melhor resistência flexural. Foram introduzidas em 1998 pela Ivoclar Vivadent sob a designação de IPS Empress® II, sendo atualmente comercializadas como e.max® Press e e.max® CAD (Kina, 2005; Höland, Schweiger, Watzke, Peschke & Kappert, 2008; McLaren & Cao, 2009; Kelly & Benetti, 2011).

Estas cerâmicas são constituídas por uma matriz vítrea na qual se encontram dispersos, de forma interlaçada, microcristais de dissilicato de lítio. Encontra-se presente uma segunda fase cristalina, em muito menor volume, que é composta por sub-microcristais de ortofosfato de lítio. O conteúdo cristalino perfaz cerca de 70% do volume desta cerâmica (Giordano & McLaren, 2010; Raghavan, 2012; Isgrò & Sachs, 2015). Com o conteúdo cristalino aumentado, e com o tamanho dos cristais cada vez mais refinado, conseguiram-se melhorias significativas na resistência flexural (McLaren & Cao, 2009; Giordano & McLaren, 2010).

A IPS e.max® Press, introduzida em 2005 pela Ivoclar Vivadent, é uma versão aperfeiçoada da IPS Empress® II. Trata-se também de uma cerâmica vítrea reforçada com dissilicato de lítio, mas com melhores propriedades físicas, nomeadamente uma maior resistência flexural (400 ± 40 MPa) e melhor translucidez. Um lingote é processado por prensagem a quente, e a estrutura resultante pode depois ser recoberta pela cerâmica de revestimento própria do sistema, a IPS e.max® Ceram, um vidro feldspático com cristais de fluorapatite. É utilizada na confecção de coroas, facetas, *inlays*, *onlays* e próteses parciais fixas de três elementos para o segmento anterior, com extensão até ao segundo pré-molar (Conrad *et al.*, 2007; Höland *et al.*, 2008; Isgrò & Sachs, 2015).

A IPS e.max[®] CAD, para o sistema *CAD/CAM*, foi introduzida em 2006 pela Ivoclar Vivadent (Li, Chow & Matinlinna, 2014). Os blocos de cerâmica IPS e.max[®] CAD são comercializados numa forma pré-cristalizada, por forma a facilitar a sua fresagem em unidades *CAD/CAM chair-side* como o CEREC 3 (Sirona Dental Systems, NC, USA). Após a fresagem, a restauração é colocada num forno a vácuo a 850°C, havendo a formação de cristais de dissilicato de lítio, e obtendo-se assim a peça cerâmica final, com qualidades mecânicas e estéticas superiores às do material no seu estado pré-cristalizado. A restauração pode depois ser revestida pela IPS e.max[®] Ceram (Höland *et al.*, 2008; Höland *et al.*, 2009; Fasbinder *et al.*, 2010; Li *et al.*, 2014).

No seu estado final, a cerâmica IPS e.max[®] CAD, à semelhança das outras cerâmicas vítreas com dissilicato de lítio, apresenta cerca de 70% de volume cristalino; apresenta ainda uma resistência flexural de 360 ± 60 MPa. Tem as mesmas indicações que a IPS e.max[®] Press (Höland *et al.*, 2008; Höland *et al.*, 2009; Fasbinder *et al.*, 2010; Li *et al.*, 2014).

1.1.3. Sistemas Cerâmicos Cristalinos com Infiltração de Material Vítreo

Estas cerâmicas, também conhecidas como cerâmicas infiltradas por vidro, foram introduzidas no início dos anos 90, à semelhança das cerâmicas vítreas e dos sólidos policristalinos (Höland *et al.*, 2008; Denry & Holloway, 2010).

Do ponto de vista microestrutural, este é um material em que a fase cristalina e o vidro se encontram dispostos de uma forma contínua, nenhum deles representando uma partícula isolada; as duas fases que compõem esta cerâmica são interpenetrantes, havendo uma verdadeira união das partículas na fase cristalina. O conteúdo cristalino predomina em relação ao conteúdo vítreo (Kelly, 2004; Denry & Holloway, 2010; Giordano & McLaren, 2010).

O sistema VITA In-Ceram[®] (Vita Zahnfabrik) é o principal representante desta categoria de cerâmicas dentárias, estando a desaparecer do mercado e a ser substituído pelos sólidos policristalinos (McLaren & Figueira, 2015). É composto por três elementos, cada um com uma distinta constituição da matriz cristalina. O VITA In-Ceram[®] ALUMINA apresenta uma fase cristalina à base de alumina; o VITA In-

Ceram[®] SPINELL uma fase cristalina à base de spinela; e o VITA In-Ceram[®] ZIRCONIA uma fase cristalina à base de zircônia-alumina (Kina, 2005; Denry & Holloway, 2010; Giordano & McLaren, 2010; Anusavice *et al.*, 2013).

As propriedades mecânicas que estas cerâmicas apresentam, designadamente uma alta resistência flexural, encontram-se relacionadas com a organização geométrica dos seus componentes individuais, que limitam a propagação de *cracks* e, conseqüentemente, a ocorrência de fraturas (Denry & Holloway, 2010; Giordano & McLaren, 2010).

1.1.4. Sólidos Policristalinos

Esta categoria de cerâmicas compreende a cerâmica de alumina e a de zircônia. São cerâmicas que não apresentam qualquer tipo de matriz vítrea, sendo formadas pela sinterização direta dos cristais dos referidos materiais, consistindo assim numa estrutura densa policristalina (McLaren & Cao, 2009; Giordano & McLaren, 2010; Kelly & Benetti, 2011).

O arranjo regular dos seus cristais dificulta a progressão de *cracks* ao longo destes materiais, pelo que os sólidos policristalinos apresentam uma maior resistência à fratura face às cerâmicas vítreas. São materiais de elevada dureza e baixa translucidez. Pelas suas propriedades, a sua aplicabilidade em medicina dentária consiste na confecção de infra-estruturas que podem depois ser recobertas com cerâmicas de revestimento (Kelly, 2004; Guerra *et al.*, 2007; Kelly & Benetti, 2011; Amoroso *et al.*, 2012; Raghavan, 2012).

A Procera[®] AllCeram Alumina (Nobel Biocare, Stockholm, Sweden), uma cerâmica de alumina, foi o primeiro sólido cristalino para aplicação dentária, com uma resistência flexural de 600 MPa (Giordano & McLaren, 2010; Raghavan, 2012).

A zircônia, cuja utilização tem vindo a aumentar ao longo dos anos, é um dos materiais que permite o fabrico de restaurações totalmente cerâmicas multiunitárias em áreas sujeitas a muito *stress*, apresentando uma resistência flexural que varia entre os 900 e 1100 MPa (Giordano & McLaren, 2010; Raghavan, 2012).

2. FRATURAS CERÂMICAS

Embora a evolução das cerâmicas tenha sido feita no sentido de melhorar a sua resistência à fratura, através do aumento do conteúdo cristalino na sua composição, a longevidade clínica das restaurações totalmente cerâmicas continua a ser uma preocupação (Blum *et al.*, 2012; Anusavice *et al.*, 2013). As cerâmicas dentárias são materiais de natureza friável, que apesar de resistentes às forças de compressão, são fracas no que concerne às forças de tração (Giordano & McLaren, 2010; Anusavice *et al.*, 2013; Zhang, Sailer & Lawn, 2013). Ainda que as forças oclusais sejam predominantemente forças de compressão, é inevitável o desenvolvimento de forças de tração. Como conseguinte, sob cargas oclusais repetitivas, pode haver a formação e propagação de *cracks* (*cracking*), fraturas de espessura parcial (*chipping*) e fraturas de espessura total nas restaurações totalmente cerâmicas (Zhang *et al.*, 2013).

O tipo de cerâmica, particularmente a sua microestrutura, a forma e espessura da restauração, a rugosidade da superfície interna, as condições e técnica de cimentação são algumas das variáveis que afetam a resistência das cerâmicas à fratura (Clelland, Ramirez, Katsube & Seghi, 2007; Zhang *et al.*, 2013). As causas de fratura mais comuns incluem a presença de defeitos estruturais no material, trauma e hábitos parafuncionais (Blum *et al.*, 2012).

No que respeita à cerâmica de dissilicato de lítio, uma revisão sistemática de Pieger, Salman e Bidra (2014) avaliou os resultados clínicos de restaurações deste material a curto e a médio prazo (1 a 5 anos e 5 a 10 anos, respetivamente). Em coroas unitárias, a curto prazo, a evidência indica uma taxa de sobrevivência excelente; a médio prazo, a evidência é ainda muito limitada. Em prótese parcial fixa, a evidência indica uma taxa de sobrevivência razoável a curto prazo, e pouco promissora a longo prazo. A revisão revela também que a maioria das falhas ocorre no setor posterior.

As complicações técnicas mais frequentemente associadas à cerâmica de dissilicato de lítio são a fratura da infra-estrutura, seguida do *chipping* e *cracking* limitado à cerâmica de revestimento. As complicações biológicas mais frequentes incluem a necessidade de tratamento endodôntico e a presença de cárie secundária (Conrad *et al.*, 2007; Pieger *et al.*, 2014). Nem todas as complicações implicam que a restauração seja refeita e, quando possível, deve ser feita a sua reparação estética e funcional (Conrad *et al.*, 2007;

Matinlinna & Vallittu, 2007; Reston *et al.*, 2008; Wahsh & Ghallab, 2015). A reparação permite preservar o corpo principal da restauração, evitando a redução desnecessária do remanescente dentário saudável; é ainda um procedimento menos dispendioso, e que requer um menor tempo de cadeira. A desvantagem é a sua menor longevidade face a uma substituição da restauração (Reston *et al.*, 2008; Blum *et al.*, 2012; Wahsh & Ghallab, 2015).

A reparação de uma restauração totalmente cerâmica não se encontra indicada quando a superfície de fratura se estende a uma área funcional; quando a reparação resulta numa alteração morfológica ou estética inaceitável; ou quando a reparação implica um recontorno tão grande que há um risco significativo de trauma pulpar (Hickel, Brühshaver & Ilie, 2013).

Tendo em conta as complicações que podem acometer as restaurações em cerâmica de dissilicato de lítio e as vantagens que estão associadas à sua reparação, torna-se necessário a existência duma forma previsível de as executar.

3. REPARAÇÃO DE UMA CERÂMICA VÍTREA

Para a reparação de restaurações totalmente cerâmicas, as resinas compostas híbridas, pelas suas propriedades mecânicas e óticas, são atualmente o material mais adequado (Reston *et al.*, 2008; Wahsh & Ghallab, 2015). A reparação de uma restauração cerâmica com um material resinoso implica o tratamento de superfície da cerâmica fraturada e a posterior aplicação de um adesivo para aderir o material restaurador (Reston *et al.*, 2008; Neis *et al.*, 2015).

3.1. Tratamento de Superfície

De uma forma geral, o tratamento de superfície de um material dentário visa aumentar a sua energia de superfície (Matinlinna & Vallittu, 2007). Uma vez que as cerâmicas dentárias apresentam diferentes microestruturas, a resposta a diferentes protocolos de tratamento de superfície para promover a adesão entre a cerâmica e um material resinoso é também diferente. Assim, o protocolo de tratamento de superfície a efetuar

está dependente da cerâmica a ser reparada (Neis *et al.*, 2015; Özcan & Volpato, 2015). O sucesso deste protocolo é essencial para que se estabeleça uma resistência adesiva adequada entre a cerâmica e a resina reparadora (Reston *et al.*, 2008; Colares *et al.*, 2013; Neis *et al.*, 2015; Özcan & Volpato, 2015).

Para o tratamento de superfície de cerâmicas vítreas existem duas abordagens possíveis, a abordagem micromecânica e a química, que podem ser utilizadas de forma isolada ou combinada. A abordagem micromecânica inclui tratamentos como a asperização através de brocas diamantadas, o jateamento com partículas de óxido de alumínio e o condicionamento com ácido (Matinlinna & Vallittu, 2007; Reston *et al.*, 2008; Colares *et al.*, 2013; Neis *et al.*, 2015). A abordagem química é feita através da aplicação de um silano (Matinlinna, Lassila, Özcan, Yli-Urpo & Vallittu, 2004; Matinlinna & Vallittu, 2007; Colares *et al.*, 2013; Murillo & De Goés, 2014; Neis *et al.*, 2015).

A investigação tem sublinhado que a combinação da abordagem mecânica e química é preferida na adesão entre cerâmica vítrea e resina (Matinlinna & Vallittu, 2007; Lung & Matinlinna, 2012; Murillo & De Góes, 2014). No caso particular da cerâmica vítrea de dissilicato de lítio, diferentes tratamentos de superfície foram já avaliados, tendo-se concluído que o condicionamento com ácido hidrofúorídrico seguido de silanização é a abordagem de eleição, promovendo a maior resistência adesiva (Della Bona, Anusavice & Shen, 2000; Matinlinna & Vallittu, 2007; Ho & Matinlinna, 2011; Neis *et al.*, 2015; Özcan & Volpato, 2015).

3.1.1. Condicionamento com Ácido Hidrofúorídrico

As cerâmicas vítreas, devido à sua natureza microestrutural, são sensíveis ao condicionamento com ácido hidrofúorídrico (Matinlinna & Vallittu, 2007; Özcan & Volpato, 2015). Como já referido, são materiais heterogêneos que contêm cristais envolvidos por uma fase vítrea à base de sílica. O condicionamento com ácido é responsável pela dissolução seletiva da fase vítrea destas cerâmicas, fenómeno que aumenta a sua área de superfície através da formação de microporosidades. Estas microporosidades são responsáveis por facilitar a retenção micromecânica do adesivo resinoso na cerâmica (Matinlinna & Vallittu, 2007; Reston *et al.*, 2008; Ho & Matinlinna, 2011; Colares *et al.*, 2013; Özcan & Volpato, 2015).

Uma outra função do ácido hidrófluorídrico é a limpeza da superfície cerâmica, através da remoção de debris e óxidos indesejados, o que aumenta a sua molhabilidade (Ho & Matinlinna, 2011; Colares *et al.*, 2013).

Em suma, o condicionamento com ácido hidrófluorídrico altera a área de superfície e a molhabilidade do substrato cerâmico, aumentando assim a sua energia livre de superfície e o potencial de adesão entre a cerâmica e o material resinoso.

Outra particularidade do condicionamento das cerâmicas vítreas com ácido hidrófluorídrico é a exposição da sílica e, portanto, dos grupos hidroxilo (OH⁻), o que, como veremos, é importante à silanização (Matinlinna & Vallittu, 2007; Colares *et al.*, 2013; Özcan & Volpato, 2015).

Após condicionamento ácido, a cerâmica de dissilicato de lítio encontra-se disponível para receber o silano.

3.1.2. Silanos

Os silanos representam um grupo de compostos orgânicos à base de sílica. Alguns silanos são agentes bifuncionais e, através duma reação dual, promovem a adesão entre materiais orgânicos e inorgânicos. Neste caso, os silanos são também designados de *primers* ou agentes de ligação, sendo utilizados no pré-tratamento de superfícies. São particularmente eficazes no aumento da adesão entre resinas e cerâmicas à base de sílica (Matinlinna *et al.*, 2004; Antonucci, Dickens, Fowler, Xu & McDonough, 2005; Matinlinna & Vallittu, 2007; Ho & Matinlinna, 2011; Lung & Matinlinna, 2012). Na reparação de cerâmicas, o silano é o agente responsável pela união química que se estabelece entre o substrato cerâmico e o adesivo resinoso, mediando a interação entre a sílica da superfície cerâmica, exposta pelo condicionamento ácido, e os monómeros do adesivo (Della Bona, Anusavice & Mecholsky Jr., 2003; Matinlinna *et al.*, 2004; Reston *et al.*, 2008; Colares *et al.*, 2013; Murillo & De Goés, 2014).

Os silanos que funcionam como agentes de ligação são normalmente silanos trialcóxi, representados pela fórmula geral $Y-(CH_2)_m-Si-(OR)_3$, onde Y representa um grupo orgânico não-hidrolisável; $-(CH_2)_m-$ um ligando entre o grupo Y e Si; e OR um grupo

hidrolisável (Matinlinna *et al.*, 2004; Antonucci *et al.*, 2005; Matinlinna & Vallittu, 2007). Cada um destes grupos apresenta particularidades que permitem ao silano desempenhar a sua função de *primer*.

- O grupo orgânico funcional não-hidrolisável (Y), ou grupo metacrilato, apresenta uma dupla ligação carbono-carbono (C=C), e pode co-polimerizar com os monómeros de uma matriz orgânica que contenham duplas ligações, como os de um adesivo resinoso (Matinlinna *et al.*, 2004; Matinlinna & Vallittu, 2007; Ho & Matinlinna, 2011);
- O grupo alcoxi hidrolisável (OR), após hidrólise, é capaz de se ligar a um substrato inorgânico, como uma cerâmica. A ligação ocorre por intermédio duma reação com um grupo OH⁻ existente à superfície desse substrato. Como grupos alcoxi existem, por exemplo, o metoxilo (-O-CH₃) e o etoxilo (-O-CH₂CH₃) (Matinlinna *et al.*, 2004; Matinlinna & Vallittu, 2007). Y-(CH₂)_m-Si-(OR)₃ apresenta três grupos alcoxi hidrolisáveis ligados a um átomo de sílica (Si) (Ho & Matinlinna, 2011).

3.1.2.1. Silanização

A química dos silanos pode ser algo complexa. Para que os silanos possam atuar como agentes de ligação na interface existente entre a matriz inorgânica e orgânica, devem primeiro sofrer hidrólise (ou ativação) e depois condensação (Matinlinna *et al.*, 2004; Antonucci *et al.*, 2005; Matinlinna & Vallittu, 2007; Ho & Matinlinna, 2011).

Numa solução à base de água e etanol, os grupos alcoxi (\equiv Si-OR) sofrem hidrólise e originam grupos acídicos silanol (\equiv Si-OH), reativos e hidrofílicos (Matinlinna *et al.*, 2004; Antonucci *et al.*, 2005; Matinlinna & Vallittu, 2007; Ho & Matinlinna, 2011). Esta reação ocorre a um pH de aproximadamente 4, e encontra-se representada na Figura 2 (Matinlinna *et al.*, 2004).

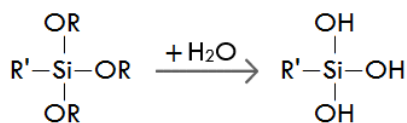


Figura 2 – Reação de hidrólise dos três grupos alcoxi de um silano trialcoxi. R' representa Y-(CH₂)_m
(Adaptado de Matinlinna *et al.*, 2004; Antonucci *et al.*, 2005; Matinlinna & Vallittu, 2007)

Na reação de condensação, os silanóis resultantes da reação de hidrólise são adsorvidos e depositados sobre a superfície do substrato. Num processo designado de condensação horizontal, os silanóis reagem entre si e formam ligações ramificadas siloxano (–Si – O – Si–), que são hidrofóbicas. Estas últimas, por sua vez, reagem com os grupos OH⁻ dos silanóis existentes à superfície do substrato inorgânico à base de sílica, estabelecendo-se ligações do tipo covalente, numa reação designada de condensação vertical. Todo este processo é designado de silanização e culmina com a formação de um complexo filme tridimensional siloxano sobre a superfície cerâmica (Matinlinna *et al.*, 2004; Antonucci *et al.*, 2005; Matinlinna & Vallittu, 2007; Ho & Matinlinna, 2011). A reação de condensação encontra-se representada na Figura 3.

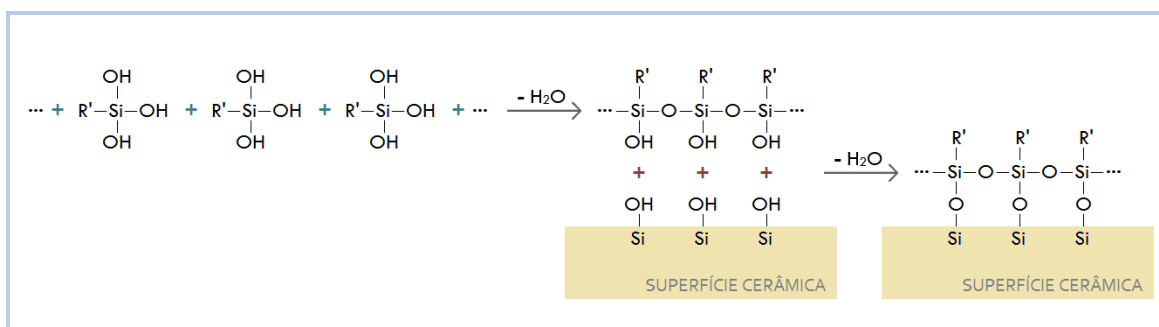


Figura 3 – Reação de condensação entre moléculas de silano trialcoxi. A primeira reação esquematiza a condensação horizontal, e a segunda esquematiza a condensação vertical. R' representa Y-(CH₂)_m–
(Adaptado de Matinlinna *et al.*, 2004; Antonucci *et al.*, 2005; Matinlinna & Vallittu, 2007)

A silanização converte uma superfície hidrofílica numa superfície hidrofóbica, pronta para receber o adesivo (Matinlinna & Vallittu, 2007; Neis *et al.*, 2015).

Os *primers* de silano promovem a adesão não só através da *silanização*, como também através de um processo designado de *condicionamento*, em que há um aumento da energia de superfície do substrato, fenómeno que se deve à baixa viscosidade do silano. Com o aumento da energia de superfície, o adesivo pode assim penetrar mais facilmente na cerâmica. O silano é capaz de aumentar até 25% a adesão da resina à cerâmica (Matinlinna *et al.*, 2004; Matinlinna & Vallittu, 2007; Ho & Matinlinna, 2011; Neis *et al.*, 2015; Wahsh & Ghallab, 2015).

A principal desvantagem do silano é a sua instabilidade hidrolítica a longo prazo, que causa a hidrólise e a quebra das ligações covalentes (Si–O) estabelecidas entre a sílica da cerâmica e o silano (Matinlinna *et al.*, 2004; Antonucci *et al.*, 2005; Wahsh & Ghallab, 2015).

3.1.2.2. Silanos Comerciais

Em medicina dentária, o *primer* de silano mais utilizado é o 3-metacriloxipropiltrimetoxisilano (MPS), um silano trialcoxi (Figura 4). A escolha do MPS como silano de eleição está baseada na compatibilidade que se verifica entre o seu grupo funcional metacrilato e os metacrilatos que normalmente compõem as matrizes orgânicas das resinas (Matinlinna *et al.*, 2004; Matinlinna & Vallittu, 2007; Ho & Matinlinna, 2011; Lung & Matinlinna, 2012). O MPS pode ser utilizado para otimizar e promover a adesão nas interfaces metal-compósito, cerâmica-compósito e compósito-compósito (Matinlinna *et al.*, 2004).

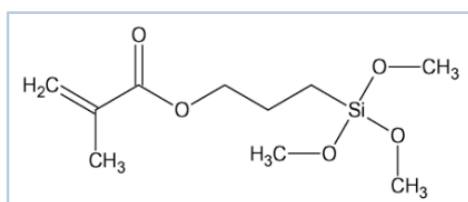


Figura 4 – Estrutura molecular do MPS (Adaptado de Matinlinna *et al.*, 2005)

Comercialmente, o MPS encontra-se disponível em soluções de um só frasco ou em dois frascos. Nos sistemas de um frasco, o silano encontra-se na sua forma pré-

hidrolisada (ou pré-ativada), diluído num solvente ácido que consiste usualmente numa mistura de água e etanol, e a uma concentração que varia entre 1 e 5% (vol). Uma baixa concentração de silano garante que este seja mantido num equilíbrio tal que os silanóis não polimerizem em solução. Além disso, o pH destas soluções comerciais é controlado de maneira a que se encontre entre 4 e 5; A um pH de 4, o silano apresenta a sua maior estabilidade, e a taxa de condensação encontra-se no seu mínimo (Matinlinna *et al.*, 2004; Antonucci *et al.*, 2005; Matinlinna, Lassila & Vallittu, 2006; Matinlinna & Vallittu, 2007; Ho & Matinlinna, 2011; Lung & Matinlinna, 2012).

Nos sistemas de dois frascos, um dos frascos contém o silano na sua forma não-hidrolisada numa solução de etanol, e o outro frasco contém uma solução aquosa de ácido acético ou um adesivo ácido. A hidrólise, ou ativação, ocorre em ambiente clínico, aquando da mistura do conteúdo dos dois frascos. É a água e a diminuição do pH que provocam a hidrólise do silano. Os sistemas de dois frascos apresentam uma maior estabilidade e, portanto, um maior tempo de prateleira (Matinlinna & Vallittu, 2007; Lung & Matinlinna, 2012; Yoshihara *et al.*, 2016).

3.2. Adesão

Desde a década de 50, e associado à investigação de Buonocore, o conceito de adesão ao esmalte tem-se mantido consistente. Por outro lado, a adesão à dentina é ainda um desafio, e a evolução dos sistemas adesivos tem sido feita à medida que melhor se compreende este substrato dentário. As sucessivas modificações efetuadas traduzem-se numa enorme multiplicidade de sistemas adesivos, havendo a necessidade de os classificar (Coelho, Canta, Martins, Oliveira & Marques, 2012; Perdigão, Reis & Loguercio, 2013; Alex, 2015).

Os sistemas adesivos podem ser classificados segundo a geração à qual pertencem, o tratamento da *smear layer* e o número de passos clínicos (Coelho *et al.*, 2012; Breschi, Ferracane, Cadenaro, Mazzoni & Hilton, 2013). De acordo com o tratamento da *smear layer*, são classificados em *etch-and-rinse (E&R)* e *self-etch (SE)*.

- Nos **sistemas adesivos E&R**, ou de condicionamento total, há a remoção total da *smear layer* através do condicionamento ácido seguido de lavagem (Breschi *et al.*, 2008; Coelho *et al.*, 2012; Breschi *et al.*, 2013);
- Nos **sistemas adesivos SE**, ou de autocondicionamento, há a manutenção deste substrato para a adesão (Breschi *et al.*, 2008; Coelho *et al.*, 2012; Breschi *et al.*, 2013).

3.2.1. Sistemas Adesivos *Etch-and-rinse*

A estratégia adesiva dos sistemas *E&R* envolve em primeira instância o condicionamento ácido do esmalte e dentina, seguindo-se depois a aplicação do *primer* e da resina adesiva (Peumans *et al.*, 2005; Breschi *et al.*, 2008; Van Meerbeek *et al.*, 2010; Rosa, Piva & Silva, 2015).

O condicionamento ácido, tipicamente com ácido fosfórico entre 30 a 40%, provoca a desmineralização do substrato dentário. No esmalte, um substrato rico em hidroxiapatite (HAp), formam-se microporosidades; na dentina, um substrato privado de HAp, há a exposição das fibras de colagénio que a compõem (Van Meerbeek *et al.*, 2010; Coelho *et al.*, 2012; Rosa *et al.*, 2015). O *primer* é o agente que promove a adesão à dentina; é responsável por tornar a superfície dentinária, de natureza hidrofílica, numa superfície mais hidrofóbica. Só assim a dentina consegue aceitar a resina adesiva, de características hidrofóbicas (Silva e Souza Jr., Carneiro, Lobato, Silva e Souza & De Góes, 2010; Breschi *et al.*, 2013; Perdigão *et al.*, 2013). A resina adesiva impregna o substrato poroso e co-polimeriza com o *primer* (Coelho *et al.*, 2012; Breschi *et al.*, 2013).

Neste processo, o material dentário inorgânico é substituído por monómeros de resina que infiltram e polimerizam *in situ* as zonas de desmineralização, havendo assim uma retenção micromecânica do adesivo. Na dentina forma-se a camada híbrida, uma camada de colagénio impregnada com extensões de resina (Peumans *et al.*, 2005; Landuyt *et al.*, 2007; Van Meerbeek *et al.*, 2010; Coelho *et al.*, 2012; Rosa *et al.*, 2015).

Estes sistemas, segundo o número de passos clínicos, podem ser classificados em sistemas de dois e de três passos (Figura 5). Os *E&R* de três passos representam o *gold standard* da adesão dentária. O sistema de dois passos é simplificado, reunindo o *primer* e a resina adesiva numa só solução (Peumans *et al.*, 2005; Van Meerbeek *et al.*, 2010; Coelho *et al.*, 2012; Breschi *et al.*, 2013; Rosa *et al.*, 2015). A resina adesiva dos sistemas de três passos consiste numa mistura de monómeros hidrofóbicos, normalmente bis-GMA (bisfenol-A-glicidil dimetacrilato) ou TEGDMA (trietilenoglicol dimetacrilato), sem solventes (Coelho *et al.*, 2012; Breschi *et al.*, 2013).

3.2.2. Sistemas Adesivos *Self-etch*

Na estratégia *E&R*, os monómeros adesivos infiltram o substrato poroso após o condicionamento ácido. Em oposição, na estratégia *SE*, monómeros ácidos desmineralizam e infiltram o substrato dentário ao mesmo tempo. A água é um solvente indispensável a estes sistemas adesivos, sendo responsável pela ionização dos monómeros ácidos que dão início ao processo de desmineralização (Peumans *et al.*, 2005; Landuyt *et al.*, 2007; Breschi *et al.*, 2008; Silva e Souza Jr. *et al.*, 2010; Coelho *et al.*, 2012; Breschi *et al.*, 2013).

O mecanismo de adesão dos sistemas *SE* assenta na retenção micromecânica e é complementado por uma interação química que se estabelece entre os grupos funcionais fosfato ou carboxilo de monómeros funcionais com a HAp residual (Peumans *et al.*, 2005; Coelho *et al.*, 2012; Breschi *et al.*, 2013).

De acordo com o número de passos clínicos, os sistemas *SE* podem ser de um ou dois passos (Figura 5). Os sistemas *SE* de dois passos utilizam um *primer* ácido, seguido de um adesivo resinoso semelhante àquele que é utilizado na técnica *E&R* de três passos. Os sistemas *SE* de um passo combinam o *primer* ácido e o adesivo (Breschi *et al.*, 2008; Coelho *et al.*, 2012; Breschi *et al.*, 2013).










SISTEMA ADESIVO				
Tratamento da <i>Smear Layer</i>	<i>Etch-and-rinse</i>		<i>Self-etch</i>	
Passos Clínicos	3	2	2	1
<i>Etching</i>				
<i>Priming</i>				
<i>Bonding</i>				

Figura 5 – Classificação dos sistemas adesivos segundo o tratamento da *smear layer* e o números de passos clínicos

3.2.3. Componentes dos Sistemas Adesivos

Independentemente da sua classificação, os sistemas adesivos apresentam entre si constituintes semelhantes. São compostos por monómeros de resina, solventes orgânicos, iniciadores, inibidores e partículas de carga; cada um destes com uma função específica (Landuyt *et al.*, 2007; Breschi *et al.*, 2013).

3.2.3.1. HEMA

Importa referir o co-monómero monofuncional 2-hidroxietil metacrilato (HEMA). A incorporação deste monómero no *primer* dos sistemas adesivos *E&R* e *SE* visa diminuir a viscosidade e aumentar a capacidade de impregnação do adesivo sobre o substrato dentário; o HEMA aumenta a permeabilidade dentinária e possibilita uma melhor difusão dos monómeros adesivos (Landuyt *et al.*, 2007; Silva e Souza Jr. *et al.*, 2010; Coelho *et al.*, 2012; Perdigão *et al.*, 2013).

A sua natureza hidrofílica é uma das características responsáveis por tornar este co-monómero um excelente promotor da adesão. Por outro lado, esta característica confere ao HEMA a apetência para absorver água no seu estado não-polimerizado e polimerizado. Quando não-polimerizado, a absorção de água pode conduzir à diluição do co-monómero a uma extensão tal que a sua polimerização é inibida, fenómeno que se

traduz numa baixa resistência adesiva inicial. Na sua forma polimerizada, a absorção de água pode causar a degradação da camada adesiva por hidrólise, num fenómeno designado de degradação hidrolítica (Landuyt *et al.*, 2007; Silva e Souza Jr. *et al.*, 2010; Coelho *et al.*, 2012; Hickel *et al.*, 2013). A hidrólise quebra as ligações covalentes existentes entre os polímeros, o que resulta na degradação do adesivo e, como consequência, compromete a resistência adesiva a longo prazo (Breschi *et al.*, 2008; Silva e Souza Jr. *et al.*, 2010; Perdigão *et al.*, 2013; Staxrud & Dahl, 2015).

3.2.3.2. Solventes

É também relevante referir os solventes. A água, o etanol e a acetona são os solventes mais utilizados nos sistemas adesivos, sendo a sua função assegurar a dissolução dos monómeros, proporcionado um contacto íntimo entre estes últimos e o substrato dentário. No caso dos sistemas *SE*, como já referido, a água é necessária à ionização dos monómeros acídicos (Landuyt *et al.*, 2007; Silva e Souza Jr. *et al.*, 2010). Após aplicação, o solvente deve ser eliminado; no entanto, em ambiente clínico, a sua eliminação é difícil. O solvente remanescente pode comprometer a polimerização devido à diluição dos monómeros, o que resulta em falhas e uma maior permeabilidade na camada adesiva (Zohairy, De Gee, Hassan, Feilzer, 2004; Landuyt *et al.*, 2007; Silva e Souza Jr. *et al.*, 2010).

Em suma, o HEMA, monómeros adesivos acidificados e solventes, particularmente a água, conferem aos adesivos uma natureza química hidrofílica e, portanto, uma maior apetência para a absorção e retenção de água, característica que os torna mais vulneráveis à degradação hidrolítica. Os sistemas adesivos *SE*, em comparação aos *E&R*, possuem uma natureza muito hidrofílica, comportando-se como membranas semipermeáveis (Breschi *et al.*, 2008; Silva e Souza Jr. *et al.*, 2010; Coelho *et al.*, 2012; Breschi *et al.*, 2013; Perdigão *et al.*, 2013).

3.2.4. Adesão à Cerâmica em Reparações

A utilização de um agente adesivo intermediário melhora significativamente a adaptação do compósito à restauração cerâmica. O agente adesivo, face à resina composta, apresenta uma maior capacidade de molhamento, o que permite uma redução do número e tamanho de falhas existentes na interface adesiva e um maior envolvimento na reação entre os monómeros de resina e os grupos organofuncionais dos silanos (Zohairy *et al.*, 2004; Özcan & Volpato, 2015; Yoshihara *et al.*, 2016).

Os monómeros do agente adesivo penetram nas irregularidades criadas pelo tratamento de superfície, garantindo assim a sua retenção micromecânica. Ao mesmo tempo, estabelecem-se ligações do tipo covalente entre os monómeros do agente adesivo e os grupos organofuncionais dos silanos (Zohairy *et al.*, 2004; Antonucci *et al.*, 2005; Ho & Matinlinna, 2011; Yoshihara *et al.*, 2016).

Muitos agentes adesivos incluem na sua composição solventes e monómeros hidrofílicos, como o HEMA. A utilização destes agentes adesivos hidrofílicos, vulneráveis à degradação hidrolítica, deve ser evitada em reparações de cerâmica, uma vez que apresentam uma influência negativa na durabilidade da adesão resina-cerâmica (Zohairy *et al.*, 2004; Breschi *et al.*, 2008; Hickel *et al.*, 2013; Perdigão *et al.*, 2013).

Assim, nas reparações de cerâmica aconselha-se a utilização de uma resina hidrofóbica não-solvatada, como a que compõe os sistemas adesivos *E&R* de três passos. Esta resina adesiva é pouco permeável à água e, conseqüentemente, impede o seu movimento ao longo da interface adesiva, salvaguardando-a da ação da hidrólise (Breschi *et al.*, 2008; Silva e Souza Jr. *et al.*, 2010; Coelho *et al.*, 2012).

Após a aplicação do agente adesivo intermediário, a cerâmica é restaurada. A camada superficial inibida pelo oxigénio do adesivo co-polimeriza com o compósito (Özcan, Barbosa, Melo, Galhano & Bottino, 2007; Breschi *et al.*, 2013).

3.2.5. Novos Sistemas Adesivos - Sistemas Adesivos Universais

Recentemente foram introduzidos no mercado os adesivos universais ou multimodo. São adesivos simplificados que compreendem todos os componentes num só frasco, e podem ser utilizados segundo a estratégia adesiva *E&R*, *SE* e condicionamento seletivo do esmalte (*selective enamel etching*) (Isolan *et al.*, 2014; Perdigão & Loguercio, 2014; Perdigão & Swift Jr., 2015; Rosa *et al.*, 2015). A tendência nos últimos anos tem sido não só simplificar os sistemas adesivos, como também torná-los universais, permitindo a adesão a diferentes substratos químicos. Estes adesivos universais podem ser utilizados em restaurações diretas e indiretas, e combinados com materiais foto, auto e de dupla polimerização (Isolan *et al.*, 2014; Alex, 2015; Passia, Lehmann, Freitag-Wolf & Kern, 2015).

A composição destes adesivos é uma mistura otimizada de (1) monómeros funcionais acídicos, que tornam o *SE* possível; (2) monómeros de caráter hidrofílico, como o HEMA, capazes de interagir com os tecidos dentários inerentemente húmidos; e (3) monómeros hidrofóbicos como o bis-GMA, que desencorajam a sorção de água pela interface adesiva ao longo do tempo (Isolan *et al.*, 2014; Alex, 2015). A água é outro dos componentes essenciais, permitindo a dissociação dos monómeros funcionais acídicos inerentes a estes adesivos. Pela sua composição torna-se evidente que estes adesivos muito provavelmente sofrem um padrão de degradação hidrolítica semelhante aos restantes adesivos simplificados (Perdigão & Loguercio, 2014; Alex, 2015; Perdigão & Swift Jr., 2015).

Os ésteres de fosfato (R-O-PO₃H₂) são o principal monómero adesivo funcional dos adesivos universais, apresentando capacidade de adesão química a metais, à zircónia e aos tecidos dentários. É a sua natureza acídica que lhes confere a capacidade de desmineralizar os tecidos dentários, permitindo o *SE* (Alex, 2015). O 10-metacrilóiloxidecil dihidrogenofosfato (10-MDP) é um éster de fosfato capaz de interagir ionicamente com o cálcio da HAp do esmalte e da dentina. Foi originalmente sintetizado pela Kuraray Medical Inc. (Osaka, Japão), e o seu potencial tem sido bastante explorado desde que a sua patente expirou, em 2003. É atualmente considerado o monómero funcional mais promissor na adesão química aos substratos dentários, melhorando não só as forças de resistência adesiva, como também a qualidade e longevidade da adesão (Landuyt *et al.*, 2007; Silva e Souza Jr. *et al.*, 2010; Van

Meerbeek *et al.*, 2010; Alex, 2015). Uma particularidade importante deste monómero ácido é que parece ser aquele que tem maior caráter hidrofóbico, o que poderá explicar a maior longevidade adesiva (Landuyt *et al.*, 2007; Alex, 2015).

Alguns fabricantes defendem que os adesivos universais podem também ser utilizados como *primer* de substratos que incluem a zircônia, metais nobres e não-nobres. Há ainda fabricantes que incorporam silano na formulação dos adesivos universais, com o objetivo de simplificar a adesão às cerâmicas vítreas e à resina, dispensando a aplicação de um *primer* de silano separado (Tabela 1). Neste caso, torna-se importante que a restante composição química do adesivo universal não interfira na estabilidade do silano e na sua *performance* (Isolan *et al.*, 2014; Alex, 2015; Kalavacharla, Lawson, Ramp & Burgess, 2015; Perdigão & Swift Jr., 2015). Outros adesivos universais, no entanto, não apresentam silano na sua constituição, mas têm indicação na adesão à cerâmica vítrea dispensando o *primer* de silano, o que parece questionável (Passia *et al.*, 2015).

Tabela 1 – Presença, ou não, de silano na composição de alguns adesivos universais.

Adesivo Universal	+ Silano?
All-Bond Universal® (Schaumburg, IL, USA)	–
Scotchbond™ Universal (3M ESPE, St. Paul, MN, USA)	✓
Prime&Bond Elect™ (Dentsply, Australia)	–
Clearfil™ Universal Bond (Kuraray Dental, Okayama, Japan)	✓
Futurabond U (VOCO, Cuxhaven, Germany)	–

Dados compilados a partir dos *MSDS* de cada adesivo

Assim, no caso de reparações efetuadas sobre uma cerâmica vítrea, como a de dissilicato de lítio, importa investigar se a eficácia adesiva dum adesivo universal, dispensando a utilização de um *primer* de silano, é equiparável à do protocolo tradicional que até hoje tem sido utilizado (i.e., aplicação de um *primer* de silano sobre a superfície de cerâmica condicionada com ácido hidrófluorídrico, seguido duma resina hidrofóbica não-solvada) (Kim *et al.*, 2015; Wahsh & Ghallab, 2015; Al-Thagafi, Al-Zordk & Saker, 2016).

4. AVALIAÇÃO DA RESISTÊNCIA ADESIVA

De forma a prever a *performance* clínica dos sistemas adesivos, vários testes têm sido utilizados para medir a eficácia da resistência adesiva. Dependendo da área de superfície aderida, estes testes podem ser classificados em macro e micro (Tabela 2). Nos testes com uma configuração macro, a área aderida é superior a 3mm²; e nos testes com uma configuração micro, a área aderida é aproximadamente 1mm² (Van Meerbeek *et al.*, 2010).

Tabela 2 – Testes de medição da resistência adesiva (Adaptado de Van Meerbeek *et al.*, 2010)

	Testes de Configuração Macro	Testes de Configuração Micro
Resistência Adesiva à Tração	Teste à Macrotração (TBS)	Teste à Microtração (μ TBS)
Resistência Adesiva ao Cisalhamento	Teste ao Macrocisalhamento (SBS)	Teste ao Microcisalhamento (μ SBS)

O teste de resistência adesiva ao macrocisalhamento, pela sua facilidade e rapidez de execução, é um dos mais utilizados (Van Meerbeek *et al.*, 2010). A utilização deste teste, no entanto, tem sido muito criticada, uma vez que a concentração da força se faz ao nível do ponto de carga, não havendo uma distribuição de forças uniforme ao nível da interface adesiva; este fenómeno conduz muitas vezes a falhas coesivas no substrato, que impedem uma correta medição da resistência adesiva entre as interfaces (Zohairy *et al.*, 2004; Van Meerbeek *et al.*, 2010; Della Bona *et al.*, 2014).

Na procura de um método que produzisse uma distribuição de forças uniforme ao longo da interface adesiva, foi desenvolvido o teste de resistência à microtração. Na avaliação da qualidade adesiva entre a cerâmica e a resina composta, este é o teste mais adequado (Della Bona *et al.*, 2003; Della Bona *et al.*, 2014). Para além da vantagem já referida, destaca-se ainda o facto deste teste permitir a obtenção de um maior número de microespécimes a partir da mesma amostra. Como desvantagens, é importante referir que durante o corte das amostras para obtenção de microespécimes se podem desenvolver defeitos na interface adesiva que, por conseguinte, podem subestimar o

valor da verdadeira resistência adesiva. Outra desvantagem são as frequentes falhas pré-teste (Zohairy *et al.*, 2004; Van Meerbeek *et al.*, 2010).

5. MÉTODOS DE ENVELHECIMENTO DE AMOSTRAS

Em meio oral, os materiais restauradores são desafiados por agentes químicos e mecânicos, que aceleram a sua degradação. Um sistema adesivo com uma resistência adesiva inicial alta poderá ser uma opção tentadora para o clínico, no entanto, a durabilidade dessa adesão é o verdadeiro indicador da *performance* desse sistema adesivo. Assim sendo, na pesquisa laboratorial, para além da medição da resistência adesiva imediata (ou de 24h), torna-se fundamental submeter as amostras a um processo de envelhecimento *in vitro* semelhante ao que ocorre na cavidade oral, para compreender o processo de degradação (Zohairy *et al.*, 2004; Souza, Apolonio, Souza, Carrilho & Saboia, 2015).

Os métodos de envelhecimento *in vitro* mais utilizados incluem a termociclagem e o armazenamento em água desionizada. Outros métodos incluem o armazenamento em substâncias químicas e a sujeição das amostras a cargas mecânicas (Zohairy *et al.*, 2004; Souza *et al.*, 2015).

Para avaliação da resistência adesiva após envelhecimento, o armazenamento em água desionizada a 37°C é um método bastante validado, já estando reportado que após o período de três meses todos os adesivos apresentam degradação mecânica e morfológica semelhante à que ocorre *in vivo*. Afinal, a água está presente em todas as reações de degradação que ocorrem no meio ambiente oral (Zohairy *et al.*, 2004; Van Meerbeek *et al.*, 2010; Souza *et al.*, 2015).

II. OBJETIVO

O objetivo deste estudo é:

Avaliar *in vitro* a resistência adesiva (μTBS) entre uma cerâmica de dissilicato de lítio e um material restaurador, utilizando diferentes sistemas adesivos universais e fazendo variar a aplicação prévia de um *primer* de silano.

1. HIPÓTESES DE ESTUDO

Hipótese Nula 1: Não há diferença na resistência adesiva entre uma cerâmica de dissilicato de lítio e um material restaurador quando um *primer* de silano é aplicado previamente ao sistema adesivo universal com silano em estudo.

Hipótese Alternativa 1: Há diferença na resistência adesiva entre uma cerâmica de dissilicato de lítio e um material restaurador quando um *primer* de silano é aplicado previamente ao sistema adesivo universal com silano em estudo.

Hipótese Nula 2: Não há diferença na resistência adesiva entre uma cerâmica de dissilicato de lítio e um material restaurador quando um *primer* de silano é aplicado previamente ao sistema adesivo universal sem silano em estudo.

Hipótese Alternativa 2: Há diferença na resistência adesiva entre uma cerâmica de dissilicato de lítio e um material restaurador quando um *primer* de silano é aplicado previamente ao sistema adesivo universal sem silano em estudo.

Hipótese Nula 3: Na utilização de diferentes sistemas adesivos universais (com ou sem silano na sua composição), avaliados no presente estudo, não há diferença na resistência adesiva entre uma cerâmica de dissilicato de lítio e um material restaurador.

Hipótese Alternativa 3: Na utilização de diferentes sistemas adesivos universais (com ou sem silano na sua composição), avaliados no presente estudo, há diferença na resistência adesiva entre uma cerâmica de dissilicato de lítio e um material restaurador.

As hipóteses serão testadas em dois momentos distintos:

- Após armazenamento das amostras durante o período de 24h;
- Após armazenamento das amostras durante o período de três meses.

III. MATERIAIS E MÉTODOS

Preparação do Substrato

Cinco blocos (12 x 14 x 18mm) de cerâmica vítrea reforçada por dissilicato de lítio (IPS e.max[®] CAD; Ivoclar Vivadent) no estado pré-cristalino (Figura 6) foram sinterizados segundo as instruções do fabricante (Programat[®] P300/G2; Ivoclar Vivadent). Cada bloco foi posteriormente dividido em duas metades utilizando um disco de diamante a baixa velocidade constantemente irrigado com água (IsoMet[®] 1000; Buehler, Bluff, IL, USA), obtendo-se assim dez blocos de cerâmica (12 x 14 x 8mm) (Figura 7).



Figura 6 – Blocos de cerâmica e.max[®] CAD (Ivoclar Vivadent) no estado pré-cristalino



Figura 7 – Amostras ($n=10$) de cerâmica e.max[®] CAD (Ivoclar Vivadent) após sinterização e corte dos blocos

Os dez blocos foram armazenados em água desionizada numa estufa (Memmert INE 400; Memmert, Germany) à temperatura de 37°C (Figura 8), durante o período de duas semanas.

Para standardização, a secção a aderir (12 x 14mm) de cada bloco foi mecanicamente regularizada e polida a baixa velocidade com uma lixa de carbetto de silício de granulação 600 (Buehler), continuamente irrigada com água, durante 20s (LaboPol; Struers, Ballerup, Denmark) (Figura 9, 10 e 11) (Isolan *et al.*, 2014; Kim *et al.*, 2015; Neis *et al.*, 2015; Passia *et al.*, 2015).



Figura 8 – Estufa Memmert INE 400



Figura 9 – LaboPol, Struers

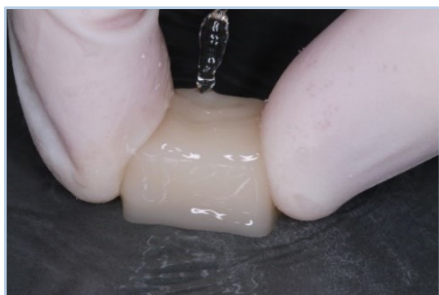


Figura 10 – Regularização e polimento da secção a aderir do bloco de cerâmica

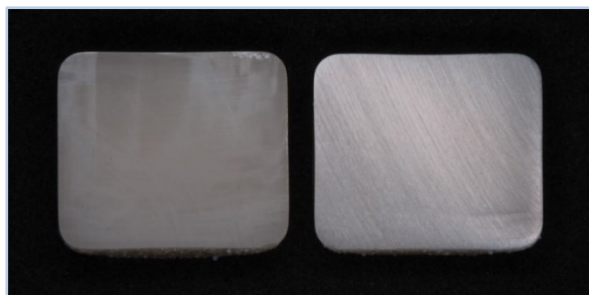


Figura 11 – Aspeto macroscópico da secção a aderir de cada bloco, antes da regularização e polimento (à esquerda), e após a regularização e polimento (à direita)

Após este procedimento, os blocos foram submetidos a limpeza ultrassónica em água desionizada durante 10 min (Colares *et al.*, 2013; Neis *et al.*, 2015).

A secção a aderir de cada espécime foi posteriormente condicionada com ácido hidrófluorídrico a 5% (IPS Ceramic Etching Gel, Ivoclar Vivadent) durante 20s (Figura 12), e lavada com água corrente durante 30s (Figura 13) (Murillo & De Góes, 2014; Kalavacharla *et al.*, 2015; Passia *et al.*, 2015; Siqueira *et al.*, 2016).

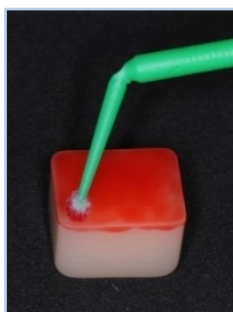


Figura 12 – Aplicação do ácido hidrófluorídrico

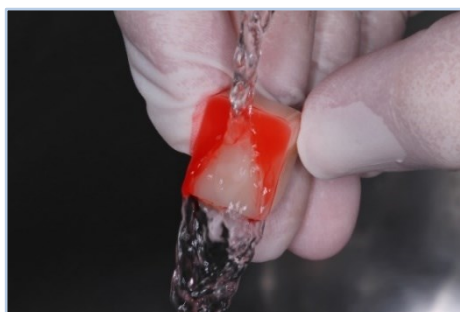


Figura 13 – Lavagem do ácido hidrófluorídrico

Aplicou-se ácido ortofosfórico a 37% (Scotchbond™ Etchant Gel; 3M ESPE) durante 30s e lavou-se o espécime com água corrente durante 30s (Figura 14 e 15) (Zohairy *et al.*, 2004; Neis *et al.*, 2015). Depois, secou-se a superfície cerâmica durante 30s com jato de ar sem óleos e/ou água (Figura 16) (Passia *et al.*, 2015; Siqueira *et al.*, 2016).

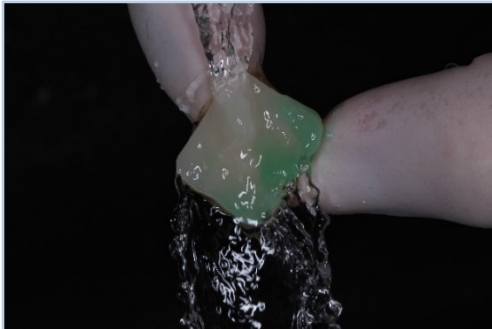


Figura 14 – Lavagem do ácido ortofosfórico (amostra ainda com ácido)



Figura 15 – Lavagem do ácido ortofosfórico (amostra sem ácido)

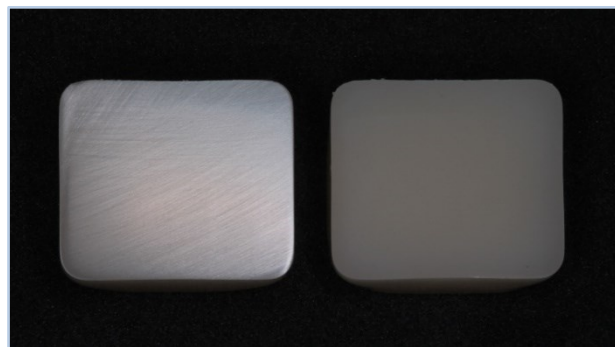


Figura 16 – Aspecto macroscópico da seção a aderir de cada bloco, após regularização e polimento (à esquerda), e após condicionamento com ácido hidrofúorídrico (à direita)

Em cada bloco de cerâmica foi montado um porta-matriz universal com uma matriz metálica composta (Figura 17 e 18).



Figura 17 – Matriz composta (vista superior) **Figura 18** – Matriz composta (vista anterior)

Agrupamentos das Amostras

Os dez blocos de cerâmica foram aleatoriamente divididos em cinco grupos, de acordo com o protocolo adesivo e com a prévia utilização, ou não, de um *primer* de silano (Tabela 3).

No **grupo 1 (SiA)**, o controlo positivo, colocou-se com um *microbrush* uma fina camada de silano (BIS-SILANE™; Bisco, Schaumburg, IL, USA) (Figura 19) sobre a superfície a aderir, deixou-se reagir durante 30s e aplicou-se jato de ar para assegurar a evaporação do solvente, respeitando as instruções do fabricante (Figura 20 e 21). Depois, fez-se a aplicação da resina adesiva Adper™ Scotchbond™ Multi-Purpose Adhesive (3M ESPE, St. Paul, MN, USA) (Figura 22) e fotopolimerizou-se durante 10s com um fotopolimerizador de lâmpada halogénea (Optilux 501; Kerr, Orange, USA), com uma intensidade mínima de 500 mW/cm², também respeitando as instruções do fabricante (Figura 23 e 24). A intensidade da luz foi controlada a cada espécime com o radiómetro Optilux Radiometer (Kerr).



Figura 19
BIS-SILANE™



Figura 20 e 21 – Protocolo de aplicação do BIS-SILANE™
(colocação com um *microbrush* e aplicação de jato de ar)



Figura 22 – Adper™
Scotchbond™
Multi-Purpose
Adhesive



Figura 23 e 24 – Protocolo de aplicação do Adper™
Scotchbond™ Multi-Purpose Adhesive
(colocação e fotopolimerização)

No **grupo 2 (SU)** aplicou-se um adesivo universal com silano na sua composição, o Scotchbond™ Universal (3M ESPE) (Figura 25). Empregou-se o adesivo ativamente durante 20s; aplicou-se depois o jato de ar durante 5s, levemente, até que o adesivo não se movesse e o solvente evaporasse completamente (Figura 26 e 27). Por fim, fotopolimerizou-se durante 10s com o Optilux 501 (Kerr) a uma intensidade mínima de 500 mW/cm², respeitando assim as instruções do fabricante.



Figura 25
Scotchbond™
Universal

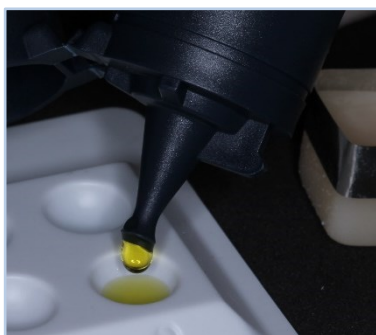


Figura 26 – Colocação do
Scotchbond™ Universal num
recipiente de plástico descartável



Figura 27 – Aplicação do Scotchbond™
Universal

No **grupo 3 (SiSU)** aplicou-se BIS-SILANE™ e Scotchbond™ Universal, de acordo com as instruções do fabricante já referidas.

No **grupo 4 (F)** aplicou-se um adesivo universal sem silano na sua composição, mas com indicação na reparação de cerâmicas vítreas e, segundo o fabricante, sem a necessidade prévia de aplicar um *primer* de silano isolado – o Futurabond U (VOCO, Cuxhaven, Germany) (Figura 28). Aplicou-se ativamente o adesivo com um *microbrush* durante 20s, tendo-se depois secado levemente com jato de ar durante 5s, até que o adesivo deixasse de se mover e o solvente evaporasse completamente (Figura 29). Fotopolimerizou-se durante 10s com o Optilux 501 (Kerr), com uma intensidade mínima de 500 mW/cm². Respeitaram-se as instruções do fabricante.



Figura 28 – Futurabond U



Figura 29 – Aplicação do Futurabond U

No **grupo 5 (SiF)**, para além do Futurabond U, aplicou-se previamente o BIS-SILANE™, seguindo as instruções do fabricante já mencionadas.

Tabela 3 – Códigos dos grupos de acordo com a utilização de silano e/ou adesivo

Código do Grupo	Silano e/ou Adesivo
SiA	BIS-SILANE™ (Bisco) e
	Adper™ Scotchbond™ Multi-purpose Adhesive (3M ESPE)
SU	Scotchbond™ Universal (3M ESPE)
SiSU	BIS-SILANE™ (Bisco) e Scotchbond™ Universal (3M ESPE)
F	Futurabond U (VOCO)
SiF	BIS-SILANE™ (Bisco) e Futurabond U (VOCO)

Aplicação da Resina Composta

Após fotopolimerização do adesivo, os blocos foram reparados com resina composta fotopolimerizável nanohíbrida (Grandio[®]; VOCO). A resina foi aplicada com auxílio de instrumentos manuais em três incrementos de 2mm (Figura 30). A cada incremento, fotopolimerizou-se durante 40s (Optilux 501), mantendo a ponta emissora o mais próximo possível da superfície da restauração, e a uma intensidade mínima de 500 mW/cm². Respeitaram-se as instruções do fabricante.

Adicionalmente, sobre o último incremento de resina, foi colocada uma folha de acetato previamente à fotopolimerização, de maneira a se obter uma superfície lisa e a prevenir a formação da camada inibida pelo oxigênio (Figura 31).



Figura 30 – Restauração do bloco de cerâmica com resina composta Grandio[®]

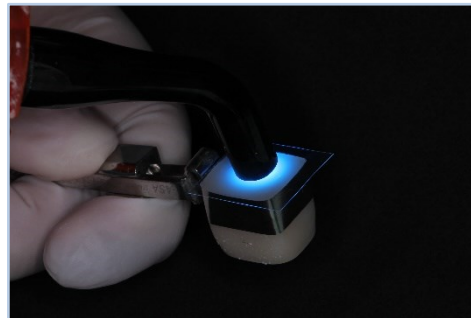


Figura 31 – Fotopolimerização da última camada de resina

O porta-matriz universal auxiliou na padronização da espessura dos incrementos e no tamanho final da amostra.

Por fim, removeu-se o porta-matriz universal e a matriz composta, e aplicou-se glicerina líquida (Produtos Sodacasa, A.M.C. Cunha, Lda, Portugal) sobre as restantes quatro faces de resina. Fotopolimerizou-se cada face durante 20s, de forma a garantir uma ótima polimerização (Figura 32 e 33).



Figura 32 – Fotopolimerização de cada face lateral da restauração em resina



Figura 33 – Bloco de cerâmica restaurado

A descrição dos materiais utilizados neste estudo encontra-se na Tabela 6.

Sub-agrupamento das Amostras

Cada grupo ($n=2$) foi dividido em dois subgrupos, o subgrupo I e o subgrupo E, cada um com um espécime (Tabela 4). No subgrupo I, o espécime foi armazenado num recipiente fechado durante 24h em água desionizada, numa estufa à temperatura de 37°C (Memmert INE 400), para posteriormente se testar a resistência adesiva imediata (Kim *et al.*, 2015; Wahsh & Ghallab, 2015; Siqueira *et al.*, 2016). No subgrupo E, o espécime foi armazenado durante três meses em água desionizada, na mesma estufa a 37°C, para se testar a resistência adesiva após envelhecimento (Figura 34) (Van Meerbeek *et al.*, 2010; Souza *et al.*, 2015).

Tabela 4 – Códigos dos sub-grupos de acordo com o tempo de armazenamento

Grupo	Código do Sub-grupo	
	Armazenamento 24h (água desionizada, 37°C)	Armazenamento 3 meses (água desionizada, 37°C)
SiA	SiA-I	SiA-E
SU	SU-I	SU-E
SiSU	SiSU-I	SiSU-E
F	F-I	F-E
SiF	SiF-I	SiF-E



Figura 34 – Recipiente para armazenamento das amostras de cada sub-grupo

A Tabela 5 esquematiza o protocolo de cada um dos grupos.

Tabela 5 – Esquematização do protocolo

	Grupo SiA	Grupo SU	Grupo SiSU	Grupo F	Grupo SiF
Substrato	IPS e.max [®] CAD				
Tratamento de Superfície Micromecânico	Ácido hidrófluídrico a 5% (20 s)				
Tratamento de Superfície Químico	BIS-SILANE [™] (Bisco)	–	BIS-SILANE [™] (Bisco)	–	BIS-SILANE [™] (Bisco)
Adesivo	Adper [™] Scotchbond [™] Multi-Purpose Adhesive (3M ESPE)	Scotchbond [™] Universal (3M ESPE)	Scotchbond [™] Universal (3M ESPE)	Futurabond U (VOCO)	Futurabond U (VOCO)
Reparação	Grandio [®] (VOCO)				
Armazenamento	Água desionizada a 37°C				
24h	Grupo SiA-I	Grupo SU-I	Grupo SiSU-I	Grupo F-I	Grupo SiF-I
3 meses	Grupo SiA-E	Grupo SU-E	Grupo SiSU-E	Grupo F-E	Grupo SiF-E

Tabela 6 – Materiais utilizados na presente investigação

MATERIAL	COMPOSIÇÃO	LOTE
Cerâmica Vítrea Reforçada por Dissilicato de Lítio		
IPS e.max® CAD HT A2 / C14 (Ivoclar Vivadent)	SiO ₂ ; Li ₂ O; K ₂ O; P ₂ O ₅ ; ZrO ₂ ; ZnO; outros óxidos; pigmentos à base de óxidos	V01091
Ácido Hidrofluorídrico		
IPS Ceramic Etching Gel (5%) (Ivoclar Vivadent)	ácido hidrofluorídrico	V00017
Ácido Ortofosfórico		
Scotchbond™ Etchant Gel (37%) (3M ESPE)	Ácido ortofosfórico, água, poli(vinil álcool)	N250030
Silano		
BIS-SILANE™, Part A & B (Bisco)	etanol; silano	1600001742
Resina Adesiva		
Adper™ Scotchbond™ Multi-Purpose Adhesive (3M ESPE)	bis-GMA; HEMA; iniciador	N740020
Adesivo Universal		
Scotchbond™ Universal Adhesive (3M ESPE)	10-MDP; resinas dimetacrilato; HEMA; copolímero do ácido polialcenóico modificado por metacrilato; nanopartículas; etanol; água; iniciadores; silano	623900
Futurabond U Adhesive SingleDose (VOCO)	HEMA; bis-GMA; HEDMA; monómero adesivo ácido; uretano dimetacrilato; catalisador; nanopartículas de sílica; etanol	1605101
Resina Composta Nanohíbrida		
Grandio® Universal Nano-hybrid Restorative Material, A2 (VOCO)	mistura de diferentes dimetacrilatos; partículas de sílica; iniciadores; pigmentos; aminas; aditivos	1608297

Nota: Dados providenciados pelos MSDS de cada material

Preparação das Amostras para Microtração

Após armazenamento, os espécimes de cerâmica reparados com resina foram seccionados numa máquina de corte (IsoMet[®] 1000) (Figura 35) com um disco de diamante a baixa velocidade, constantemente irrigado com água. Os blocos foram inicialmente fixados com cera colante (Deiberit 502[®]; Siladent, Goslar, Germany) numa base acrílica anexa à máquina de corte (Figura 36). Posteriormente, foram seccionados nas direções *x* e *y*, perpendicularmente à interface adesiva, para obter microbarras com uma área seccional de aproximadamente 1 mm² (Figura 37).



Figura 35 – IsoMet[®] 1000 (Buehler)

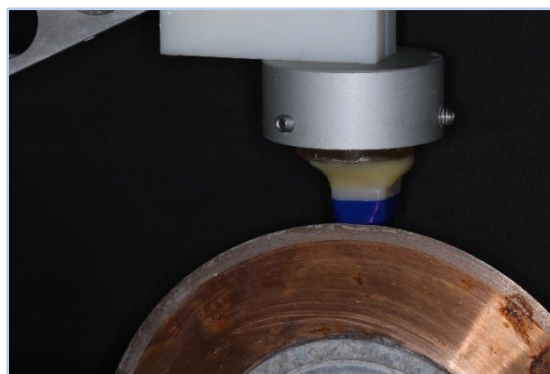


Figura 36 – Corte dos espécimes

Em todos os blocos, a primeira secção, com aproximadamente 2.5 mm de espessura, foi descartada devido à possibilidade de existir excesso ou defeito de adesivo nessa zona da interface, que poderia afetar os resultados. Só as microbarras da zona central da amostra foram guardadas para a experiência (Özcan *et al.*, 2007; Colares *et al.*, 2013). Para cada grupo, obtiveram-se entre 20 a 30 microbarras, respeitando a norma ISO 6872:2015, que refere a obtenção mínima de 10 microbarras. Com uma craveira digital (StormTM; Central Tools Inc., Cranston, USA) mediram-se as dimensões de cada microbarra (Figura 38).



Figura 37 – Microbarras de um dos sub-grupos



Figura 38 – Medição das dimensões de cada microbarra com uma craveira digital

Resistência Adesiva à Microtração (μTBS)

Para testar a resistência adesiva à microtração, cada microbarra foi fixa num *jig* de aço inoxidável de Geraldeli utilizando cola de cianoacrilato (Zapit; Dental Ventures of America Inc, Corona, CA, USA) (Figura 40). As microbarras foram depois sujeitas a uma força de tensão, aplicada numa máquina de testes universal (Shimadzu Autograph AG-IS 50 kN; Kyoto, Japão) a uma velocidade de 1 mm/min até ocorrer fratura (Figura 39, 40 e 41) (Colares *et al.*, 2013; Isolan *et al.*, 2014).

Medidas as dimensões da interface adesiva com uma craveira digital (StormTM), calculou-se a sua área em mm². A resistência adesiva (μTBS), expressa em MPa, foi obtida através da divisão da força (N) no momento da fratura pela área da superfície aderida (mm²) (Colares *et al.*, 2013; Passia *et al.*, 2015; Wahsh & Ghallab, 2015).

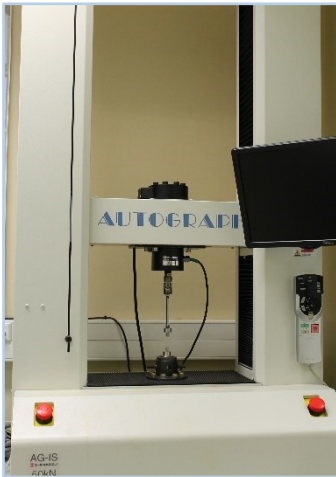


Figura 39 – Máquina de testes universal (Shimadzu Autograph AG-IS 50 kN)



Figura 40 – Microbarra fixa a um *jig* de aço inoxidável de Geraldeli

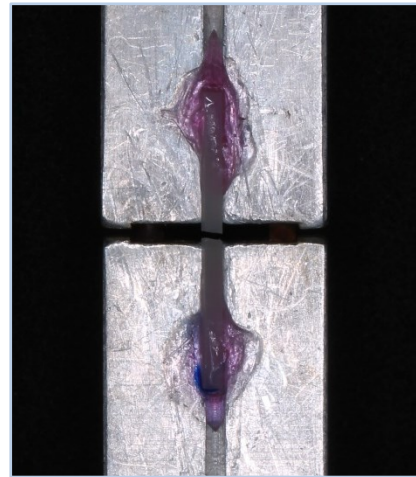


Figura 41 – Microbarra fraturada após ter sido submetida a uma força de tensão

Análise da Superfície de Fratura

Após o teste de resistência adesiva à microtração, as interfaces de fratura das microbarras foram analisadas numa lupa estereoscópica (Leica MZ6; Leica Microsystems GmbH, Wetzlar, Alemanha), sob uma magnificação de 16x. As falhas foram classificadas em falha adesiva, quando a fratura ocorreu na interface cerâmica/resina (Figura 42); falha coesiva, quando a fratura ocorreu exclusivamente na cerâmica ou na resina (Figura 43 e 44); e falha mista (Figura 45), quando duas formas de falha ocorreram simultaneamente (Colares *et al.*, 2013; Kim *et al.*, 2015; Passia *et al.*, 2015).

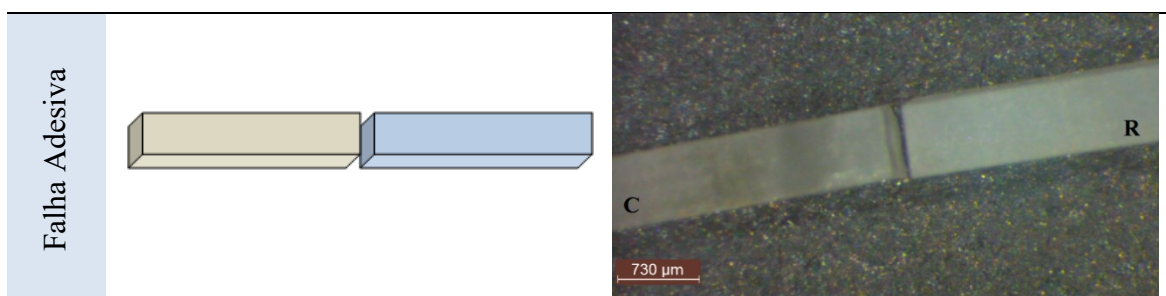


Figura 42 – Falha adesiva. À esquerda, esquema ilustrativo duma falha adesiva; À direita, uma fotografia obtida na lupa estereoscópica Leica MZ6, a uma magnificação 16x, representando uma falha adesiva (R representa a resina composta e C a cerâmica)

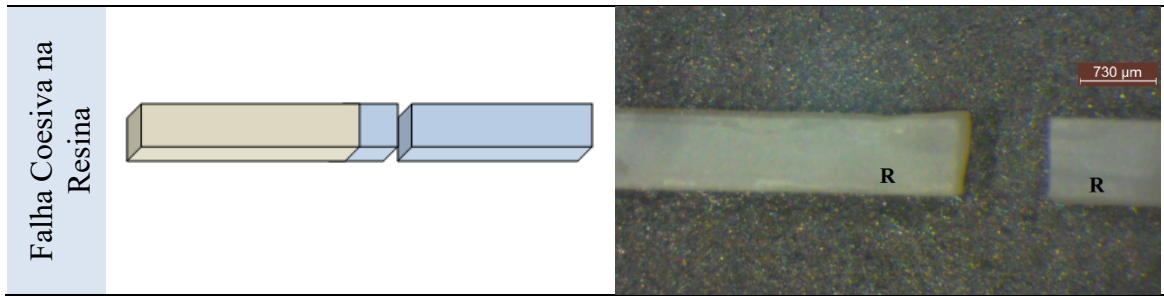


Figura 43 – Falha coesiva na resina. À esquerda, esquema ilustrativo duma falha coesiva na resina; À direita, uma fotografia obtida na lupa estereoscópica Leica MZ6, a uma magnificação 16x, representando uma falha coesiva na resina (R representa a resina composta e C a cerâmica)

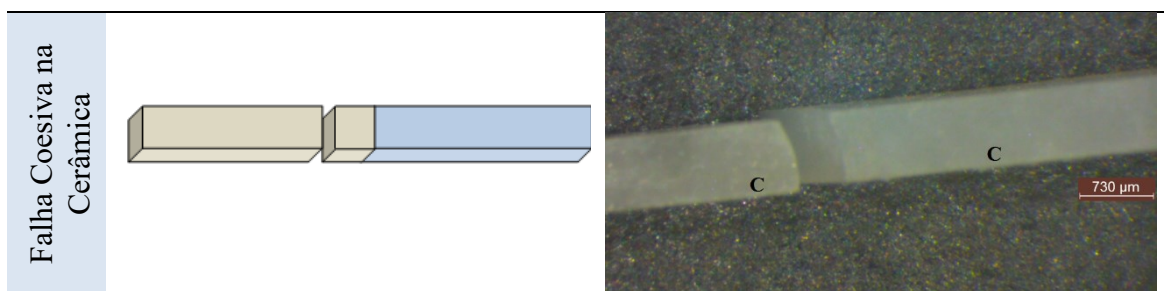


Figura 44 – Falha coesiva na cerâmica. À esquerda, esquema ilustrativo duma falha coesiva na cerâmica; À direita, uma fotografia obtida na lupa estereoscópica Leica MZ6, a uma magnificação 16x, representando uma falha coesiva na cerâmica (R representa a resina composta e C a cerâmica)

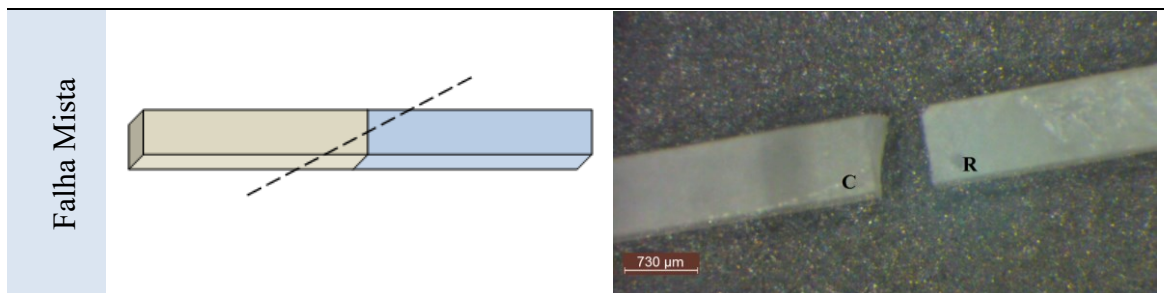


Figura 45 – Falha mista. À esquerda, esquema ilustrativo duma falha mista; À direita, uma fotografia obtida na lupa estereoscópica Leica MZ6, a uma magnificação 16x, representando uma falha mista (R representa a resina composta e C a cerâmica)

Todas as etapas laboratoriais foram efetuadas pelo mesmo operador.

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 a hipótese nula foi fixado em $(\alpha) \leq 0,05$.

Utilizaram-se os testes t de Student na comparação de duas amostras em variáveis dependentes quantitativas, e o teste ANOVA One-way na comparação de mais de três amostras em variáveis dependentes quantitativas. Os pressupostos destes testes, nomeadamente o pressuposto de normalidade de distribuição e o da homogeneidade de variâncias foram analisados com os testes de Kolmogorov-Smirnov e teste de Levene. Quando a homogeneidade de variâncias não se encontrava satisfeita usou-se o teste de Student e a ANOVA One-way com a correção de Welch.

Para analisar a relação entre o tipo de fratura e os grupos, no imediato *versus* após envelhecimento, usou-se o teste de independência do Qui-quadrado. O pressuposto do Qui-quadrado de que não deve haver mais do que 20.0% das células com frequências esperadas inferiores a 5 foi analisado. 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. Nas tabelas 2 x 2 usou-se o teste de Fisher.

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

IV. RESULTADOS

1. RESISTÊNCIA ADESIVA À MICROTRAÇÃO (μTBS)

1.1. Comparação entre os Grupos Imediato *versus* Envelhecimento

Grupo SiA: SiA-I *versus* SiA-E

A resistência adesiva à microtração é significativamente mais baixa no grupo SiA submetido a envelhecimento (grupo SiA-E) (26.21 *versus* 36.83MPa), $t(47) = 3.203$, $p = .003$ (Tabela 7).

Tabela 7 – Comparação dos valores de μTBS (MPa) no grupo SiA, no imediato e após envelhecimento.

	Imediato		Envelhecimento		t
	M	Dp	M	Dp	
μTBS	36.83	15.22	26.21	6.43	3.203***

Média (M); desvio-padrão (Dp)

* $p \leq .05$ ** $p \leq .01$ *** $p \leq .001$

Grupo SiSU: SiSU-I *versus* SiSU-E

A resistência adesiva à microtração é significativamente mais baixa no grupo SiSU submetido a envelhecimento (grupo SiSU-E) (22.20 *versus* 30.37MPa), $t(42) = 3.504$, $p = .001$ (Tabela 8).

Tabela 8 – Comparação dos valores de μTBS (MPa) no grupo SiSU, no imediato e após envelhecimento.

	Imediato		Envelhecimento		t
	M	Dp	M	Dp	
μTBS	30.37	8.66	22.20	6.06	3.504***

* $p \leq .05$ ** $p \leq .01$ *** $p \leq .001$

Grupo SiF: SiF-I versus SiF-E

A resistência adesiva à microtração é significativamente mais baixa no grupo SiF submetido a envelhecimento (grupo SiF-E) (24.14 versus 31.70MPa), $t(39) = 2.590$, $p = .013$ (Tabela 9).

Tabela 9 – Comparação dos valores de μTBS (MPa) no grupo SiF, no imediato e após envelhecimento.

	Imediato		Envelhecimento		t
	M	Dp	M	Dp	
μTBS	31.70	10.12	24.14	8.27	2.590*

* $p \leq .05$ ** $p \leq .01$ *** $p \leq .001$

Estatisticamente, não é possível comparar a μTBS no grupo SU no imediato e após envelhecimento (SU-I versus SU-E), uma vez que houve fratura pré-teste no grupo submetido e envelhecimento (SU-E). O mesmo acontece para o grupo F, em que ocorreu fratura pré-teste no grupo F-E.

1.2. Comparação entre os Grupos de μTBS Imediata

As diferenças entre os grupos de μTBS imediata são estatisticamente significativas, $F(4, 57.281) = 7.511$, $p = .001$ (Tabela 10).

Tabela 10 – Valores de μTBS nos grupos de teste imediato.

Grupo	M	Dp	F
SiA	36.83	15.22	7.511***
SU	23.51	8.86	
SiSU	30.37	8.66	
F	22.30	7.87	
SiF	31.70	10.12	

* $p \leq .05$ ** $p \leq .01$ *** $p \leq .001$

O teste de comparação múltipla de Tukey indica que as diferenças significativas se encontram entre o grupo SiA e o grupo SU e F, sendo que o primeiro apresenta valores

de μTBS mais elevados (36.83 *versus* 23.51 e 22.30). A diferença na μTBS entre o grupo SiF e F é também estatisticamente significativa (Tabela 11 e Anexo 1).

Tabela 11 – Teste de comparação múltipla de Tukey (grupos de μTBS imediata)

Grupo	N	Subset for alpha = 0.05		
		1	2	3
F	23	22.30		
SU	26	23.51	23.51	
SiSU	25	30.37	30.37	30.37
SiF	22		31.70	31.70
SiA	25			36.83
Sig.		.066	.060	.213

1.3. Comparação entre os Grupos de μTBS após Envelhecimento

As diferenças na μTBS entre os grupos submetidos a envelhecimento não são estatisticamente significativas, $F(2, 59) = 1.782, p = .177$ (Tabela 12 e Anexo 2).

Tabela 12 – Valores de μTBS nos grupos de teste após envelhecimento.

Grupo	M	Dp	F
SiA	26.21	6.43	1.782
SU	Falha pré-teste		
SiSU	22.20	6.06	
F	Falha pré-teste		
SiF	24.14	8.27	

* $p \leq .05$ ** $p \leq .01$ *** $p \leq .001$

1.4. Resumo dos Dados de Resistência Adesiva (μ TBS)

A Tabela 13 e o gráfico representado na Figura 46 resumem os dados obtidos para a μ TBS de cada grupo.

Tabela 13 – Resistência adesiva (MPa) dos distintos grupos de acordo com o tempo de armazenamento.

	AVALIAÇÃO IMEDIATA (24h)		AVALIAÇÃO APÓS ENVELHECIMENTO (3m)	
	M	Dp	M	Dp
SiA	36.83 ^A _a	15.22	26.21 ^A _b	6.43
SU	23.51 ^{BC}	8.86	Falha pré-teste	
SiSU	30.37 ^{ABC} _a	8.66	22.20 ^A _b	6.06
F	22.30 ^C	7.87	Falha pré-teste	
SiF	31.70 ^{AB} _a	10.12	24.14 ^A _b	8.27

*Médias com a mesma letra maiúscula sobrescrita numa coluna não são estatisticamente diferentes ($p > .05$); médias com a mesma letra minúscula subscrita numa fila não são estatisticamente distintas ($p > .05$).

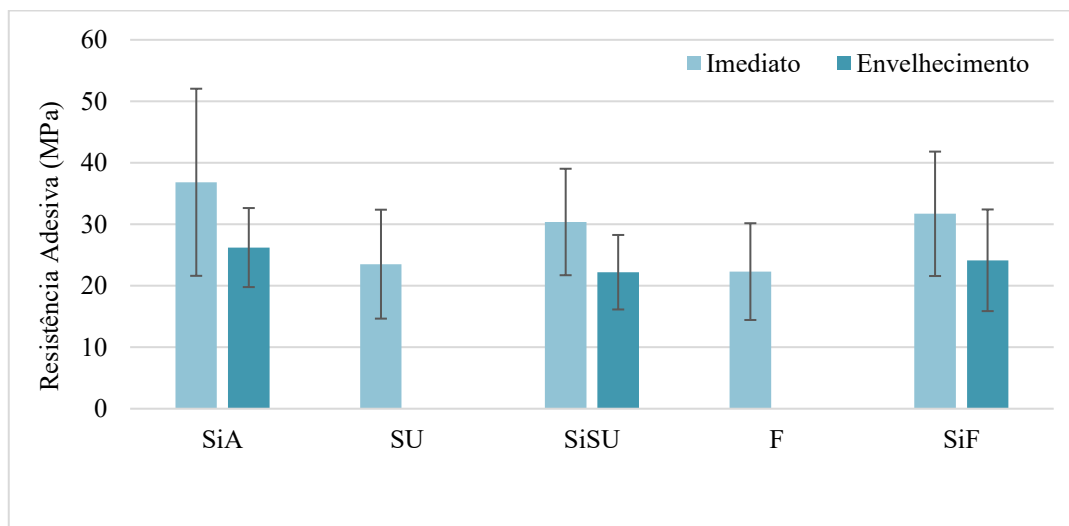


Figura 46 – Gráfico da resistência adesiva (MPa) e desvio-padrão de todos os grupos testados

2. ANÁLISE DOS MODOS DE FALHA

2.1. Comparação entre os Grupos Imediato *versus* Envelhecimento

Grupo SiA: SiA-I *versus* SiA-E

A diferença no modo de falha entre o imediato e o envelhecimento não é estatisticamente significativa, $\chi^2(2) = 0.980$, $p = 1.000$ (Anexo 3). A Tabela 14 resume os modos de falha nos grupos SiA.

Tabela 14 – Falhas no grupo SiA (imediato *versus* envelhecimento)

		Grupo SiA		Total
		Imediato	Envelhecimento	
Adesiva	Freq.	14	14	28
	% Falha	56.0%	58.3%	57.1%
Coesiva (R)	Freq.	1	0	1
	% Falha	4.0%	0.0%	2.0%
Mista	Freq.	10	10	20
	% Falha	40.0%	41.7%	40.8%
Total	Freq.	25	24	49
	% Falha	100.0%	100.0%	100.0%

Grupo SiSU: SiSU-I *versus* SiSU-E

Verifica-se uma proporção significativamente mais elevada de falhas do tipo adesivo no envelhecimento (89.5%) e do tipo mista no imediato (40.0%), teste de Fisher, $p = .042$ (Anexo 4). A Tabela 15 resume os modos de falha nos grupos SiSU.

Tabela 15 – Falhas no grupo SiSU (imediato *versus* envelhecimento)

		Grupo SiSU		Total
		Imediato	Envelhecimento	
Adesiva	Freq.	15	17	32
	% Falha	60.0%	89.5%	72.7%
Mista	Freq.	10	2	12
	% Falha	40.0%	10.5%	27.3%
Total	Freq.	25	19	44
	% Falha	100.0%	100.0%	100.0%

Grupo SiF: SiF-I versus SiF-E

Há uma proporção significativamente mais elevada de falhas do tipo adesiva no envelhecimento (89.5%) e do tipo mista no imediato (50.0%), $\chi^2 (2) = 12.317$, $p = .002$ (Anexo 5). A Tabela 16 resume os modos de falha nos grupos SiF.

Tabela 16 – Falhas no grupo SiF (imediato versus envelhecimento)

		Grupo SiF		Total
		Imediato	Envelhecimento	
Adesiva	Freq.	8	17	25
	% Falha	36.4%	89.5%	61.0%
Coesiva (C)	Freq.	3	0	3
	% Falha	13.6%	0.0%	7.3%
Mista	Freq.	11	2	13
	% Falha	50.0%	10.5%	31.7%
Total	Freq.	22	19	41
	% Falha	100.0%	100.0%	100.0%

Estatisticamente, não é possível comparar entre os modos de falha no grupo SU no imediato e após envelhecimento (SU-I versus SU-E), uma vez que houve fratura pré-teste no grupo SU-E. O mesmo acontece para o grupo F, em que ocorreu fratura pré-teste no grupo F-E.

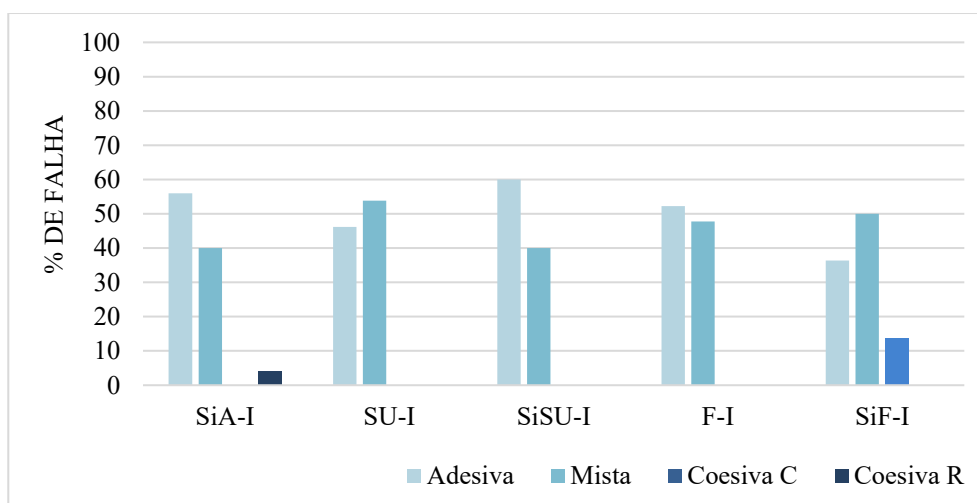
2.2. Comparação entre os Grupos de Teste Imediato

A diferença no tipo de fraturas no imediato não é estatisticamente significativa entre os grupos, $\chi^2 (12) = 19.745$, $p = .072$ (Anexo 6). A Tabela 17 resume os modos de falha obtidos nos grupos de teste imediato.

Tabela 17 – Tipo e frequência de falhas, segundo o grupo, no teste imediato

		Fratura				Total
		Adesiva	Coesiva (C)	Coesiva (R)	Mista	
SiA	Freq.	14	0	1	10	25
	% Grupo	56.0%	0.0%	4.0%	40.0%	100.0%
SU	Freq.	12	0	0	14	26
	% Grupo	46.2%	0.0%	0.0%	53.8%	100.0%
SiSU	Freq.	15	0	0	10	25
	% Grupo	60.0%	0.0%	0.0%	40.0%	100.0%
F	Freq.	12	0	0	11	23
	% Grupo	52.2%	0.0%	0.0%	47.8%	100.0%
SiF	Freq.	8	3	0	11	22
	% Grupo	36.4%	13.6%	0.0%	50.0%	100.0%
Total	Freq.	61	3	1	56	121
	% Grupo	50.4%	2.5%	0.8%	46.3%	100.0%

O gráfico representado na Figura 47 resume os modos de falha obtidos nos grupos de teste imediato.

**Figura 47** – Gráfico com o tipo e frequência de falhas, segundo o grupo, no teste imediato

2.3. Comparação entre os Grupos de Teste após Envelhecimento

Há uma proporção significativamente mais elevada de falhas do tipo mista no grupo SiA (41.7%), e do tipo adesiva no grupo SiF (94.7%), $\chi^2 (2) = 10.283, p = .006$ (Anexo 7). A Tabela 18 resume os modos de falha obtidos nos grupos de teste após envelhecimento.

Tabela 18 – Tipo e frequência de fraturas, segundo o grupo, no teste após envelhecimento

		Fratura		Total
		Adesiva	Mista	
SiA	Freq.	14	10	24
	% Grupo	58.3%	41.7%	100.0%
SiSU	Freq.	17	2	19
	% Grupo	89.5%	10.5%	100.0%
SiF	Freq.	18	1	19
	% Grupo	94.7%	5.3%	100.0%
Total	Freq.	49	13	62
	% Grupo	79.0%	21.0%	100.0%

O gráfico representado na Figura 48 resume os modos de falha obtidos nos grupos de teste após envelhecimento.

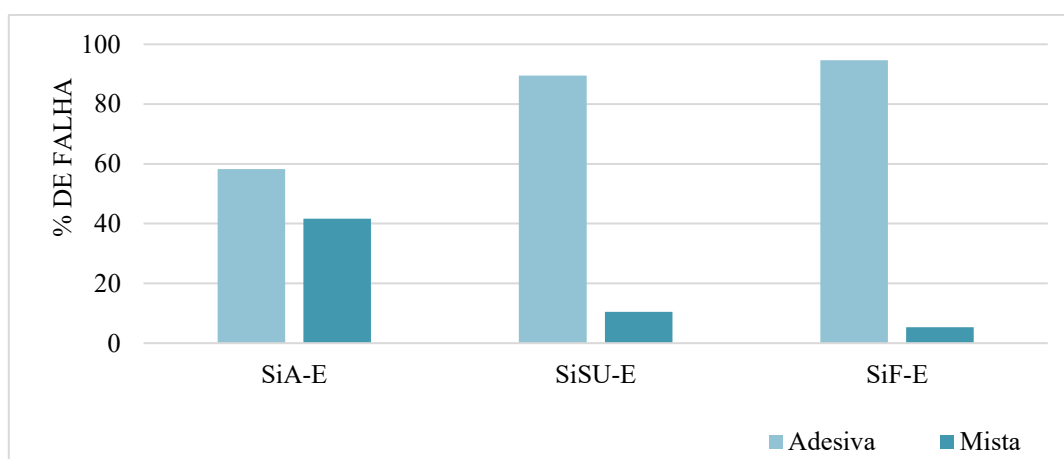


Figura 48 – Gráfico com o tipo e frequência de falhas, segundo o grupo, no teste após envelhecimento

2.4. Resumo dos Dados dos Modos de Falha

A Tabela 19 resume os modos de falha de cada grupo numa avaliação imediata e após envelhecimento.

Tabela 19 – Modos de falha (%) dos distintos grupos de acordo com o tempo de armazenamento

%	AVALIAÇÃO IMEDIATA (24h)				AVALIAÇÃO APÓS ENVELHECIMENTO (3m)	
	Adesiva	Mista	Coesiva (R)	Coesiva (C)	Adesiva	Mista
SiA	56.0	40.0	4.0	0	58.3	41.7
SU	46.2	53.8	0	0	Falha pré-teste	
SiSU	60.0	40.0	0	0	89.5	10.5
F	52.2	47.8	0	0	Falha pré-teste	
SiF	36.4	50.0	0	13.6	94.7	5.3
Total	50.4	46.3	0.8	2.5	79.0	21.0

Em termos estatísticos, não é possível fazer uma análise global que compare os valores de μTBS obtidos na avaliação imediata e na avaliação após envelhecimento, devido à fratura pré-teste dos grupos SU e F. O mesmo acontece na comparação global dos tipos de falha.

V. DISCUSSÃO

As cerâmicas reforçadas são materiais relativamente recentes, mas em que a incidência de falhas, como o *chipping*, *cracking* e fraturas de espessura total, têm sido reportadas na maioria dos relatórios clínicos (Conrad *et al.*, 2007; Özcan, Valandro, Amaral, Leite & Bottino, 2009; Pieger *et al.*, 2014). A reparação intraoral destas restaurações deve ser feita sempre que possível e apropriada, sendo considerada uma parte integrante da dentisteria minimamente invasiva. A este respeito, a obtenção duma adequada adesão entre a cerâmica e a resina composta é essencial, determinando o sucesso clínico da reparação (Zohairy *et al.*, 2004; Wahsh & Ghallab, 2015; Al-Thagafi *et al.*, 2016).

O protocolo convencional de reparação de restaurações em cerâmica de dissilicato de lítio tem sido o condicionamento com ácido hidrofúorídrico seguido da aplicação de um *primer* de silano e de um adesivo, ao qual se segue a restauração com resina composta (Kim *et al.*, 2015; Wahsh & Ghallab, 2015; Al-Thagafi *et al.*, 2016). A silanização da superfície tratada com ácido hidrofúorídrico é um procedimento já bem estabelecido pela literatura para aumentar a adesão à cerâmica de dissilicato de lítio (Zohairy *et al.*, 2004; Kim *et al.*, 2015).

Alguns adesivos universais incorporam silano na sua composição, apresentando indicação na adesão às cerâmicas vítreas sem necessidade de aplicar um *primer* de silano isolado; outros, não incorporando silano como constituinte, têm a mesma indicação e, segundo alguns fabricantes, também sem necessidade prévia de utilizar um silano convencional (Alex, 2015; Passia *et al.*, 2015; Perdigão & Swift Jr., 2015). À exceção do silano, nenhum outro componente dos adesivos universais tem capacidade de aderir quimicamente à cerâmica vítrea (Alex, 2015). O presente estudo *in vitro* foi desenhado para investigar a influência de diferentes adesivos universais, aplicando previamente ou não um *primer* de silano convencional, na resistência adesiva e na durabilidade da adesão estabelecida entre uma cerâmica de dissilicato de lítio CAD/CAM e uma resina composta.

Tratando-se dum estudo acerca de reparações, há a ter em conta que *in vivo* o material a ser reparado se encontra exposto ao ambiente oral, fenómeno que altera as suas propriedades e, portanto, tem um impacto direto sobre o seu potencial de reparação (Özcan *et al.*, 2007; Hickel *et al.*, 2013; Zaghloul, Elkassas & Haridy, 2014). Não existe

nenhuma norma que defina o espaço de tempo e o meio em que uma cerâmica dentária deve ser armazenada para posteriormente ser reparada. Há estudos em que não se faz o envelhecimento do substrato; outros estudos armazenam o substrato em água desionizada, a várias temperaturas, durante períodos de tempo também variantes; há ainda investigações em que o substrato é envelhecido em saliva artificial ou exposto a um biofilme oral *in vitro* (Colares *et al.*, 2013; Hickel *et al.*, 2013; Singhal, Antonson & Antonson, 2014; Ito *et al.*, 2015). Neste estudo, os espécimes de cerâmica de dissilicato de lítio foram armazenados em água desionizada a 37°C durante o período de duas semanas. O objetivo deste armazenamento pré-reparação foi simular aquilo que acontece em meio oral quando uma restauração cerâmica fratura: a superfície cerâmica exposta é hidratada pela água adsorvida. Remover o excesso de água adsorvida é um desafio à reparação, especialmente à etapa da silanização, devendo ser considerado nos estudos *in vitro* (Matinlinna & Vallittu, 2007).

Como procedimento *standard* aplicou-se ácido hidrofúorídrico e ácido ortofosfórico sobre todos os espécimes de cerâmica. Como já mencionado, o condicionamento com ácido hidrofúorídrico é responsável por remover seletivamente a matriz vítrea da superfície exposta da cerâmica, criando microporosidades que facilitam a retenção micromecânica do adesivo (Matinlinna & Vallittu, 2007; Reston *et al.*, 2008; Ho & Matinlinna, 2011; Colares *et al.*, 2013; Özcan & Volpato, 2015). Ademais, o ácido hidrofúorídrico é eficaz na remoção de contaminantes, um fator a ter em conta nas reparações intra-orais (Ho & Matinlinna, 2011; Colares *et al.*, 2013; Yoshida *et al.*, 2015). Um estudo recente concluiu que a resistência adesiva dos adesivos universais à cerâmica de dissilicato de lítio diminui significativamente na presença de contaminação salivar, e que o ácido hidrofúorídrico é um eficaz descontaminante dessa superfície (Yoshida *et al.*, 2015).

A duração do condicionamento e a concentração do ácido hidrofúorídrico são variáveis dependentes da composição da cerâmica vítrea (Reston *et al.*, 2008; Özcan & Volpato, 2015). Nas cerâmicas de dissilicato de lítio aconselha-se a utilização de ácido hidrofúorídrico a 5% durante um período de 20 segundos, por forma a minimizar os danos sobre a superfície cerâmica e a preservar a resistência adesiva da reparação (Hickel *et al.*, 2013; Kalavacharla *et al.*, 2015; Özcan & Volpato, 2015). Por este motivo, no presente estudo, seguiram-se essas indicações.

A ação do ácido ortofosfórico a 37% encontra-se limitada à limpeza da cerâmica. Em verdade, o ácido ortofosfórico neutraliza a camada aquosa alcalina existente sobre a superfície da restauração cerâmica e, por esse motivo, a sua aplicação é responsável por aumentar a atividade química do silano que é posteriormente aplicado (Zohairy *et al.*, 2004).

Um importante fator relacionado à aplicação do *primer* de silano, e que foi considerado neste estudo, é a quantidade que é colocada sobre o substrato cerâmico. Para favorecer a adesão química, deve ser aplicada uma fina camada de silano e eliminados os solventes e outros bi-produtos. Se o filme siloxano for muito espesso, pode haver falha coesiva; caso seja demasiado fino, pode haver uma incompleta cobertura da superfície cerâmica pela camada de silano e, portanto, um insuficiente contacto entre o substrato cerâmico e o adesivo (Matinlinna & Vallittu, 2007; Murillo & De Góes, 2014). No presente estudo isto foi considerado, tendo-se aplicado uma única camada de *primer* de silano seguida de jato de ar, tal como recomendam as instruções do fabricante.

Como material reparador utilizou-se uma resina composta nanohíbrida (Grandio[®], VOCO). Como já referido, as resinas compostas híbridas, pelas suas propriedades mecânicas e óticas, são o material mais adequado a utilizar em reparações de restaurações cerâmicas (Reston *et al.*, 2008; Wahsh & Ghallab, 2015).

Para determinar a *performance* adesiva na interface cerâmica/resina composta, utilizou-se o teste de μ TBS. A utilização de microbarras, neste caso com aproximadamente 1mm² de secção transversal, permite uma distribuição de *stress* mais uniforme durante a carga, sendo o modo de falha predominantemente adesivo e menos coesivo no substrato, o que representa um padrão de falha mais realístico (Zohairy *et al.*, 2004; Della Bona *et al.*, 2014; Wahsh & Ghallab, 2015). A maioria das investigações que envolvem testar a resistência adesiva à cerâmica optam, no entanto, pelo teste de cisalhamento devido à sua facilidade de execução (Della Bona *et al.*, 2014; Kalavacharla *et al.*, 2015; Wahsh & Ghallab, 2015; Yoshihara *et al.*, 2016).

A longo prazo, a conservação da adesão é essencial. Muitos estudos têm reportado a influência da água na durabilidade da resistência adesiva cerâmica/resina, sendo que a maioria conclui que há uma diminuição após armazenamento a longo prazo. Acredita-se que essa diminuição se deva à hidrólise do silano (Blatz, Sadan & Kern, 2003; Zohairy

et al., 2004). No presente estudo foram feitos testes de μ TBS imediata, em que as amostras reparadas foram armazenadas em água desionizada a 37°C durante o período de 24h; e testes de μ TBS após armazenamento em água desionizada a 37°C durante três meses, desafiando a adesão.

Como controlo positivo optou-se pelo método convencional de reparação, que consiste, como já referido, na aplicação de um *primer* de silano sobre a superfície condicionada pelo ácido, seguido de uma resina adesiva. Este método, além de ser o mais recomendado e estudado, é também aquele que é mais utilizado pelos clínicos (Reston *et al.*, 2008; Wahsh & Ghallab, 2015). Como *primer* de silano utilizou-se o BIS-SILANE™ (Bisco), um sistema de dois frascos em que um dos frascos contém o silano (MPS) na sua forma não-hidrolisada. Está reportado que estes sistemas apresentam uma maior estabilidade, já que a sua ativação é feita em ambiente clínico aquando da mistura do conteúdo dos dois frascos (Zohairy *et al.*, 2004; Lung & Matinlinna, 2012; Yoshihara *et al.*, 2016). Como agente promotor da adesão utilizou-se o Adper™ Scotchbond™ Multi-purpose Adhesive (3M ESPE), um adesivo hidrofóbico não solvatado. Os adesivos hidrofóbicos, sendo pouco permeáveis à água, impedem o seu movimento ao longo da interface adesiva, salvaguardando-a da ação da hidrólise (Breschi *et al.*, 2008; Silva e Souza Jr. *et al.*, 2010; Coelho *et al.*, 2012). Numa investigação de Zohairy e colegas (2004) concluiu-se que a utilização de um agente adesivo hidrofóbico aumenta a durabilidade da adesão à cerâmica; os investigadores reportaram que após 28 dias de armazenamento em água, a interface adesiva permanecia estável na utilização de um adesivo com essas características.

No grupo SU, a cerâmica foi reparada recorrendo ao adesivo Scotchbond™ Universal (3M ESPE). Este contém silano na sua composição e, segundo as indicações do fabricante, dispensa a aplicação prévia de um silano convencional na reparação de restaurações de cerâmica vítrea, como a de dissilicato de lítio (3M ESPE, 2012).

No grupo F, a cerâmica foi reparada com auxílio do adesivo universal Futurabond U (VOCO). Este não contém silano na sua composição, mas, segundo as indicações do fabricante, dispensa a aplicação prévia de um *primer* de silano na reparação de restaurações de cerâmica vítrea (VOCO, 2013). A diferença entre os adesivos Scotchbond™ Universal e Futurabond U encontra-se fundamentalmente no facto do primeiro conter silano na sua composição; excluindo este constituinte, a composição

química destes dois adesivos universais parece ser equiparável (Stawarczyk, Krawezuk & Ilie, 2014). Esta circunstância possibilita a existência de menos fatores de confusão na comparação entre os resultados obtidos no grupo SU e no grupo F.

Na avaliação imediata do grupo SU verifica-se uma diferença estatisticamente significativa entre a μTBS deste grupo ($M = 23.51$ MPa) e a do grupo controlo ($M = 36.83$ MPa). A resistência adesiva do grupo SU na avaliação imediata é, no entanto, equiparável à de outros estudos semelhantes (Singhal *et al.*, 2014; Yoshihara *et al.*, 2016). Sendo que o adesivo do grupo SU contém silano integrado, esperar-se-ia que esse grupo apresentasse uma μTBS significativamente diferente e mais elevada em relação à do grupo F. No entanto, isso não se verificou (M (SU-I) = 23.51 MPa; M (F-I) = 22.30 MPa), aceitando-se assim a premissa da hipótese nula 3: na utilização de diferentes sistemas adesivos universais (com ou sem silano na sua composição), avaliados no presente estudo, não há diferença na resistência adesiva entre uma cerâmica de dissilicato de lítio e um material restaurador. Estes resultados sugerem que o Scotchbond™ Universal, à semelhança do Futurabond U, apresenta uma retenção predominantemente micromecânica, providenciada pelo padrão de condicionamento ácido da cerâmica; e que o silano da sua composição falhou no estabelecimento de ligações químicas com o substrato. Uma investigação em que se avaliou a μSBS de adesivos universais à cerâmica vítrea de leucite corrobora estes resultados; esse estudo concluiu que um adesivo universal contendo silano apresentava a mesma força adesiva que um adesivo universal sem silano, numa avaliação imediata e após termociclagem (Kim *et al.*, 2015).

Segundo investigações realizadas até ao momento, a ineficácia do silano contido no adesivo universal apresenta duas explicações possíveis:

- A interação química do silano com uma cerâmica vítrea encontra-se significativamente inibida quando este se encontra misturado com outros monómeros, particularmente com o bis-GMA, que faz parte da composição dos adesivos universais. O bis-GMA pode interferir na reação de condensação que se estabelece entre o silano e os grupos OH⁻ da superfície cerâmica à base de sílica (Alex, 2015; Gómez & De Goés, 2015; Kim *et al.*, 2015; Perdigão & Swift Jr., 2015). Um estudo investigou a eficácia duma solução combinada de silano e adesivo na adesão à cerâmica de dissilicato de lítio, e concluiu que a presença de

bis-GMA em solução de silano reduz significativamente o ângulo de contacto da mistura (Chen, Shen & Suh, 2013).

- Quando o silano se encontra misturado numa solução acídica como a dos adesivos universais, é possível que ocorra a sua inativação. Como foi já referido, a ativação de um silano bifuncional implica em primeiro lugar a sua hidrólise, para originar silanol. O silanol é capaz de ser adsorvido pela superfície cerâmica e estabelecer uma ligação química. No entanto, durante a hidrólise, o silano pode sofrer uma reação de autocondensação e formar um oligómero que não apresenta capacidade para se ligar quimicamente à cerâmica. A taxa de formação desse oligómero depende, entre outros fatores, do pH da solução (Lung & Matinlinna, 2012; Yoshihara *et al.*, 2016).

A patente US 4673354 A da 3M ESPE explica que nalgumas soluções à base de água e etanol, a um pH de aproximadamente 4.6, o silanol pode ser estável. De facto, numa solução diluída, o silanol apresenta a sua maior estabilidade a um pH entre 4 e 5 (Matinlinna *et al.*, 2006; Ho & Matinlinna, 2011). No entanto, o pH do Scotchbond™ Universal encontra-se documentado como 2.7, possibilitando a reação de autocondensação do silanol (Kim *et al.*, 2015; Perdigão & Swift Jr., 2015). Questiona-se assim a estabilidade do silano no ambiente acídico do adesivo universal (água e 10-MDP). Um estudo de Yoshihara e colegas (2016), que analisou a formulação do adesivo Scotchbond™ Universal através de ressonância magnética nuclear, não conseguiu encontrar nos espetros obtidos picos que representassem silanol, sugerindo a sua autocondensação.

Uma outra questão que deve ser esclarecida é a da concentração de silano no Scotchbond™ Universal. Idealmente, a sua concentração deverá ser tal que permita a existência de um equilíbrio entre os seus grupos silanol e os grupos OH⁻ do substrato inorgânico (Wahsh & Ghallab, 2015). De acordo com os resultados obtidos no presente estudo, esse equilíbrio parece ser inexistente no grupo SU. A concentração de silano do Scotchbond™ Universal é, segundo informação obtida nos MSDS, semelhante à do BIS-SILANE™. Não se coloca a dúvida de existir uma baixa concentração de silano na formulação inicial do adesivo; a questão que se coloca, como já referido e evidenciado

no estudo de Yoshihara e colegas (2016), é a da perda da estabilidade desse mesmo silano na formulação ácida que lhe é imposta.

Por fim, é também necessário atentar que, aquando da aplicação, os solventes que compõem os adesivos universais podem impedir a completa condensação do silano constituinte e, portanto, a formação de uma rede tridimensional siloxano (Murillo & De Góes, 2015).

Relativamente à avaliação dos grupos SU e F após envelhecimento, verificou-se a completa perda de adesão durante o segundo corte das amostras; ocorreu fratura pré-teste envolvendo a interface adesiva. De facto, uma das desvantagens associadas ao teste de μTBS é que durante o corte dos espécimes, para obtenção de microbarras, podem haver falhas prematuras quando a resistência adesiva é baixa (Van Meerbeek *et al.*, 2010). Nesse sentido, os testes à *TBS* e μSBS , que não implicam o corte das amostras, poderiam ter sido vantajosos para aceder aos valores de resistência adesiva, aparentemente baixos; por outro lado, há a ter em conta as desvantagens que lhes estão associadas.

Após envelhecimento, e não existindo uma ligação quimicamente estável proporcionada pelo silano nos grupos SU e F, seria de esperar uma diminuição da resistência adesiva. Os adesivos universais são constituídos por monómeros hidrofílicos, como o HEMA, e solventes, como a água. Por razões já anteriormente mencionadas, estes componentes favorecem a sorção de água pelo adesivo e, portanto, a sua degradação hidrolítica (Landuyt *et al.*, 2007; Silva e Souza Jr. *et al.*, 2010; Coelho *et al.*, 2012; Hickel *et al.*, 2013; Alex, 2015; Perdigão & Swift Jr., 2015). Ademais, a própria sorção de água pelo adesivo causa *stresses* na interface adesiva, enfraquecendo a adesão (Zohairy *et al.*, 2004).

Os resultados obtidos para o grupo F-E alinham-se com os resultados obtidos numa investigação em que se estudou a *TBS* de diferentes adesivos universais à cerâmica de dissilicato de lítio. Nesse estudo verificou-se que um sistema adesivo universal sem silano na sua composição apresentava, no imediato, valores aceitáveis de resistência adesiva; porém, após envelhecimento (30 dias em água desionizada e 7500 termociclos), houve perda total da adesão. No mesmo estudo testou-se também o Scotchbond™ Universal sem aplicação prévia de um *primer* de silano, sendo que após

três meses de armazenamento em água desionizada e 37.500 termociclos, a sua resistência adesiva diminuiu para 4.0 MPa, um valor muito baixo (Passia *et al.*, 2015).

Noutro estudo, em que se investigou a *SBS* de adesivos universais à cerâmica de dissilicato de lítio, a aplicação de um silano convencional seguido de um adesivo universal sem silano apresentou resultados significativamente mais elevados do que a aplicação exclusiva de um adesivo universal com silano (Singhal *et al.*, 2014). Outros estudos que testaram a resistência adesiva de diferentes adesivos universais contendo silano à cerâmica de dissilicato de lítio, sugerem que deve ser sempre aplicado um silano convencional previamente ao adesivo universal, uma vez que o silano constituinte do adesivo parece não ser eficaz (Kalavacharla *et al.*, 2015; Wahsh & Ghallab, 2015). No presente estudo, resultados semelhantes foram obtidos nos grupos em que houve a aplicação prévia de um *primer* de silano:

- Numa avaliação imediata, se se comparar o grupo F com o grupo SiF verifica-se que o último apresenta uma μTBS significativamente mais elevada (31.70 MPa face a 22.30 MPa), aceitando-se a hipótese alternativa 2: há diferença na resistência adesiva entre uma cerâmica de dissilicato de lítio e um material restaurador quando um *primer* de silano é aplicado previamente ao sistema adesivo universal sem silano utilizado no presente estudo.
- No caso do grupo SiSU, também numa avaliação imediata, verifica-se que este apresenta uma resistência adesiva superior ao grupo SU (30.72 MPa face a 23.51 MPa); no entanto, essa diferença não é estatisticamente significativa, pelo que se aceita a hipótese nula 1: não há diferença na resistência adesiva entre uma cerâmica de dissilicato de lítio e um material restaurador quando um *primer* de silano é aplicado previamente ao sistema adesivo universal com silano utilizado neste estudo.

Na avaliação imediata não existem diferenças estatisticamente significativas entre os grupos SiA (grupo controlo), SiSU e SiF. Estes resultados levam a crer que, na reparação de uma cerâmica de dissilicato de lítio, a aplicação de um silano convencional seguida do adesivo universal poderá apresentar o mesmo potencial de adesão que o

método convencional. Por outro lado, e embora sem significado estatístico, é relevante referir que SiSU e SiF apresentam uma μTBS um pouco mais baixa em relação ao grupo SiA ($M (SiSU-I) = 30.37 \text{ MPa} < M (SiF-I) = 31.70 \text{ MPa} < M (SiA-I) = 36.83 \text{ MPa}$), sendo que essa diferença se pode dever, mais uma vez, à composição própria dos adesivos universais. Uma das etapas críticas durante a aplicação de adesivos à base de água, onde se incluem os adesivos universais, é a evaporação do solvente (Isolan *et al.*, 2014; Perdigão & Swift Jr., 2015). A subsistência de água residual no adesivo universal, causada pela sua inacabada volatilização, pode resultar na incompleta polimerização dos monómeros solúveis em água, o que afeta as propriedades mecânicas do adesivo (Zohairy *et al.*, 2004; Silva e Souza Jr. *et al.*, 2010; Alex, 2015). Uma solução a este problema tem sido a adição de etanol e acetona às formulações dos adesivos universais, com a pretensão de auxiliar na evaporação da água (Alex, 2015).

A existência de diferenças estatisticamente significativas entre os dois grupos SiSU (SiSU-I e SiSU-E); e ainda entre os dois grupos SiF (SiF-I e SiF-E) reflete muito possivelmente a sorção de água como função da composição relativamente hidrofílica dos adesivos universais (Yoshida *et al.*, 2015). A sorção de água, além dos problemas já mencionados acima, é também responsável por expor as ligações covalentes Si-O-Si, estabelecidas entre o silano e a cerâmica, à hidrólise. Duma forma geral, quanto maior o grau de hidrofília do adesivo, mais cedo as ligações Si-O-Si se encontram expostas à degradação (Matinlinna *et al.*, 2004; Zohairy *et al.*, 2004; Antonucci *et al.*, 2005; Matinlinna & Vallittu, 2007; Staxrud & Dahl, 2015; Wahsh & Ghallab, 2015). Mesmo na existência de degradação hidrolítica, o facto de não ter ocorrido falha pré-teste nos grupos SiSU e SiF na avaliação após envelhecimento, em oposto ao que aconteceu aos grupos SU e F, confirma a importância da utilização de um silano para a obtenção de uma ligação quimicamente estável à cerâmica de dissilicato de lítio. Em termos estatísticos, a falha prematura dos grupos SU-E e F-E não permite que seja realizada uma comparação com os seus equivalentes com *primer* de silano (SiSU-E e SiF-E, respetivamente), não se podendo tirar ilações acerca das hipóteses 1 e 2 após envelhecimento.

Entre SiA-E, SiF-E e SiSU-E também não se verificam diferenças estatisticamente significativas. Esperava-se que existisse diferença entre SiA-E e SiF-E ou SiSU-E, já que o adesivo utilizado no grupo controlo, de carácter hidrofóbico, deveria apresentar

uma maior estabilidade hidrolítica face aos adesivos universais, de carácter relativamente hidrofílico. Verifica-se, no entanto, que SiA-E apresenta de facto uma μTBS mais elevada em relação aos outros dois grupos com *primer* de silano. Sendo que as diferenças entre estes três grupos não são significativas, conclui-se que a aplicação de um *primer* de silano, previamente ao adesivo universal (com ou sem silano) é uma opção clínica equiparável ao método convencional que tem sido até agora utilizado. Destaque-se, no entanto, que:

- A aplicação de um adesivo universal, em comparação a uma resina hidrofóbica não solvatada, é um procedimento clinicamente mais sensível, já que envolve a evaporação do solvente do adesivo universal. Ademais, na aplicação de um *primer* de silano seguido de um adesivo universal, o número de passos clínicos acaba por ser o mesmo que no método convencional (i.e., o adesivo universal acaba por não cumprir aquilo a que se propõe: a simplificação);
- Na aplicação de um *primer* de silano previamente ao adesivo universal, o primeiro transforma uma superfície hidrofílica (o substrato cerâmico) numa superfície hidrofóbica (Matinlinna & Vallittu, 2007; Neis *et al.*, 2015). O adesivo universal, a ser posteriormente aplicado, têm um carácter relativamente hidrofílico e, como tal, poderá ser incapaz de molhar toda a superfície cerâmica (Yoshida *et al.*, 2015).

A análise dos modos de falha das amostras que foram testadas às 24h revela que a interface adesiva se encontra quase sempre envolvida na fratura, com a exceção de três falhas coesivas da cerâmica (grupo SiF-I) e uma falha coesiva na resina (grupo SiA-I). Estes resultados encontram-se em concordância com aquilo que seria de esperar num teste de microtração, uma vez que, como já mencionado, há uma distribuição mais homogénea dos *stresses* junto da interface adesiva. Numa análise global, às 24h, cerca de 50.4% das falhas são adesivas e 46.3% são mistas. Após três meses de armazenamento, a incidência de falhas adesivas aumentou para 79.0% e a das falhas mistas diminuiu para 21%, sendo necessário ponderar que estes resultados não incluem os grupos SU-E e F-E. Dum modo geral, a diminuição da resistência adesiva foi acompanhada por um aumento do número de falhas adesivas. Estes resultados alinham-

se com a suposição de que o armazenamento em água a longo prazo, e com isso a degradação hidrolítica do adesivo e do silano, afetam a resistência adesiva à cerâmica (Blatz *et al.*, 2003; Özcan *et al.*, 2009; Passia *et al.*, 2015). Além disso, revelam também que, numa reparação efetuada numa cerâmica de dissilicato de lítio, a adesão se encontra de alguma forma comprometida.

Nos grupos SiSU e SiF verificam-se diferenças estatisticamente significativas no modo de falha no teste imediato e após envelhecimento; em ambos os grupos há uma proporção mais elevada de falhas do tipo misto após teste imediato, e falhas do tipo adesivo após as amostras terem sido submetidas a envelhecimento. Como já referido, este aumento das falhas do tipo adesivo reforça o conceito da degradação hidrolítica do adesivo e do silano; nestes grupos em particular, há a ter em conta a composição relativamente hidrofílica do adesivo.

No grupo SiA, o número de falhas adesivas mantém-se praticamente constante nos dois momentos de teste (56% no teste imediato face a 58.3% no teste após envelhecimento); o número de falhas adesivas que se verifica neste grupo após envelhecimento é consideravelmente mais baixo em relação aos dois restantes grupos envelhecidos (%falha adesiva (SiSU) = 89.5; %falha adesiva (SiF) = 94.7). Estes resultados refletem provavelmente a composição hidrofóbica do adesivo Adper™ Scotchbond™ Multipurpose Adhesive.

VI. CONCLUSÕES

Dentro das limitações deste estudo *in vitro*, e analisando os dados obtidos, conclui-se que:

- Numa avaliação imediata, não existem diferenças estatisticamente significativas na μTBS de uma reparação efetuada com um adesivo universal contendo silano e uma reparação efetuada recorrendo a um *primer* de silano seguido da aplicação do mesmo adesivo, pelo que se aceita a hipótese nula 1 e se rejeita a hipótese alternativa 1. A longo prazo, no entanto, a reparação feita com adesivo isolado não é estável;
- Numa avaliação imediata, existem diferenças estatisticamente significativas na μTBS de uma reparação efetuada com um adesivo universal sem silano e uma reparação efetuada recorrendo a um *primer* de silano seguido da aplicação do mesmo adesivo, aceitando-se assim a hipótese alternativa 2; rejeita-se a hipótese nula 2. A longo prazo, a reparação feita só com o adesivo não é estável;
- Não há diferenças significativas na μTBS imediata entre reparações efetuadas com a aplicação isolada de um dos adesivos universais, contendo ou não silano, aceitando-se assim a premissa da hipótese nula 3; rejeita-se a hipótese alternativa 3;
- Numa avaliação imediata e a longo prazo, os valores de μTBS mais elevados são observados no grupo SiA, cuja reparação seguiu o método convencional. No entanto, não existem diferenças estatisticamente significativas entre este grupo e os grupos cuja reparação foi efetuada recorrendo a um *primer* de silano seguido da aplicação de um adesivo universal com ou sem silano na sua composição (grupos SiSU e SiF, respetivamente);
- Independentemente do protocolo adesivo utilizado, verifica-se uma diminuição da μTBS após armazenamento em água desionizada durante o período de três meses. Essa diminuição é significativa nos grupos SiA, SiSU e SiF. Nos grupos

SU e F não é possível fazer essa inferência estatística, já que houve falha pré-teste.

Para uma adesão durável na reparação de restaurações em cerâmica de dissilicato de lítio *CAD/CAM*, a utilização de um *primer* de silano seguido da utilização de um adesivo universal é preferível à utilização de um adesivo universal isolado. Em termos de resistência adesiva, o primeiro método é uma opção alternativa válida face ao método convencional de reparação; contudo, há a ter em conta que é uma técnica mais sensível, envolvendo a eliminação de solventes, e que acaba por não simplificar, não cumprindo assim um dos objetivos dos adesivos universais.

Futuramente deverão ser efetuados mais estudos com vista a determinar a estabilidade do silano que compõe alguns adesivos universais; além disso, tratando-se de uma temática relativamente recente e sobre a qual existe pouca literatura, a resistência adesiva entre diferentes materiais de restauração e adesivos universais, contendo ou não silano, deverá ser investigada.

VII. BIBLIOGRAFIA

- Al-Thagafi, R., Al-Zordk, W., & Saker, S. (2016). Influence of surface conditioning protocols on reparability of CAD/CAM zirconia-reinforced lithium silicate ceramic. *The Journal of Adhesive Dentistry*, 18(2), 135-141. doi: 10.3290/j.jad.a35909
- Alex, G. (2015). Universal adhesives: the next evolution in adhesive dentistry? *Compendium of Continuing Education in Dentistry*, 36(1), 15-26.
- Amoroso, A. M., Ferreira, M. B., Torcato, L. B., Pellizzer, E. P., Mazaro, J. V. Q., & Gennari Filho, H. (2012). Dental ceramics: properties, indications and clinical considerations. *Revista Odontológica de Araçatuba*, 33(2), 19-25.
- Antonucci, J., Dickens, S., Fowler, B., Xu, H., & McDonough, W. (2005). Chemistry of silanes: interfaces in dental polymers and composites. *Journal of Research of the National Institute of Standards and Technology*, 110(5), 541. doi:10.6028/jres.110.081
- Anusavice, K. J., Shen, C., & Rawls, H. R. (2013). *Phillips' Science of Dental Materials* (12th ed.). Elsevier Inc.
- Blatz, M. B., Sadan, A., & Kern, M. (2003). Resin-ceramic bonding: a review of the literature. *The Journal of Prosthetic Dentistry*, 89(3), 268-274. doi:10.1067/mpr.2003.50
- Blum, I. R., Nikolinakos, N., Lynch, C. D., Wilson, N. H., Millar, B. J., & Jagger, D. C. (2012). An in vitro comparison of four intra-oral ceramic repair systems. *Journal of Dentistry*, 40(11), 906-912. doi:10.1016/j.jdent.2012.07.008
- Breschi, L., Ferracane, J., Cadenaro, M., Mazzoni, A., & Hilton, T. (2013). Adhesion to Enamel and Dentin. Em T. Hilton, J. Ferracane, & J. Broome, *Summitt's Fundamentals of Operative Dentistry: A Contemporary Approach* (207- 238). Carol Stream, Illinois, EUA: Quintessence Publishing Company.

- Breschi, L., Mazzoni, A., Ruggeri, A., Cadenaro, M., Lenarda, R., & Dorigo, E. (2008). Dental adhesion review: aging and stability of the bonded interface. *Dental Materials*, 24(1), 90-101.
- Bühler-Zemp, P. (2004). *IPS Empress Esthetic* (Ivoclar Vivadent., Ed.) [Scientific Documentation]. Schaan, Liechtenstein.
- Bühler-Zemp, P., Völkel, T., & Fischer, K. (2011). *IPS e.max Press* (Ivoclar Vivadent., Ed.) [Scientific Documentation]. Schaan, Liechtenstein.
- Chen, L., Shen, H., & Suh, B. I. (2013). Effect of incorporating BisGMA resin on the bonding properties of silane and zirconia primers. *The Journal of Prosthetic Dentistry*, 110(5), 402-407. doi:10.1016/j.prosdent.2013.04.005
- Clelland, N. L., Ramirez, A., Katsube, N., & Seghi, R. R. (2007). Influence of bond quality on failure load of leucite- and lithia disilicate-based ceramics. *The Journal of Prosthetic Dentistry*, 97(1), 18-24. doi:10.1016/j.prosdent.2006.11.009
- Coelho, A., Canta, J. P., Martins, J. N., Oliveira, S. A., & Marques, P. (2012). Perspetiva histórica e conceitos atuais dos sistemas adesivos amelodentinários - revisão da literatura. *Revista Portuguesa de Estomatologia, Medicina Dentária e Cirurgia Maxilofacial*, 53(1), 39-46.
- Colares, R. C., Neri, J. R., Souza, A. M., Pontes, K. M., Mendonca, J. S., & Santiago, S. L. (2013). Effect of surface pretreatments on the microtensile bond strength of lithium-disilicate ceramic repaired with composite resin. *Brazilian Dental Journal*, 24(4), 349-352. doi:10.1590/0103-6440201301960
- Conrad, H. J., Seong, W., & Pesun, I. J. (2007). Current ceramic materials and systems with clinical recommendations: a systematic review. *The Journal of Prosthetic Dentistry*, 98(5), 389-404. doi:10.1016/s0022-3913(07)60124-3
- Culler, S. (1987). *U.S. Patent No. US 4673354 A*. Washington, DC: U.S. Patent and Trademark Office.
- Della Bona, A., Anusavice, K. J., & Mecholsky Jr. (2003). Failure analysis of resin composite bonded to ceramic. *Dental Materials*, 19(8), 693-699.

- Della Bona, A., Anusavice, K. J., & Shen, C. (2000). Microtensile strenght of composite bonded to hot-pressed ceramics. *Journal of Adhesive Dentistry*, 2(4), 305-313.
- Della Bona, A., Borba, M., Benetti, P., Pecho, O., Alessandretti, R., Mosele, J., & Mores, R. (2014). Adhesion to dental ceramics. *Current Oral Health Reports*, 1, 232-238. doi:10.1007/s40496-014-0030-y
- Denry, I., & Holloway, J. A. (2010). Ceramics for dental applications: a review. *Materials*, 3(1), 351-368. doi:10.3390/ma3010351
- Fasbinder, D. J., Dennison, J. B., Heys, D., & Neiva, G. (2010). A clinical evaluation of chairside lithium disilicate CAD/CAM crowns. *The Journal of the American Dental Association*, 141. doi:10.14219/jada.archive.2010.0355
- Giordano, R., & McLaren E. A. (2010). Ceramics overview: classification by microstructure and processing methods. *Compendium of Continuing Education in Dentistry*, 31(9), 682-684, 686, 688.
- Gomes, E. A., Assunção, W. G., Rocha, E. P., & Santos, P. H. (2008). Ceramic in dentistry: current situation. *Cerâmica*, 54, 319-325.
- Guerra, C. M. F., Neves, C. A. F., Almeida, E. C. B., Valones, M. A. A., & Guimarães, R. P. (2007). Estágio atual das cerâmicas odontológicas. *International Journal of Dentistry*, 6(3), 90-95.
- Hickel, R., Brühaver, K., & Ilie, N. (2013). Repair of restorations – criteria for decision making and clinical recommendations. *Dental Materials*, 29(1), 28-50. doi:10.1016/j.dental.2012.07.006
- Ho, G. W., & Matinlinna, J. P. (2011). Insights on ceramics as dental materials. Part I: ceramic material types in dentistry. *Silicon*, 3(3), 109-115. doi:10.1007/s12633-011-9078-7
- Höland, W., Schweiger, M., Rheinberger, V. M., & Kappert, H. (2009). Bioceramics and their application for dental restoration. *Advances in Applied Ceramics*, 108(6), 373-380. doi:10.1179/174367609x414099

- Höland, W., Schweiger, M., Watzke, R., Peschke, A., & Kappert, H. (2008). Ceramics as biomaterials for dental restoration. *Expert Review of Medical Devices*, 5(6), 729-745. doi:10.1586/17434440.5.6.729
- Isgrò, G., & Sachs, A. (2015). Evolution of dental ceramic from the platinum foil to CAD-CAM technologies: review. *International Journal of Dentistry and Oral Science*, 12-20. doi:10.19070/2377-8075-si01003
- ISO (2015). ISO 6872 Dentistry – Ceramic materials.
- Isolan, C. P., Valente, L. L., Münchow, E. A., Basso, G. R., Pimentel, A. H., Schwantz, J. K., . . . Moraes, R. R. (2014). Bond strength of a universal bonding agent and other contemporary dental adhesives applied on enamel, dentin, composite, and porcelain. *Applied Adhesion Science*, 2(1). doi:10.1186/s40563-014-0025-x
- Ito, M., Okada, N., Shiga, H., Sakurai, H., Kan, T., & Noda, M. (2015). Tensile bond strength of universal adhesives to repair ceramic restoration. *Dental Materials*, 31(1), e31. doi: 10.1016/j.dental.2015.08.070
- Kalavacharla, V., Lawson, N., Ramp, L., & Burgess, J. (2015). Influence of etching protocol and silane treatment with a universal adhesive on lithium disilicate bond strength. *Operative Dentistry*, 40(4), 372-378. doi:10.2341/14-116-l
- Kelly, J. R. (2004). Dental ceramics: current thinking and trends. *Dental Clinics of North America*, 48(2), 513-530. doi:10.1016/j.cden.2004.01.003
- Kelly, J. R., & Benetti, P. (2011). Ceramic materials in dentistry: historical evolution and current practice. *Australian Dental Journal*, 56, 84-96. doi: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(1). doi:10.1186/s40824-015-0035-1
- Kina, S. (2005, Abril/Maio/Junho). Cerâmicas dentárias. *Revista Dental Press de Estética*, 2(2), 111-128.

- Landuyt, K. L., Snauwaert, J., Munck, J. D., Peumans, M., Yoshida, Y., Poitevin, A., . . . Meerbeek, B. V. (2007). Systematic review of the chemical composition of contemporary dental adhesives. *Biomaterials*, 28(26), 3757-3785. doi:10.1016/j.biomaterials.2007.04.044
- Li, R. W., Chow, T. W., & Matinlinna, J. P. (2014). Ceramic dental biomaterials and CAD/CAM technology: State of the art. *Journal of Prosthodontic Research*, 58(4), 208-216. doi:10.1016/j.jpor.2014.07.003
- Lung, C. Y., & Matinlinna, J. P. (2012). Aspects of silane coupling agents and surface conditioning in dentistry: an overview. *Dental Materials*, 28(5), 467-477. doi:10.1016/j.dental.2012.02.009
- Matinlinna, J. P., Lassila, L. V., Özcan, M., Yli-Urpo, A., & Vallittu, P. K. (2004). An introduction to silanes and their clinical applications in dentistry. *International Journal of Prosthodontics*, 17(2), 155-164.
- Matinlinna, J. P., Lassila, L. V., & Vallittu, P. K. (2006). The effect of a novel silane blend system on resin bond strength to silica coated Ti substrate. *Journal of Dentistry*, 34(7), 436-443.
- Matinlinna, J. P., & Vallittu, P. K. (2007). Bonding of resin composites to etchable ceramic surfaces: an insight review of the chemical aspects on surface conditioning. *Journal of Oral Rehabilitation*, 34(8), 622-630. doi:10.1111/j.1365-2842.2005.01569.x
- McLaren, E. A., & Cao, P. T. (2009). Ceramics in dentistry - Part I: classes of materials. *Inside Dentistry*, 7(October), 94-103.
- McLaren, E. A., & Figueira, J. (2015). Updating classifications of ceramic dental materials: a guide to material selection. *Compendium of Continuing Education in Dentistry*, 36(6), 400-405.
- Murillo, F., & De Góes, M. F. (2014). Effect of different silane-containing solutions on glass-ceramic/ cement bonding interacting with dual-cure resin cements. *Odontos - International Journal of Dental Sciences*, (16), 87. doi:10.15517/ijds.v0i16.20330

- Neis, C. A., Albuquerque, N. L., Albuquerque, I. D., Gomes, E. A., Souza-Filho, C. B., Feitosa, V. P., . . . Bacchi, A. (2015). Surface treatments for repair of feldspathic, leucite - and lithium disilicate-reinforced glass ceramics using composite resin. *Brazilian Dental Journal*, 26(2), 152-155. doi:10.1590/0103-6440201302447
- Özcan, M., Barbosa, S., Melo, R., Galhano, G., & Bottino, M. (2007). Effect of surface conditioning methods on the microtensile bond strength of resin composite to composite after aging conditions. *Dental Materials*, 23(10), 1276-1282. doi:10.1016/j.dental.2006.11.007
- Özcan, M., Valandro, L. F., Amaral, R., Leite, F., & Bottino, M. A. (2009). Bond strength durability of a resin composite on a reinforced ceramic using various repair systems. *Dental Materials*, 25(12), 1477-1483. doi:10.1016/j.dental.2009.06.020
- Özcan, M., & Volpato, C. (2015). Surface conditioning protocol for the adhesion of resin-based materials to glassy matrix ceramics: how to condition and why? *The Journal of Adhesive Dentistry*, 17(3), 292-293. doi: 10.3290/j.jad.a34590
- Passia, N., Lehmann, F., Freitag-Wolf, S., & Kern, M. (2015). Tensile bond strength of different universal adhesive systems to lithium disilicate ceramic. *The Journal of the American Dental Association*, 146(10), 729-734. doi:10.1016/j.adaj.2015.04.008
- Perdigão, J., & Loguercio, A. D. (2014). Universal or multi-mode adhesives: why and how? *Journal of Adhesive Dentistry*, 16(2), 193-194. doi: 10.3290/j.jad.a31871
- Perdigão, J., Reis, A., & Loguercio, A. D. (2013). Dentin adhesion and MMPs: a comprehensive review. *Journal of Esthetic and Restorative Dentistry*, 25(4), 219-241. doi:10.1111/jerd.12016
- Perdigão, J., & Swift Jr., E. J. (2015). Universal adhesives. *Journal of Esthetic and Restorative Dentistry*, 27(6), 331-334. doi: 10.1111/jerd.12185

- Peumans, M., Kanumilli, P., De Munck, J., Van Landuyt, K., Lambrechts, P., & Van Meerbeek, B. (2005). Clinical effectiveness of contemporary adhesives: a systematic review of current clinical trials. *Dental Materials*, 21(9), 864-881. doi:10.1016/j.dental.2005.02.003
- Pieger, S., Salman, A., & Bidra, A. S. (2014). Clinical outcomes of lithium disilicate single crowns and partial fixed dental prostheses: a systematic review. *The Journal of Prosthetic Dentistry*, 112(1), 22-30. doi:10.1016/j.prosdent.2014.01.005
- Pini, N. P., Aguiar, F. H. B., Leite Lima, D. A. N., Lovadino, J. R., Suga Terada, R. S., & Pascotto, R. C. (2012). Advances in dental veneers: materials, applications, and techniques. *Clinical, Cosmetic and Investigational Dentistry*, 4, 9-16. doi:10.2147/CCIDEN.S7837
- Raghavan, R. N. (2012). Ceramics in dentistry. In A. Lakshmanan (Ed.), *Sintering of Ceramics - New Emerging Techniques*. InTech. doi:10.5772/39090
- Reston, E. G., Filho, S. C., Arossi, G., Cogo, R. B., Rocha, C. S., & Closs, L. Q. (2008). Repairing ceramic restorations: final solution or alternative procedure? *Operative Dentistry*, 33(4), 461-466. doi:10.2341/07-151
- Rosa, W. L., Piva, E., & Silva, A. F. (2015). Bond strength of universal adhesives: a systematic review and meta-analysis. *Journal of Dentistry*, 43(7), 765-776.
- Silva e Souza Jr., M., Carneiro, K. G., Lobato, M. F., Silva e Souza, P. A., & De Góes, M. F. (2010). Adhesive systems: important aspects related to their composition and clinical use. *Journal of Applied Oral Science*, 18(3), 207-214. doi:10.1590/s1678-77572010000300002
- Singhal, S., Antonson, S. A., & Antonson, D. E. (2014). Ceramic repair – effect of primer, universal adhesives and aging. *Dental Materials*, 30(1), e122. doi: 10.1016/j.dental.2014.08.253
- Siqueira, F., Cardenas, A. M., Gutierrez, M. F., Malaquias, P., Hass, V., Reis, A., ... Perdigo, J. (2016) Laboratory performance of universal adhesive systems for luting CAD/CAM restorative materials. *The Journal of Adhesive Dentistry*, 18, 1-10. doi: 10.3290/j.jad.a36519

- Souza, L. C., Apolonio, F. M., Souza, L. P., Carrilho, R. O., & Saboia, P. A. (2015). Stability of the adhesive interface after different artificial aging techniques. *Journal of Dental Applications*, 2(2), 153-157
- Stawarczyk, B., Krawczuk, A., & Ilie, N. (2014). Tensile bond strength of resin composite repair in vitro using different surface preparation conditionings to an aged CAD/CAM resin nanoceramic. *Clinical Oral Investigations*, 19(2), 299-308. doi:10.1007/s00784-014-1269-3
- Staxrud, F., & Dahl, J. E. (2015). Silanising agents promote resin-composite repair. *International Dental Journal*, 65(6), 311-315. doi:10.1111/idj.12188
- 3M ESPE. (2012). *Scotchbond Universal Adhesive* [Brochure]. USA.
- Van Meerbeek, B., Peumans, M., Poitevin, A., Mine, A., Ende, A. V., Neves, A., & Munck, J. D. (2010). Relationship between bond-strength tests and clinical outcomes. *Dental Materials*, 26(2). doi:10.1016/j.dental.2009.11.148
- VOCO GmbH (2013). *Futurabond U Instructions for Use* [Brochure]. Cuxhaven, Germany
- Wahsh, M., & Ghallab, O. (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:10.1016/j.tdj.2015.06.001
- Yoshida, F., Tsujimoto, A., Ishii, R., Nojiri, K., Takamizawa, T., Miyazaki, M., & Latta, M. A. (2015). Influence of surface treatment of contaminated lithium disilicate and leucite glass ceramics on surface free energy and bond strength of universal adhesives. *Dental Materials Journal*, 34(6), 855-862. doi:10.4012/dmj.2015-123
- Yoshihara, K., Nagaoka, N., Sonoda, A., Maruo, Y., Makita, Y., Okihara, T., . . . Van Meerbeek, B. (2016). Effectiveness and stability of silane coupling agent incorporated in 'universal' adhesives. *Dental Materials*, 32(10), 1218-1225. doi:10.1016/j.dental.2016.07.002

- Zaghloul, H., Elkassas, D., & Haridy, M. (2014). Effect of incorporation of silane in the bonding agent on the repair potential of machinable esthetic blocks. *European Journal of Dentistry*, 8(1), 44. doi:10.4103/1305-7456.126240
- Zhang, Y., Sailer, I., & Lawn, B. R. (2013). Fatigue of dental ceramics. *Journal of Dentistry*, 41(12), 1135-1147. doi:10.1016/j.jdent.2013.10.007
- Zohairy, A., De Gee, A., Hassan, F., & Feilzer, A. (2004). The effect of adhesives with various degrees of hydrophilicity on resin ceramic bond durability. *Dental Materials*, 20(8), 778-787. doi:10.1016/j.dental.2003.05.010

ANEXOS

Anexo 1

Output do SPSS: Comparação da μTBS entre os grupos submetidos a teste imediato

	Statistic ^a	df1	df2	Sig.
Welch	7.511	4	57.281	.000

a. Asymptotically F distributed.

Tukey HSD^{a,b}

Grupo ime	N	Subset for alpha = 0.05		
		1	2	3
F	23	22.3070		
SU	26	23.5123	23.5123	
SiSU	25	30.3712	30.3712	30.3712
SiF	22		31.7045	31.7045
SiA	25			36.8380
Sig.		.066	.060	.213

Means for groups in homogeneous subsets are displayed.

a. Uses Harmonic Mean Sample Size = 24,109.

b. The group sizes are unequal. The harmonic mean of the group sizes is used. Type I error levels are not guaranteed.

Anexo 2

Output do SPSS: Comparação da μTBS entre os grupos submetidos a teste após envelhecimento

ANOVA

	Sum of Squares	df	Mean Square	F	Sig.
Between Groups	172.056	2	86.028	1.782	.177
Within Groups	2848.177	59	48.274		
Total	3020.233	61			

Anexo 3

Output do SPSS: Comparação no modo de falha entre os grupos imediato *versus* envelhecimento (grupo SiA-I *versus* SiA-E)

Chi-Square Tests

	Value	df	Asymp. Sig. (2-sided)	Monte Carlo Sig. (2-sided)	
				Sig.	99% ... Lower Bound
Pearson Chi-Square	.980 ^a	2	.613	1.000 ^b	1.000
Likelihood Ratio	1.366	2	.505	1.000 ^b	1.000
Fisher's Exact Test	.948			1.000 ^b	1.000
N of Valid Cases	49				

	Monte Carlo ...
	99% ...
	Upper Bound
Pearson Chi-Square	1.000
Likelihood Ratio	1.000
Fisher's Exact Test	1.000
N of Valid Cases	

a. 2 cells (33,3%) have expected count less than 5. The minimum expected count is ,49.

b. Based on 10000 sampled tables with starting seed 215962969.

Anexo 4

Output do SPSS: Comparação no modo de falha entre os grupos imediato *versus* envelhecimento (grupo SiSU-I *versus* SiSU-E)

Chi-Square Tests^c

	Value	df	Asymp. Sig. (2-sided)	Exact Sig. (2-sided)	Exact Sig. (1-sided)
Pearson Chi-Square	4.728 ^a	1	.030	.042	.031
Continuity Correction ^b	3.359	1	.067		
Likelihood Ratio	5.126	1	.024	.042	.031
Fisher's Exact Test				.042	.031
N of Valid Cases	44				

a. 0 cells (,0%) have expected count less than 5. The minimum expected count is 5,18.

b. Computed only for a 2x2 table

c. For 2x2 crosstabulation, exact results are provided instead of Monte Carlo results.

Anexo 5

Output do SPSS: Comparação no modo de falha entre os grupos imediato *versus* envelhecimento (grupo SiF-I *versus* SiF-E)

Chi-Square Tests

	Value	df	Asymp. Sig. (2-sided)	Monte Carlo Sig. (2-sided)	
				Sig.	99% ... Lower Bound
Pearson Chi-Square	12.317 ^a	2	.002	.002 ^b	.001
Likelihood Ratio	14.112	2	.001	.002 ^b	.001
Fisher's Exact Test	11.884			.002 ^b	.001
N of Valid Cases	41				

Chi-Square Tests

	Monte Carlo ...
	99% ...
	Upper Bound
Pearson Chi-Square	.003
Likelihood Ratio	.003
Fisher's Exact Test	.003
N of Valid Cases	

a. 2 cells (33,3%) have expected count less than 5. The minimum expected count is 1,39.

b. Based on 10000 sampled tables with starting seed 475497203.

Anexo 6

Output do SPSS: Comparação no modo de falha entre os grupos submetidos a teste imediato

Chi-Square Tests

	Value	df	Asymp. Sig. (2-sided)	Monte Carlo Sig. (2-sided)	
				Sig.	99% ... Lower Bound
Pearson Chi-Square	19.745 ^a	12	.072	.035 ^b	.030
Likelihood Ratio	15.854	12	.198	.120 ^b	.112
Fisher's Exact Test	12.846			.232 ^b	.221
N of Valid Cases	121				

Chi-Square Tests

	Monte Carlo ...
	99% ...
	Upper Bound
Pearson Chi-Square	.039
Likelihood Ratio	.129
Fisher's Exact Test	.243
N of Valid Cases	

a. 10 cells (50,0%) have expected count less than 5. The minimum expected count is ,18.

b. Based on 10000 sampled tables with starting seed 1585587178.

Anexo 7

Output do SPSS: Comparação no modo de falha entre os grupos submetidos a teste após envelhecimento

Chi-Square Tests

	Value	df	Asymp. Sig. (2-sided)	Monte Carlo Sig. (2-sided)	
				Sig.	99% ... Lower Bound
Pearson Chi-Square	10.283 ^a	2	.006	.006 ^b	.004
Likelihood Ratio	10.454	2	.005	.014 ^b	.011
Fisher's Exact Test	9.326			.008 ^b	.005
N of Valid Cases	62				

Chi-Square Tests

	Monte Carlo ...
	99% ...
	Upper Bound
Pearson Chi-Square	.008
Likelihood Ratio	.017
Fisher's Exact Test	.010
N of Valid Cases	

a. 2 cells (33,3%) have expected count less than 5. The minimum expected count is 3,98.

b. Based on 10000 sampled tables with starting seed 1487459085.