



INSTITUTO UNIVERSITÁRIO EGAS MONIZ

MESTRADO INTEGRADO EM MEDICINA DENTÁRIA

**INFLUÊNCIA DE DIFERENTES PROTOCOLOS DE
SILANIZAÇÃO NA RESISTÊNCIA ADESIVA ENTRE CERÂMICA
FELDSPÁTICA E RESINA COMPOSTA COMERCIAL**

Trabalho submetido por
João Luís Almeida dos Reis
para a obtenção do grau de Mestre em Medicina Dentária

junho de 2019



INSTITUTO UNIVERSITÁRIO EGAS MONIZ

MESTRADO INTEGRADO EM MEDICINA DENTÁRIA

**INFLUÊNCIA DE DIFERENTES PROTOCOLOS DE
SILANIZAÇÃO NA RESISTÊNCIA ADESIVA ENTRE CERÂMICA
FELDSPÁTICA E RESINA COMPOSTA COMERCIAL**

Trabalho submetido por
João Luís Almeida dos Reis
para a obtenção do grau de Mestre em Medicina Dentária

Trabalho orientado por
Prof. Doutor José João Baltazar Mendes

e coorientado por
Mestre António Sales Delgado

junho de 2019

Agradecimentos

Ao Prof. Doutor José João Mendes, por toda a orientação, apoio e disponibilidade demonstrada durante a realização desta investigação e pela constante boa disposição e tranquilidade com que sempre encarou este trabalho.

Ao Mestre António Sales Delgado, que foi sem dúvida um alicerce indispensável para a realização deste trabalho. Por todo o conhecimento científico que me transmitiu, por toda a disponibilidade prestada, por toda a tranquilidade, motivação, paciência e sobretudo pela amizade criada após todos estes meses de trabalho, o meu sincero obrigado. És, sem dúvida, um exemplo a seguir em termos de trabalho e dedicação.

Ao Prof. Doutor Mário Polido, pela disponibilidade prestada na utilização do laboratório de Materiais Dentários e por todo o material que foi necessário ao longo desta investigação.

Ao Dr. João Rua e Mestre Paulo Monteiro, por toda a ajuda e motivação que sempre me deram, assim como pela disponibilidade na utilização de materiais para este trabalho.

Ao Prof. Doutor Luís Proença pela ajuda preciosa na realização de toda a análise estatística.

Aos meus Pais, pela educação, conhecimento, valores e sentido de trabalho e responsabilidade que me transmitiram aos longo dos anos. São, sem dúvida, um exemplo para mim. Por permitirem a minha formação nesta Faculdade e pelo apoio incondicional e motivação dados ao longo destes 5 anos. Sem vocês e sem a vossa ajuda tudo isto seria impossível.

À Catarina, minha namorada, pelo apoio constante e por todos os momentos em que me animou e deu força para continuar a trabalhar. Obrigado por teres sido um pilar fundamental nesta caminhada. Foste, sem dúvida alguma, o melhor que esta Faculdade me deu.

A todos os meus amigos e colegas de curso, principalmente, Sofia Lobo, Récio, Anastásia, Inês Mocho, Inês Machado, Marga, Margarida Almeida e, em especial, ao meu colega de Box e grande amigo João Trindade, obrigado por estes fantásticos 5 anos que vou levar e guardar para sempre na minha memória. Obrigado por terem tornado o meu percurso académico tão espetacular e memorável. Vou recordar com saudade todos os momentos passados e vividos com todos vocês.

Resumo

Objetivo: Avaliar, *in vitro*, a resistência adesiva da interface cerâmica-resina (cerâmica feldspática), em resposta a diferentes agentes de silanização e diferentes tempos de aplicação dos mesmos.

Materiais e métodos: Três blocos de cerâmica feldspática, retangulares, VITABLOCS® Mark II foram divididos em duas partes iguais, obtendo-se um total 6 amostras, aleatoriamente divididas em 3 grupos. Para cada um desses 3 grupos foi selecionado um silano diferente: **G1** Bis-Silane (Bisco, Schaumburg, IL, USA); **G2** ESPE Sil Silane Coupling Agent (3M ESPE AG, Seefeld, Germany) e **G3** Monobond Plus (Ivoclar-Vivadent, Schaan, Liechtenstein) e dois tempos de aplicação do mesmo: **T1** (60s) ou **T2** (300s). Foi efetuado o condicionamento das amostras (ácido hidrofúorídrico, descontaminação, ácido ortofosfórico e banho de ultrassons). De seguida foi realizada a silanização, aquecimento, aplicação o adesivo e incrementação e fotopolimerização da resina composta. As amostras foram seccionadas em micro espécimens ($1 \pm 0,2 \text{mm}^2$) e testadas em tração (0,5mm/min), até ocorrer a sua fratura. Os resultados de resistência adesiva obtidos, foram analisados com recurso aos testes ANOVA *two-way*, a um nível de significância de 5% (SPSS24.0).

Resultados: Enquanto fatores isolados, tanto o tipo de silano ($p < 0,001$; $\eta^2 = 0,076$), como o tempo de aplicação do mesmo ($p = 0,001$; $\eta^2 = 0,043$), tiveram influência estatisticamente significativa nos valores de resistência adesiva. A interação dos dois fatores também apresentou influência estatisticamente significativa ($p = 0,001$; $\eta^2 = 0,053$). Para o tempo de aplicação de 60s e de 300s, o Monobond Plus ($17,7 \pm 8,87$ MPa) apresentou os melhores valores de resistência adesiva.

Conclusão: O agente de silanização, o tempo de condicionamento da superfície cerâmica e a interação entre estes dois fatores, têm influência na resistência adesiva entre a resina composta e a cerâmica feldspática. O tipo de silano é a variável com maior influência nos valores de resistência adesiva.

Palavras-chave: Resistência adesiva, silano, cerâmica feldspática, resina composta.

Abstract

Objectives: To assess, *in vitro*, the bond strength of the ceramic (feldspathic ceramic)-resin adhesive interface, in response to different commercial silane coupling agents and different application times.

Materials and Methods: Three feldspathic reinforced glass ceramic blocks, rectangular, VITABLOCS® Mark II were divided into two equal parts using a hard tissue microtome Accutom-50 (Struers A/S, Ballerup, Denmark). Of the samples obtained, 6 were divided into 3 groups according to the silane used: **G1** BIS-Silane (Bisco, Schaumburg, IL, USA); **G2** ESPE Sil Silane Coupling Agent (3M ESPE AG, Seefeld, Germany); **G3** Monobond Plus (Ivoclar-Vivadent, Schaan, Liechtenstein). Each one was then divided into two subgroups, according to the application time: **T1** (60s) or **T2** (300s). The samples were conditioned (hydrofluoric acid, decontamination, orthophosphoric acid and ultrasonic bath). Then, the silanization, heating, adhesive application, the resin adhesion and the light curing of the samples were carried out. The samples were all sectioned into micro specimens ($1 \pm 0.2 \text{ mm}^2$) and tested in tension (0.5mm/min), until they fractured. Data were treated using a two-way ANOVA test at a significance level of 5% (SPSS24.0).

Results: As an isolated factor, the silane type ($p < 0.001$, $\eta^2 = 0.076$) and its application time ($p = 0.001$; $\eta^2 = 0.043$) had a statistically significant influence on bond strength values. The interaction of the two factors also had a statistically significant influence ($p = 0.001$, $\eta^2 = 0.053$). For the application time of 60s and 300s, the Monobond Plus ($17.7 \pm 8.87 \text{ MPa}$) had the highest bond strength value.

Conclusion: The silane coupling agent, the application time, and the interaction between these two factors, have an influence on the bond strength between the composite resin and the feldspathic ceramic. The silane type is the variable with the greatest influence on the bond strength values.

Key words: Bond strength, silane coupling agents, feldspathic ceramic, resin composite.

ÍNDICE GERAL

I.	INTRODUÇÃO	15
1.	Restaurações adesivas indiretas	15
1.1.	Cerâmicas Dentárias.....	15
1.1.1.	Cerâmicas de matriz vítrea.....	18
1.1.1.1.	Cerâmicas feldspáticas	18
1.1.1.2.	Cerâmicas sintéticas	19
1.1.1.2.1.	Cerâmicas de dissilicato de lítio.....	20
1.1.1.2.2.	Cerâmicas reforçadas por leucite	21
1.1.1.3.	Cerâmicas infiltradas por vidro	21
1.1.2.	Cerâmicas policristalinas.....	21
1.1.3.	Cerâmicas com matriz de resina.....	22
1.2.	Computer-aided design/Computer-aided manufacturing (CAD/CAM).....	23
2.	Adesão	24
2.1.	Tratamentos da superfície de cerâmicas dentárias	25
2.1.1.	Jateamento da superfície com óxido de alumínio	25
2.1.2.	Jateamento com óxido de alumínio revestido por sílica triboquímico.....	26
2.1.3.	Tratamento químico por ácidos e bases	26
2.2.	Silanização	27
2.3.	10-MDP	31
3.	Teste Laboratorial de Adesão em Materiais Dentários	32
II.	Objetivos do Estudo	35
III.	Hipóteses do estudo	37
IV.	Materiais e Métodos	39
1.	Preparação das amostras.....	39
2.	Teste de microtração	44
4.	Análise Estatística	46
V.	Resultados	47
1.	Análise da resistência adesiva (μ TBS).....	47
2.	Análise do tipo de fratura	51
VI.	Discussão	53

VII. Conclusão	61
1. Relevância Clínica.....	61
2. Perspetivas futuras.....	62
VIII. Bibliografia	63

Índice de Figuras

Figura 1 - Esquema ilustrativo da classificação das cerâmicas e das características de cada grupo.	17
Figura 2 - Facetas de cerâmica feldspática (Federizzi et al., 2016).....	19
Figura 3 - Máquina de Fresagem Sirona (Fotografia cedida pelo Dr. João Rua).	24
Figura 4 - Interação do silano com a sílica presente na superfície da cerâmica. Os três círculos vermelhos identificam as duplas ligações de carbonos que vão copolimerizar com a matriz de resina.	30
Figura 5 - VITABLOCS Mark II (VITA Zahnfabrik, Spitalgasse 3, Bad Sackingen, Germany).	39
Figura 6 - Silano não hidrolisado Bis-Silano (Bisco, Schaumburg, IL, USA) (A), Silano pré-hidrolisado Monobond Plus (Ivoclar-Vivadent, Schaan, Liechtenstein) (B) e Silano pré-hidrolisado ESPE-Sil Silane Coupling Agent (3M ESPE AG, Seefeld, Germany) (C).	40
Figura 7 - Pó neutralizador de ácido (Ivoclar-Vivadent, Schaan, Liechtenstein) (A), Ácido Ortofosfórico 32% (3M ESPE, Neuss, Germany) (B) e Ácido Hidrofluorídrico 9,5% (Bisco, Schaumburg, IL, USA) (C).	41
Figura 8 - Adesivo Optibond FL (Kerr, CA, USA) (A) e Máquina de Ultrassons (Codyson, China) (B).	41
Figura 9 - Resina composta Enamel Plus HRi (Micerium S.p.A., Avegno, Ge, Italy), nas cores UD0.5, UD4, UD5 e UD6 (A), Fotopolimerizador Elipar TM DeepCure-S (3M ESPE AG, Seefeld, Germany) (B) e condensação da resina composta com o auxílio de um molde efetuado com silicone de adição (C).	43
Figura 10 - Micrótopo de tecidos duros Accutom-50 (Struers A/S, Ballerup, Denmark) (A) e bloco de cerâmica seccionado (B).	43
Figura 11 - Termocicladora (Julabo FT 200, JULABO GmbH, Seelbach, Germany)(A) e Estufa (Memmert, Schwabach)(B).	44
Figura 12 - Jig de aço inoxidável de Geraldeli com cianoacrilato (SuperUnick, Ceys, Barcelona, Espanha)(A) e máquina de testes universal (Shimadzu AG-IS, Tokyo, Japan)(B).	44

Figura 13 - Microscópio ótico com ampliação de 20x (Leica ATC 2000, Reichert Inc., Buffalo, NY, USA).45

Figura 14 - Esquema ilustrativo dos diferentes tipos de fratura: 1- Fratura Adesiva; 2- Fratura Coesiva na Cerâmica; 3- Fratura Coesiva na Resina Composta; 4- Fraturas Mistas.45

Índice de Tabelas

Tabela 1 - Instruções do fabricante para a utilização de cada marca comercial de Silano. 42

Tabela 2 - Médias, Desvios Padrão e Intervalos de Confiança (95%) em MPa de cada grupo de amostras. Diferentes letras (A,B,C) identificam médias estatisticamente significativas diferentes (Teste de Tukey, $p < 0,05$). 48

Índice de Gráficos

Gráfico 1 - Gráfico de Médias e Desvios Padrão da Resistência Adesiva (MPa) de cada grupo de amostras.	48
Gráfico 2 - Gráfico dos intervalos de confiança (95%) de cada grupo de amostras.....	49
Gráfico 3 - Gráfico das percentagens referentes ao tipo de fratura resultante nos diversos grupos de teste.	51

Lista de Abreviaturas

10-MDP – 10-Metacrilóiloxidecil dihidrogenofosfato

CAD/CAM – Computer Aided Design/Computer Aided Manufacturing

°C – Graus Celsius

kN – Quilo Newton

mm² – Milímetro quadrado

MPa – Mega Pascal

μTBS – Resistência adesiva à microtração

3-MPS – 3- metacrilóxi propil trimetoxisilano

mm/min – Milímetro por minuto

η^2 - *Parcial Eta Square*

I. INTRODUÇÃO

1. Restaurações adesivas indiretas

Uma restauração indireta é definida como um tipo de restauração que é fabricada fora da cavidade oral, quer em laboratório, quer através de um sistema de *Computer Aided Design/Computer Aided Manufacturing (CAD/CAM)* (Angeletaki, Gkogkos, Papazoglou, & Kloukos, 2016; Heymann, Swift, Ritter, & Sturdevant, 2013). A utilização e a procura pela realização de restaurações indiretas tem vindo a aumentar significativamente, principalmente devido à evolução tecnológica existente nos dias de hoje, assim como o aumento da procura pela estética dentária perfeita. De entre as inúmeras restaurações indiretas existentes nos dias de hoje podemos enumerar os *onlays*, *inlays*, *overlays*, coroas, facetas, *jackets*, fragmentos, entre outros (Felden, Schmalz, Federlin, & Hiller, 1998; Fuzzi & Rappelli, 1998; Schulz, Johansson, & Arvidson, 2003).

Comparativamente com as restaurações diretas, as restaurações indiretas, principalmente em cerâmica, exigem uma planificação bastante mais minuciosa e extensa. O seu custo é mais elevado, mas em contrapartida permitem obter uma estética e longevidade superior. É, por isso, necessário avaliar os resultados obtidos para que haja ou não evidência das vantagens de se utilizar as restaurações indiretas em detrimento das restaurações diretas (Rebello de Sampaio, Sesma, Özcan, Morimoto, & Braga, 2016).

Nas restaurações indiretas, a resistência mecânica é um fator crucial para a sua longevidade e integridade, sendo que existem cada vez mais materiais disponíveis que proporcionam resultados bastante eficazes a longo prazo (Pol & Kalk, 2011; Thordrup, Isidor & Horsted-Bindslev, 2006).

1.1. Cerâmicas Dentárias

Nos dias de hoje, as cerâmicas são bastantes utilizadas em restaurações indiretas em Medicina Dentária, devido à sua alta biocompatibilidade e estética. As suas diversas propriedades, de acordo com Magne (2006), destacam este material como sendo o

substituto mais aproximado ao esmalte, tornando-as numa restauração biomimética. Contudo, o sucesso clínico das mesmas é variável (Li, Chow, & Matinlinna, 2014).

Quanto à sua composição química, as cerâmicas são constituídas maioritariamente por silício (Si) e apresentam-se comumente sob a forma de sílica (dióxido de silício), SiO₂, ou outros silicatos. Estes silicatos, por sua vez, são constituídos por tetraedros de silício (SiO₄) (Li *et al.*, 2014).

As cerâmicas apresentam estrutura cristalina e podem ter ligações iônicas ou covalentes entre os seus átomos, sendo materiais bastante frágeis e que fraturam facilmente quando sujeitas a forças de flexão ou tensão. Contudo, são resistentes no que toca a forças de compressão (Giordano & McLaren, 2014).

Os materiais cerâmicos de alta resistência, tais como a alumina e a zircónia, foram desenvolvidos no sentido de eliminar estruturas de liga metálica. As restaurações são assim constituídas exclusivamente por cerâmica, melhorando as propriedades óticas, físicas e biológicas (Blatz, Vonderheide, & Conejo, 2017).

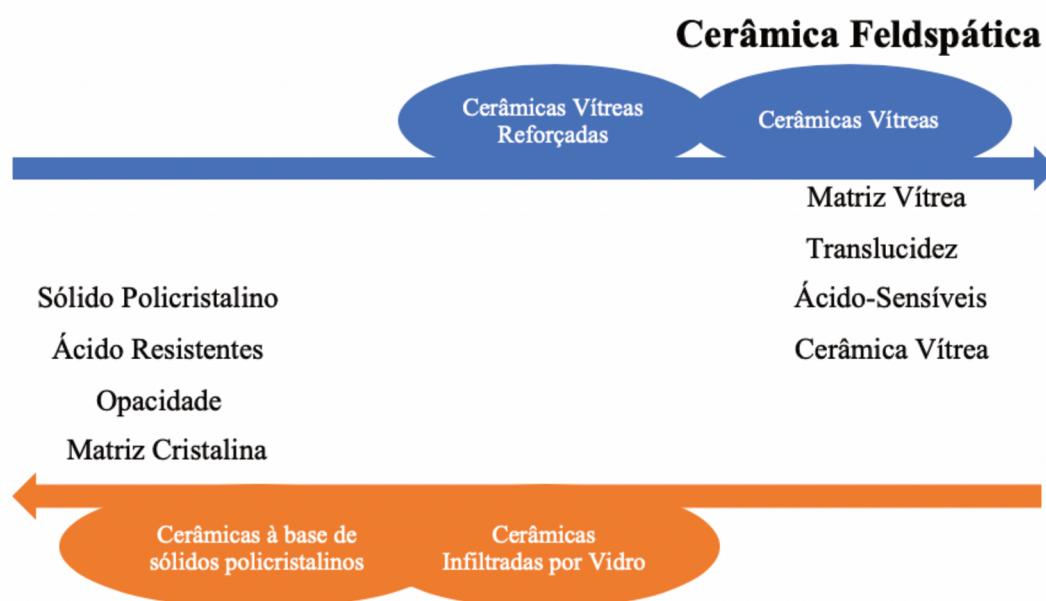
De acordo com Giordano & McLaren (2014), as cerâmicas podem ser divididas segundo várias classificações sendo que quanto à sua microestrutura (quantidade e tipo de fase cristalina e composição vítrea), (Figura 1), estas podem ser classificadas em 4 categorias;

- Na primeira categoria inserem-se as cerâmicas à base de vidro (contendo principalmente sílica).
- Na segunda categoria inserem-se as cerâmicas à base de vidro (também contendo principalmente sílica) mas com preenchimentos geralmente cristalinos (tipicamente leucite ou vidro de alta fusão).
- Na terceira categoria estão inseridas cerâmicas à base de cristais preenchidos por vidro (principalmente contendo alumina).
- E por fim, na quarta categoria, estão presentes cerâmicas à base de componentes sólidos policristalinos, tais como a alumina e a zircónia

As cerâmicas podem ainda ser classificadas quanto à sua técnica de processamento, podendo dividir-se em cerâmicas à base de vidro fabricadas com

pó/líquido, em blocos maquináveis ou prensáveis de sistemas à base de vidro ou em cerâmicas processadas por CAD/CAM, principalmente cristalinas, constituídas essencialmente por alumina ou zircónia (Giordano & McLaren, 2014).

Outros dois tipos de classificação de cerâmicas relacionam-se com a opacidade das mesmas (podendo ser classificadas num extremo como translúcidas e no extremo oposto como opacas) e com a sua aplicabilidade clínica (Giordano & McLaren, 2014).



Zircónia

Figura 1 - Esquema ilustrativo da classificação das cerâmicas e das características de cada grupo.

De entre os vários tipos de cerâmicas utilizadas em Medicina Dentária, as feldspáticas são as mais utilizadas em zonas anteriores, sobretudo devido à sua excelente estética e biomimetismo com a estrutura dentária natural. A sua adesão à superfície dentária implica a realização de vários métodos, como a abrasão com partículas de ar (50 μm Al_2O_3), o condicionamento com ácido hidrofluorídrico (HF) e utilização de um agente de silanização que é usado para aderir materiais distintos (Li et al., 2014). Este tema será abordado de seguida.

O processo de escolha de uma cerâmica é algo complexo devido à grande variedade existente nos dias de hoje. Por esta razão, é bastante útil a criação de classificações que permitam agrupar e organizar as cerâmicas consoante as suas características, permitindo ao clínico escolher aquela que mais se adequa a cada paciente. Existem diversas classificações de cerâmicas sendo que uma delas subdivide-as ainda em cerâmicas de matriz vítrea, cerâmicas policristalinas e ainda cerâmicas de matriz de resina (Gracis, Thompson, Ferencz, Silva, & Bonfante, 2016).

1.1.1. Cerâmicas de matriz vítrea

O predomínio de uma matriz vítrea nas cerâmicas dentárias permite um biomimetismo bastante elevado tanto do esmalte como da dentina de dentes naturais. Esta matriz vítrea resulta principalmente de um mineral denominado feldspato e é constituída essencialmente por sílica e alumina. Nas cerâmicas de matriz vítrea inserem-se as cerâmicas feldspáticas, sintéticas e infiltradas por vidro. Este tipo de cerâmicas têm como vantagem as excelentes propriedades que apresentam e como desvantagens a baixa resistência à flexão, que anda na ordem dos 60-70 MPa e a também reduzida tenacidade à fratura, tornando-as suscetíveis a falhas (Giordano & McLaren, 2014; Kelly & Benetti, 2011; Moravej-Salehi *et al.*, 2016).

1.1.1.1. Cerâmicas feldspáticas

As cerâmicas feldspáticas são constituídas essencialmente por quartzo, caulinita e feldspato natural (que é uma associação de aluminossilicatos de potássio e sódio). A formação de cristais de feldspato na fase cristalina da formação deste tipo de material, vai levar a uma maior resistência do mesmo. Isto, aliado a excelentes características estéticas, vai permitir a sua utilização deste material em facetas dentárias, sobretudo na região anterior, tal como se encontra demonstrado na Figura 2. Estão ainda indicadas em *inlays*, *onlays* e coroas unitárias no sector anterior e posteriores. Nos dentes posteriores estão indicadas sobretudo em pré-molares, visto que a probabilidade de fratura é semelhante à de pré-molares naturais (Gracis *et al.*, 2016); Li *et al.*, 2014).



Figura 2 - Facetas de cerâmica feldspática (Federizzi et al., 2016).

De entre as marcas comerciais de cerâmica feldspática destaca-se a Vitablocs Mark II (Vita Zahnfabrik), bastante utilizada na produção de onlay, inlays, facetas e coroas através de sistemas CAD-CAM. Esta apresenta blocos cerâmicos com uma estrutura feldspática bastante favorável (Venturini, Prochnow, May, Kleverlaan, & Valandro, 2018). Para além da Vitablocs Mark II (Vita Zahnfabrik), também existem outras marcas de cerâmicas feldspáticas no mercado, tais como a IPS Empress Esthetic (Ivoclar Vivadent), IPS Empress CAD (Ivoclar Vivadent), IPS Classic (Ivoclar Vivadent), Vitadur (Vident) ou por exemplo a Vita VMK 68 (Vident) (Gracis et al., 2016).

1.1.1.2. Cerâmicas sintéticas

O surgimento das cerâmicas sintéticas está relacionado com existência limitada de recursos naturais e das limitações a que estes estão relacionadas. Os materiais sintéticos cerâmicos têm uma composição bastante semelhante entre si, sendo que a presença de óxido de potássio, dióxido de sílica, óxido de alumínio e óxido de sódio é normalmente comum a todos eles. Existem vários tipos de cerâmicas sintéticas nomeadamente as cerâmicas de dissilicato de lítio, as cerâmicas reforçadas por leucite e ainda as cerâmicas reforçadas por fluoroapatite. A fase vítrea destas cerâmicas pode ser combinada com uma fase cristalina de cristais de apatite, para além da leucite, promovendo um melhoramento das propriedades mecânicas e uma compatibilidade de expansão térmica com metais. A distribuição e o tamanho dos seus cristais vão depender do processamento e composição do vidro de base e ainda do tratamento térmico a que

vão ser sujeitos posteriormente. Todo este processo permite a criação de materiais com as dimensões exatas pretendidas, exibindo propriedades óticas excelentes, assim como uma estrutura homogênea e boas propriedades mecânicas. A leucite é criada nas cerâmicas através do aumento do teor de óxido de potássio (K_2O) do vidro aluminosilicatado. Os cristais de dissilicato de lítio são produzidos através da adição de óxido de lítio (Li_2O) ao vidro aluminosilicatado (Bonfante et al., 2016; Giordano & McLaren, 2014; Kapusevska et al., 2018).

1.1.1.2.1. Cerâmicas de dissilicato de lítio

As cerâmicas de dissilicato de lítio tais como o IPS e.max CAD da Ivoclar Vivadent, têm vindo a ter uma grande utilização devido às suas excelentes propriedades mecânicas como uma alta versatilidade, boa resistência e elevada translucidez. Este tipo de cerâmicas tem uma estética bastante aceitável, assim como um comportamento bastante positivo no que toca à resistência química e à abrasão. Hoje em dia, este é o *gold standard* aquando da utilização de coroas totais em dentes anteriores e posteriores, *inlays*, *onlays* e ainda em facetas. A sua longevidade está também consolidada na literatura como sendo muito favorável em comparação com as alternativas (Elsaka & Elnaghy, 2016; Pieger, Salman, & Bidra, 2014).

O processo de fabrico das cerâmicas de dissilicato de lítio pode ser realizado através da prensagem a calor, através do sistema de adição de pó/líquido, ou através de um sistema CAD/CAM que pode ser através de remoção subtrativa do material em excesso (fresagem), ou aditiva (Elsaka & Elnaghy, 2016; Giordano & McLaren, 2014).

A fratura de facetas tem sido bastante reduzida aquando da utilização de cerâmicas de dissilicato de lítio como coroas monolíticas, sendo por isso esta uma excelente opção (Coelho et al., 2019).

1.1.1.2.2. Cerâmicas reforçadas por leucite

As cerâmicas de matriz vítrea reforçada por leucite têm sido bastante utilizadas também devido às suas boas propriedades mecânicas, aliadas às óticas. Apresentam uma resistência considerável devido ao reforço da leucite e propriedades estéticas excelentes devido à sua elevada translucidez. Este tipo de cerâmicas tem indicação para facetas, coroas totais em dentes anteriores e posteriores e ainda como cerâmica de recobrimento (Bonfante et al., 2016; Keshvad et al., 2011; Turgut, Bagis, & Ayaz, 2014).

1.1.1.3. Cerâmicas infiltradas por vidro

A produção de cerâmicas infiltradas por vidro tem como objetivo melhorar certas características das cerâmicas tradicionais como a resistência à fratura e a tenacidade à fratura. A confecção deste tipo de cerâmicas consiste numa interpenetração de 2 fases: a fase de alumina (porosa), que contém uma matriz de óxido de alumínio e uma fase vítrea que é constituída essencialmente por óxido de lantânio. A infiltração de vidro na alumina aumenta a resistência à fratura da cerâmica (Bonfante et al., 2016; Gomes, Assunção, Rocha, & Santos, 2008).

Este tipo de cerâmicas tem vindo a ser pouco utilizada devido à crescente utilização das cerâmicas de zircónia e dissilicato de lítio (sobretudo as fabricadas através do sistema CAD/CAM) (Gracis et al., 2016).

1.1.2. Cerâmicas policristalinas

As cerâmicas policristalinas, tais como a alumina e a zircónia, são constituídas por uma estrutura cristalina de grãos finos que permite que estas tenham uma elevada resistência e tenacidade à fratura. Contudo, este tipo de cerâmicas tende a ter uma reduzida translucidez devido à densidade da sua estrutura cristalina sendo, por isso, bastante opacas. (Gracis et al., 2016).

As cerâmicas de alumina, como o Procera AllCeram (Nobel Biocare, Suécia), são quase na sua totalidade constituídas por óxido de alumínio. Apresentam uma dureza

bastante elevada (cerca de 600MPa) e uma resistência consideravelmente alta. No entanto, estas cerâmicas apresentam alguma vulnerabilidade a macro-fraturas devido ao seu elevado módulo de elasticidade. As cerâmicas de zircónia apresentam na sua constituição cristais de zircónia tetragonais. São formadas por materiais monolíticos, essencialmente na fase estabilizada (Silva et al., 2017) .

As cerâmicas de zircónia estão indicadas em restaurações de cobertura parcial, em coroas totais de dentes anteriores e posteriores, em próteses parciais fixas e em pilares de implantes (Gracis et al., 2016).

1.1.3. Cerâmicas com matriz de resina

As cerâmicas de matriz de resina contêm uma matriz orgânica que possui partículas de cerâmica no seu interior. Este tipo de cerâmicas são constituídas essencialmente por compostos inorgânicos (mais de 50% da sua constituição) e ainda por uma pequena porção de compostos orgânicos, nomeadamente polímeros (Gracis et al., 2016).

Este tipo de cerâmicas foi produzido de modo a combinar as vantajosas características físicas e mecânicas da cerâmica e melhorar as propriedades de flexão e baixa abrasividade, características das resinas compostas. Foram também criadas de modo a se obter um material fácil de fresar e ajustar, que seja de simples reparação e ainda biomimético em relação à dentina (Çelik et al., 2018; Bonfante et al., 2016). As resinas nanocerâmicas (Lava Ultimate; 3M ESPE, MN), as cerâmicas híbridas infiltradas com polímeros - Enamic (Vita) e as cerâmicas híbridas flexíveis como o Cerasmart (GC Corporation) são exemplos de cerâmicas com matriz de resina fabricadas através do sistema CAD/CAM (Çelik et al., 2018).

As cerâmicas de matriz de resina estão indicadas em *inlays*, *onlays*, coroas de dentes anteriores e posteriores e ainda em coroas implanto-suportadas (Kapusevska et al., 2018).

1.2. Computer-aided design/Computer-aided manufacturing (CAD/CAM)

As técnicas computadorizadas evoluíram muito tecnologicamente e a sua utilização é cada vez mais comum e diversificada (Peumans, Valjakova, Munck, Mishevskaja & Meerbeek, 2016). Devido a isto, as cerâmicas utilizadas em Medicina Dentária podem hoje ser fabricadas em laboratório por um ceramista (método tradicional) ou por tecnologia computadorizada (Li et al., 2014).

Portanto, devido à imprevisibilidade, sensibilidade e demora dos métodos tradicionais de fabrico das cerâmicas, surgiu a necessidade de criação do sistema *Computer-aided design/Computer-aided manufacturing* (CAD/CAM). Este é uma boa alternativa a estes métodos tradicionais, facilitando o trabalho do médico dentista e do laboratório (Li et al., 2014).

O sistema CAD/CAM é um método que permite a planificação de um caso em 3D. O método de fabrico através da tecnologia CAD/CAM é mais rápido, tecnicamente é mais eficaz e menos propício a erros, não depende da experiência de um clínico e apresenta um resultado final mais previsível. O sistema CAD/CAM consiste na planificação e design da restauração no computador/scanner e posterior fabrico do bloco na fresadora (Figura 3) (Li et al., 2014; Peumans et al., 2016; Mainjot, Dupont, Oudkerk, Dewael, & Sadoun, 2016; Papadiochou & Pissiotis, 2018).

Toda esta evolução que está a ocorrer nos dias de hoje relativamente a estes sistemas CAD/CAM é acompanhada de uma evolução a nível dos materiais restauradores compatíveis com este sistema. Os materiais mais desenvolvidos e comercializados são as resinas acrílicas, as resinas compostas e sobretudo as cerâmicas (Awada & Nathanson, 2015).

O desenvolvimento estético das restaurações em cerâmicas tem melhorado bastante com o avanço da tecnologia CAD/CAM. Intensas pesquisas continuam a ser realizadas de modo a promover um aumento da resistência, da estética, da precisão e da capacidade de adesão a substratos dentários (Li et al., 2014).

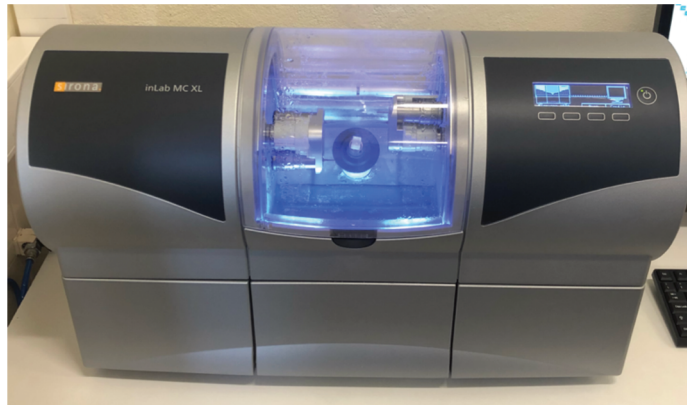


Figura 3 - Máquina de Fresagem Sirona (Fotografia cedida pelo Dr. João Rua).

Os sistemas CAD/CAM podem ser laboratoriais ou de consultório, sendo que os laboratoriais ainda se podem subdividir em laboratoriais CAD/CAM, em que o laboratório possui tanto o *scanner* com a fresadora, laboratoriais CAD em que o laboratório possui apenas a o *scanner* e laboratoriais CAM, em que o laboratório possui apenas a fresadora (Alghazzawi, 2016).

A forma de trabalho dos médicos dentistas e técnicos tem sofrido algumas mudanças que acompanham o desenvolvimento da tecnologia em Medicina Dentária, mais concretamente na produção de novas microestruturas para materiais cerâmicos utilizados em restaurações indiretas. Esta evolução é benéfica tanto para o clínico como para o paciente, pois a quantidade e a qualidade dos tratamentos é cada vez melhor, mais previsível e mais eficaz (Silva et al., 2017).

Os blocos contemporâneos mais utilizados nestes sistemas CAD/CAM são de cerâmica de vidro, que pode ser cerâmica feldspática, cerâmica de vidro reforçada por leucite, cerâmica de vidro de dissilicato de lítio e cerâmica de silicato de lítio reforçada com zircónio (Peumans et al, 2016).

2. Adesão

Para que haja uma adesão ao substrato estável e consistente, existem certos fatores, tais como uma boa anatomia da cerâmica e uma forte adesão química que devem estar presentes (Bruzi, Carvalho, Giannini, Maia, & Magne, 2018).

Uma alta retenção mecânica, a prevenção de fenômenos de microinfiltração e uma excelente adaptação marginal, são características essenciais para uma adesão resiliente e duradoura. Esta adesão é crucial no processo de colocação de restaurações indiretas tais como *onlays*, coroas ou facetas. Outro fator que é influenciado pela adesão é a resistência à fratura do dente restaurado e da restauração associada a esse mesmo dente. Quanto melhor a adesão, também maior é a resistência destes dois elementos (Cardenas et al., 2017; Lyann et al., 2018).

Para que haja uma ligação forte e estável entre o cimento de resina e o material restaurador, é necessário tanto a existência de uma ligação micromecânica como química (Luthra & Kaur, 2016).

Um elo estável e duradouro, entre o material dentário e o dente, que permita uma continuidade entre ambos, obtém-se através de uma resistência adesiva forte, permitindo assim o sucesso clínico das restaurações totalmente em cerâmica, em particular em cerâmicas vítreas (Benetti et al., 2019).

2.1. Tratamentos da superfície de cerâmicas dentárias

Uma das etapas mais importantes do tratamento dentário com materiais restauradores indiretos é o tratamento da superfície desses mesmos materiais, uma vez que estes (nomeadamente a cerâmica) não têm capacidade, por si só, para aderir ao dente. Por esta razão, beneficiam de pré-tratamentos físicos ou químicos que aumentam a sua recetividade ao substrato (Matinlinna, Lung, & Tsoi, 2018).

2.1.1. Jateamento da superfície com óxido de alumínio

A utilização de um jato de óxido de alumínio é um dos tratamentos de superfície mais utilizados nos dias de hoje (Benetti, Papia & Matinlinna, 2019). As partículas com cerca de 50-110 μm são jateadas durante 10-15 s a uma pressão de 380 kPa, perpendicularmente e a uma distância de cerca de 1 cm. Isto vai permitir a remoção de qualquer detrito presente sobre a superfície e o aumenta da rugosidade da mesma. Ao aumentar a rugosidade, vai aumentar também a retenção, facilitando uma adesão

micromecânica. Estas partículas, após a silanização, vão-se ligar ao silano e formar ligações hidroliticamente instáveis (Lung & Matinlinna, 2012; Matinlinna & Vallittu, 2007; Matinlinna, Lung, & Tsoi, 2018).

2.1.2. Jateamento com óxido de alumínio revestido por sílica triboquímico

Existe uma variante do jateamento com óxido de alumínio tradicional que consiste nas mesmas partículas revestidas por sílica. Este procedimento é comumente utilizado no jateamento a cerâmica e resina composta (citação). O jateamento contra o substrato vai promover um aumento significativo da temperatura e conseqüentemente vai derrete microscopicamente a superfície, permitindo a integração da sílica na cerâmica. Ou seja, as partículas de óxido de alumínio vão funcionar como um meio transporte da sílica. Todo este processo vai promover uma ligação micromecânica à resina composta e uma ligação entre a sílica e a resina através de um agente de silanização que é colocado posteriormente. Este processo promove portanto a adesão química e micromecânica entre a cerâmica e o substrato final (Luthra & Kaur, 2016; Matinlinna & Vallittu, 2007; Matinlinna et al., 2018).

2.1.3. Tratamento químico por ácidos e bases

Os grupos hidroxilo presentes na superfície das cerâmicas vão aumentar de densidade aquando do tratamento da superfície com ácido hidrofluorídrico. Com o aumento da densidade dos grupos hidroxilo vão também aumentar as ligações entre a sílica e os agentes de silanização (Benetti et al., 2019; Bruzi, Carvalho, Giannini, Maia, & Magne, 2017; Luthra & Kaur, 2016; Matinlinna & Vallittu, 2007; Matinlinna et al., 2018).

No tratamento das cerâmicas preconiza-se o condicionamento com ácido hidrofluorídrico. A utilização deste ácido (com concentrações entre 5 a 10%), implica uma reação com a sílica presente no substrato cerâmico, formando ácido hexafluorossilícico (H_2SiF_6). Este, por sua vez, vai dissolver seletivamente a matriz vítrea da cerâmica, criando microporosidades que aumentam a área e a energia de superfície da cerâmica. Este procedimento aumenta a resistência adesiva e cria uma maior

retenção resultante das microporosidades (Matinlinna et al., 2018; Luthra & Kaur, 2016; Matinlinna & Vallittu, 2007; Benetti et al., 2019; Bruzi, Carvalho, Giannini, Maia, & Magne, 2017).

O ácido hidrófluorídrico tem um alto poder corrosivo assim como elevada toxicidade, pelo que têm sido experimentadas várias alternativas tais como ácido nítrico, ácido ortofosfórico ou ácido sulfúrico. Para além disso, a utilização deste ácido promove a deposição de fluoretos de sílica, que têm de ser removidos e descontaminados. Nos entanto os resultados têm sido sempre inferiores em termos de força adesiva, pelo que a utilização de ácido hidrófluorídrico continua, por enquanto, a ser a melhor opção (Matinlinna et al., 2018; Luthra & Kaur, 2016; Benetti et al., 2019).

2.2. Silanização

A aplicação de um agente de silanização permite aumentar a adesão entre um material restaurador e o cimento ou agente de adesão, através da criação de ligações químicas. Com a sua utilização, atinge-se uma eficácia bastante elevada na promoção da adesão entre as cerâmicas e outros materiais restauradores à base de sílica (Lung & Matinlinna, 2012).

Uma forte adesão entre os substratos dentários e a cerâmica é crucial para o sucesso para o sucesso e longevidade destas restaurações. Antes da cimentação/adesão das cerâmicas com conteúdo vítreo ao substrato dentário, é necessário realizar o seu condicionamento com ácido hidrófluorídrico. Isto vai permitir a dissolução da fase vítrea da cerâmica, o que vai aumentar a área de superfície de adesão e a microrugosidade da mesma (Cardenas, A M., Siqueira, F., Hass, V., Malaquias, P., Gutierrez, M F., Reis, A., Perdigão, J., Loguercio, 2017).

Os agentes de silanização responsáveis por este processo têm várias indicações clínicas, tais como na cimentação de facetas cerâmicas, de restaurações indiretas em cerâmica, metal ou em resinas compostas reforçadas com fibra de vidro (Matinlinna et al., 2018).

Os agentes usados na cimentação convencional ou adesiva não têm capacidade de penetração nas superfícies irregulares das cerâmicas devido à sua alta viscosidade. Por esta razão, os agentes de silanização têm um papel importante na força de adesão da cerâmica ao substrato, facilitando também a molhabilidade do substrato (Cardenas, A M., Siqueira, F., Hass, V., Malaquias, P., Gutierrez, M F., Reis, A., Perdigão, J., Loguercio, 2017).

Um dos fatores fundamentais para a adesão é a formação de uma monocamada funcional de silano na superfície do substrato (Matinlinna et al., 2018).

Para haver a formação desta monocamada, pode ser realizado um tratamento térmico ou a aplicação otimizada do silano, de modo a melhorar a estabilidade e a eficácia da adesão. Para que haja uma aplicação ótima do silano, é necessário que seja eliminada água, álcool e outros solventes, para que haja uma reação de condensação completa. Assim formam-se ligações de siloxano (Si-O-Si), que vai levar a que haja uma reação de condensação e libertação de moléculas de água como bioproduto. A superfície cerâmica deixa de ser hidrofílica e torna-se assim hidrofóbica. A resina pode assim entrar nos poros para facilitar a adesão. Elimina-se o excesso de oligómeros de silano e forma-se então a monocamada de silano, que é também fundamental para a adesão (Sattabanasuk, Charnchairerk, Punsukumtana, & Burrow, 2017; Bruzi, Carvalho, Giannini, Maia, & Magne, 2017).

A silanização envolve uma grande complexidade de processos. As moléculas de silano são compostas por ligações Si-C. Os agentes de silanização são denominados trialcóxisilanos. Contêm grupos metóxi, OCH₃ e uma parte organofuncional que está ligada através de moléculas CH₂ (Benetti et al., 2019).

Os trialcóxisilanos bi-funcionais podem ligar-se a materiais orgânicos e inorgânicos devido à presença de um grupo terminal funcional alcóxi numa extremidade (que se liga aos materiais inorgânicos) e um grupo terminal funcional C-C na outra extremidade (capaz de se copolimerizar com outros monómeros resinosos). Podemos então considerar o silano um mediador que promove uma forte adesão entre o material inorgânico e a matriz de resina orgânica. O grupo funcional orgânico dos silanos vai-se

ligar aos grupos funcionais de monómeros de resina dos compostos resinosos, promovendo uma forte adesão (Matinlinna et al., 2018).

Em Medicina Dentária, é bastante comum a utilização de um agente de silanização denominado 3-metacriloxipropiltrimetoxisilano (MPS). Este necessita de ser ativado através de uma reação denominada hidrólise. Isto tem de ocorrer na presença de um catalisador ácido e de água (Zakir, M., Ashraf, U., Tian, T., Han, A., Qiao, W., Jin, X., Zhang, M., Tsoi, J K., Matinlinna, 2016).

Os silanos podem apresentar-se sob a forma pré-hidrolisada, ou seja, já pré-ativados num frasco, ou não hidrolisados, apresentando-se em 2 frascos distintos. Nas soluções de silanos pré-hidrolisados, o silano já se encontra diluído em etanol e também com a solução aquosa de ácido acético. Como estes constituintes já se encontram pré-dissolvidos, por vezes a solução pode ficar algo turva após a primeira abertura, não podendo ser mais utilizada devido à quantidade excessiva de polímeros e oligómeros que se encontram inativos. Por outro lado, pode ser necessário juntar o silano não hidrolisado ao outro componente (que consiste numa junção de água, ácido acético e etanol) antes da sua aplicação na superfície de adesão. Assim consegue-se uma hidrolisação do silano no momento da utilização (Matinlinna et al., 2018; Zakir et al., 2016).

Existem vários fatores que influenciam o grau de hidrólise de um silano tais como a sua estrutura molecular, a concentração, o pH, a temperatura, a humidade ou o solvente utilizado, que normalmente é o etanol pois o silano dissolve-se facilmente neste solvente (Matinlinna et al., 2018).

Ao se adicionar um catalisador ácido na solução de álcool-água, vão-se formar grupos de silanol ácidos, reativos e hidrofílicos, devido à reação dos grupos alcóxi com a água. Ou seja, para a formação de silanol é necessário que seja adicionada água à solução alcoólica onde se encontram os silanos (Matinlinna & Vallittu, 2007).

O agente de ligação do silano hidrofílico contacta com a superfície do substrato de sílica e forma um agregado de siloxano tridimensional hidrofóbico. Para haver esta ligação, é imperativo que a superfície do substrato contenha sílica, silicatos ou vidro (Benetti et al., 2019).

Estes conseguem ter uma maior força de adesão ao silano. Esta adesão deve-se à formação de ligações fortes Si-O-Si, que resultam da condensação com grupos hidroxilo presentes na superfície do substrato (Matinlinna et al., 2018).

Este siloxano vai-se ligar fortemente à sílica presente no substrato. Por sua vez, as ligações C-C do silano vão reagir com o cimento de resina composta (Benetti et al., 2019).

Os oligômeros de silanol reagem entre si e formam ligações de siloxano (-Si-O-Si), tal como está demonstrado na Figura 4, quando o silano é depositado numa superfície inorgânica. Por sua vez, estas ligações de siloxano interagem com grupos hidroxilo (-OH) que estão presentes no substrato rico em sílica. Formam-se então ligações covalentes simples de carbono C-C entre a superfície do substrato silanizado e o cimento adesivo (Benetti et al., 2019).

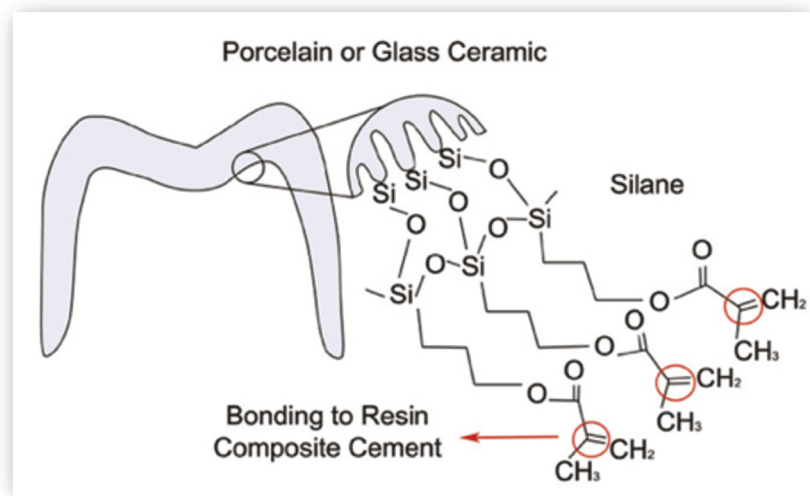


Figura 4 - Interação do silano com a sílica presente na superfície da cerâmica. Os três círculos vermelhos identificam as duplas ligações de carbonos que vão copolimerizar com a matriz de resina (adaptado de Benetti, Papia & Matinlinna, 2019).

2.3. 10-MDP

Os monómeros funcionais têm um papel bastante importante na resistência adesiva e na durabilidade da mesma, uma vez que são monómeros capazes de interagirem com o substrato dentário estabelecendo ligações químicas com a hidroxiapatite.

Hoje em dia, o 10-metacrilóiloxidecildihidrogenofosfato (10-MDP) é um dos monómeros funcionais com maior eficácia em termos de adesão dentária, interação química e de longevidade clínica. Estas excelentes propriedades devem-se sobretudo à existência de uma estrutura química, única, que contém uma cadeia de carbonos hidrofóbica longa. O monómero de 10-MDP tem dois grupos funcionais em cada ponta, um grupo metacrilato terminal e na ponta oposta um grupo fosfato capaz de estabelecer uma ligação iónica com o cálcio em solução e presente na hidroxiapatite dos tecidos mineralizados do dente (De-Paula et al., 2017; Yoshihara et al., 2014).

Tal como já foi demonstrado em estudos com hidroxiapatite sintética pura, o 10-MDP tem uma alta afinidade química com a mesma, pois os monómeros conseguiram interagir durante um elevado período de tempo, o que não acontece clinicamente na sua ausência (Yoshihara et al., 2011).

O 10-MDP, por ter um potencial de adesão elevado e estável, está atualmente presente em diversas marcas de adesivos comerciais. Este permite uma adesão micromecânica, uma interação iónica com a hidroxiapatite e a formação estável de sais de Ca^{2+} , em arranjo de camadas, denominado de *nanolayering* (Yoshida et al., 2004). O *nanolayering* consiste na formação de camadas de moléculas de 10-MDP, onde os seus grupos metacrilato estão de frente um para o outro e os seus grupos funcionais de hidrogenofosfato estão localizados em extremos opostos um do outro. Os sais de cálcio são depositados entre as camadas, mantendo-as juntas (Yoshihara et al., 2011). Este fenómeno e a sua descrição é importante na medida em que se crê que esta seja uma das razões de estabilidade da interface adesiva que se reporta com o 10-MDP, tal como o facto de ter um comportamento adesivo superior face aos outros monómeros funcionais concorrentes (Feitosa, V P., Yoshihara, K., Sauro, S., Correr., Sobrinho, L., Van Meerbeek, B., Correr, A B., Ogliari, A O., Watson, T F., Sinhoreti, M A., Ogliari, F A., Zanchi, 2014).

A molécula de 10-MDP tem vindo a ser introduzido nas soluções de silano, uma vez que permite aumentar o potencial de ligação entre a zircónia e a resina composta. Os óxidos metálicos ligam-se ao grupo do ácido fosfórico que se encontram numa parte da molécula do 10-MDP e os monómeros de resina estabelecem ligações duplas com o outro extremo da molécula de 10-MDP. O objetivo da adição do monómero funcional 10-MDP às soluções de silano tem então como objetivo principal, aumentar o potencial de interação química e consequentemente aumentar a resistência adesiva (Zakir et al., 2016; Cardenas et al., 2017; Nagaoka et al., 2017).

Devido à capacidade de autocondicionamento, o 10-MDP promove a formação sais de 10-MDP-Ca a partir também do cálcio libertado da hidroxiapatite, que fica livre em solução (Yoshihara et al., 2018).

O 10-MDP, através de uma reação química entre a sua parte hidrofóbica e o colagénio, forma uma adesão química forte e estável com o dente desmineralizado. E através da reação entre os grupos fosfato ésteres do 10-MDP e os grupos hidroxilo estabelece-se uma adesão entre o 10-MDP e o substrato (Benetti et al., 2019).

Num estudo recente, Inokoshi, Poitevin, De Munck, Minakuchi, & Van Meerbeek, (2014), puderam concluir que o pré-tratamento da zircónia através da abrasão com jato de ar de sílica, seguido da aplicação de um *primer* que contenha silano/10-MDP, é o melhor protocolo adesivo, provando o seu papel fulcrar na adesão a cerâmica policristalina (De-Paula et al., 2017). Contudo, o seu papel em cerâmica vítrea é controverso e subinvestigado (Fukeygawa et al., 2006; Wang et al., 2017; Yao, Yu, Wang, Tang, & Huang, 2018).

3. Teste Laboratorial de Adesão em Materiais Dentários

Segundo com a norma ISO/TS 11405:2015, (“ISO. (2015). Dentistry – Testing of adhesion to tooth structure. (11405).,” 2015) resistência adesiva é definida como a força necessária, por unidade de área, para fraturar a união através de uma falha ocorrida na zona da interface adesiva dos dois materiais ou perto dela.

Para se avaliar a resistência adesiva, devem ser utilizados testes que sejam fáceis de executar e reproduzir e ainda, se possível, que sejam rápidos. A resistência adesiva pode ser avaliada através de um teste de microtração ou macrotração, tal como cisalhamento, tração ou *push-out*, dependendo se a amostra tem 1mm^2 ou menos (Microtração), ou se tem 3mm^2 ou mais (Macrotração) (Ayres et al., 2019; Van Meerbeek et al., 2010).

Os testes de microtração são bastantes importantes na determinação da resistência adesiva e no estudo de novas variáveis experimentais. Perceber como é que a resistência adesiva e a distribuição de stress durante o teste de microtração se relacionam, assim como o comportamento do material em estudo, são componentes que devem ser estudadas e analisadas antes de se standardizar este tipo de teste (Armstrong et al., 2011).

Neste tipo de teste, as amostras têm um tamanho bastante mais reduzido que nos testes de macrotração, tendo normalmente um tamanho igual ou inferior a 1mm^2 . A interface adesiva resultante vai ser então de dimensões bastante reduzidas, permitindo uma distribuição mais uniforme das forças. Isto vai proporcionar uma diminuição da probabilidade de ocorrerem defeitos em zonas críticas aquando da realização das forças de teste, havendo sobretudo fraturas adesivas. Outro aspeto bastante positivo é o facto de ser possível a preparação de um número elevado de microespécimens com apenas uma única amostra inicial (Armstrong et al., 2010; Armstrong et al., 2017; Ayres et al., 2019).

Algumas das desvantagens do teste de microtração são a dificuldade em produzir amostras geometricamente iguais e a fragilidade das mesmas devido à pequena dimensão que apresentam (Sirisha, Rambabu, Ravishankar, & Ravikumar, 2014).

Para se efetuar o cálculo da força adesiva é necessário dividir a força aplicada no momento da fratura da amostra pela área da superfície da interfase adesiva da mesma. Ou seja, quanto maior for a força aplicada no momento da fratura para uma mesma área de superfície adesiva, maior é a força adesiva de um material (Ayres et al., 2019).

Influencia de diferentes protocolos de silanização na resistência adesiva entre cerâmica vítrea reforçada por feldspato e resina composta comercial

II. Objetivos do Estudo

Com esta investigação estabeleceu-se o seguinte objetivo:

Avaliar, *in vitro*, a resistência adesiva da interface cerâmica-resina, em resposta a diferentes agentes de silanização – ESPE-Sil Silane Coupling Agent (3M ESPE AG, Seefeld, Germany), Monobond Plus (Ivoclar-Vivadent, Schaan, Liechtenstein) e BIS-Silane (Bisco, Schaumburg, IL, USA) – e diferentes tempos de aplicação – 60 segundos e 300 segundos – entre uma cerâmica feldspática CAD/CAM e resina composta comercial.

Influencia de diferentes protocolos de silanização na resistência adesiva entre cerâmica vítrea reforçada por feldspato e resina composta comercial

III. Hipóteses do estudo

Hipótese Nula 1: A resistência adesiva da interface cerâmica-resina não é influenciada pelos diferentes agentes de silanização utilizados.

Hipótese Alternativa 1: A resistência adesiva da interface cerâmica-resina é influenciada pelos diferentes agentes de silanização utilizados.

Hipótese Nula 2: A resistência adesiva da interface cerâmica-resina não é influenciada pelo tempo de aplicação do agente de silanização utilizado.

Hipótese Alternativa 2: A resistência adesiva da interface cerâmica-resina é influenciada pelo tempo de aplicação do agente de silanização utilizado.

Influencia de diferentes protocolos de silanização na resistência adesiva entre cerâmica vítrea reforçada por feldspato e resina composta comercial

IV. Materiais e Métodos

1. Preparação das amostras

Inicialmente foram utilizados 3 blocos de cerâmica vítrea reforçada por feldspato, retangulares, VITABLOCS® Mark II (VITA Zahnfabrik, Spitalgasse 3, Bad Sackingen, Germany), lote 82040 (Figura 5). Estes blocos foram colados com cianoacrilato Axton Rapid Glue a um bloco de acrílico e divididos em duas partes iguais no micrótomo de tecidos duros Accutom-50 (Struers A/S, Ballerup, Denmark), com uma lâmina diamantada. Obteve-se, assim, um total 6 amostras. Cada uma dessas amostras tinha uma dimensão de 12 mm, por 14 mm, por 9 mm.



Figura 5 - VITABLOCS Mark II (VITA Zahnfabrik, Spitalgasse 3, Bad Sackingen, Germany).

As 6 amostras foram então aleatoriamente divididas por 3 grupos. Para cada um desses 3 grupos foi selecionado um silano diferente para o tratamento de superfície: Bis-Silane (Bisco, Schaumburg, IL, USA) (Figura 6-A); ESPE Sil Silane Coupling Agent (3M ESPE AG, Seefeld, Germany) (Figura 6-B); Monobond Plus (Ivoclar-Vivadent, Schaan, Liechtenstein) (Figura 6-C). Cada um destes 3 grupos, foi posteriormente dividido em dois subgrupos, conforme a duração do tempo de aplicação do agente de silanização: 60s ou 300s.

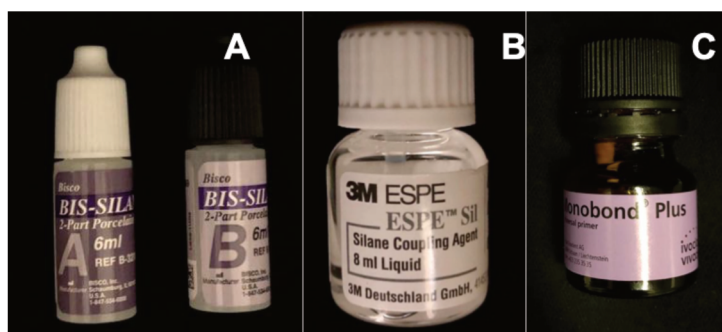


Figura 6 - Silano não hidrolisado Bis-Silano (Bisco, Schaumburg, IL, USA) (A), Silano pré-hidrolisado ESPE-Sil Silane Coupling Agent (3M ESPE AG, Seefeld, Germany) (B) e Silano pré-hidrolisado Monobond Plus (Ivoclar-Vivadent, Schaan, Liechtenstein) (C).

Grupo 1:

Bis-Silane 60s: Aplicação do agente de silanização Bis-Silane durante 60 segundos (Bisco, Schaumburg, IL, USA);

Bis-Silane 300s: Aplicação do agente de silanização Bis-Silane durante 300 segundos (Bisco, Schaumburg, IL, USA);

Grupo 2:

ESPE Sil 60s: Aplicação do agente de silanização Monobond Plus durante 60 segundos (Ivoclar-Vivadent, Schaan, Liechtenstein);

ESPE Sil 300s: Aplicação do agente de silanização Monobond Plus durante 300 segundos (Ivoclar-Vivadent, Schaan, Liechtenstein);

Grupo 3:

Monobond 60s: Aplicação do agente de silanização ESPE Sil Silane Coupling Agent durante 60 segundos (3M ESPE AG, Seefeld, Germany);

Monobond 300s: Aplicação do agente de silanização ESPE Sil Silane Coupling Agent durante 300 segundos (3M ESPE AG, Seefeld, Germany);

Foi aplicado ácido hidrófluorídrico a 9,5% Porcelain Etchant (Bisco, Schaumburg, IL, USA) (Figura 7-C) durante 60s, em movimentos circulares vigorosos, em todos os grupos na superfície da cerâmica. Aplicou-se o neutralizador do ácido (Figura 7-A) e de seguida as amostras foram lavadas abundantemente durante 60s. Posteriormente secaram-se as amostras durante 60s com uma seringa de ar isento de óleo

e água. De seguida aplicou-se ácido ortofosfórico a 32% (3M ESPE, Neuss, Germany) (Figura 7-B), com um *microbrush*, durante 60s, de modo a descontaminar a superfície. Lavou-se de seguida as amostras com água durante 60s e secou-se levemente com uma seringa de ar, isenta de óleo e água, durante 60s.

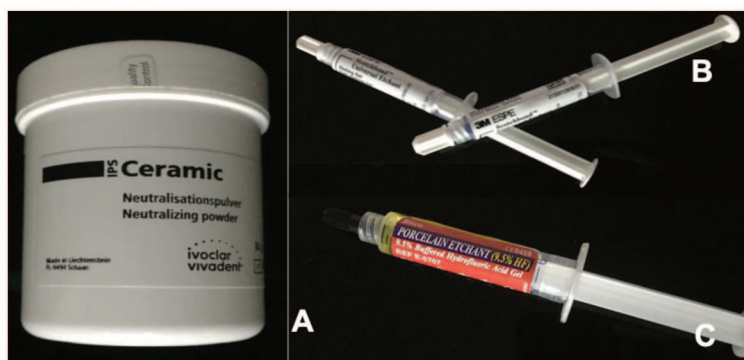


Figura 7 - Pó neutralizador de ácido (Ivoclar-Vivadent, Schaan, Liechtenstein) (A), Ácido Ortofosfórico 32% (3M ESPE, Neuss, Germany) (B) e Ácido Hidrofluorídrico 9,5% (Bisco, Schaumburg, IL, USA) (C).

Procedeu-se então à colocação das amostras num banho de ultrassons (Codyson, China) durante 120s em álcool (Figura 8-B) e secou-se com um jato de ar. De seguida aplicou-se uma camada do silano correspondente a cada grupo previamente selecionado, sempre segundo as instruções do fabricante (Tabela 1). As amostras foram então colocadas num forno pré-aquecido a 100°C durante 60s para tratamento térmico. Procedeu-se à aplicação de uma fina camada de adesivo Optibond FL – frasco número 2 - (Kerr, CA, USA) (Figura 8-A) através de um *microbrush*, esfregando-se com o mesmo durante 15 segundos. Secou-se levemente a camada de sistema adesivo com a seringa de ar durante 3 segundos e não se fotopolimerizou.



Figura 8 - Adesivo Optibond FL (Kerr, CA, USA) (A) e Máquina de Ultrassons (Codyson, China). (B).

Tabela 1 - Instruções do fabricante para a utilização de cada marca comercial de Silano.

Silano	Instruções do Fabricante
Bis-Silane™ (Bisco, Schaumburg, IL, USA)	Misturar Parte A e Parte B, na proporção de 1:1, aplicar 1 camada e esperar 30 segundos.
ESPE™ Sil Silane Coupling Agent (3M ESPE AG, Seefeld, Germany)	Aplicar 1 camada e deixar secar durante 5 minutos.
Monobond Plus (Ivoclar-Vivadent, Schaan, Liechtenstein)	Aplicar 1 fina camada e deixar reagir durante 1 minuto.

No passo seguinte e após o tratamento de superfície de todas as amostras de cerâmica, foi efetuada a adesão da resina composta Enamel Plus HRi (Micerium S.p.A., Avegno, Ge, Italy) (Figura 9-A). A resina utilizada para realizar os incrementos foi pré-aquecida a 55°C no forno ENA Heat (Micerium S.p.A., Avegno, Ge, Italy) e, de seguida, foram feitos incrementos de resina composta, de 2 mm no máximo, por camada. A adição das camadas de resina composta foi efetuada dentro de um molde de silicone de adição (*putty*), que funcionou como um molde guia (Figura 9-C). Utilizaram-se os instrumentos V1 DERBY T inox FOC 2 e DERBY stainless DD172-2 para fazer os incrementos de resina (Figura 9-C).

As camadas de resina composta foram sendo fotopolimerizadas durante 40 segundos em cada extremidade, num total de 4 extremidades, seguindo-se a ISO 4049, para atingir uma polimerização total e uniforme da superfície. Utilizou-se uma folha de acetato a separar, a distância zero, entre cada incremento. O fotopolimerizador utilizado foi o Elipar™ DeepCure S (3M ESPE AG, Seefeld, Germany) (Figura 9-B). Para que a intensidade luminosa do fotopolimerizador fosse padronizada, este foi calibrado entre a preparação de cada amostra, mantendo um valor constante de 1470 mW/cm².

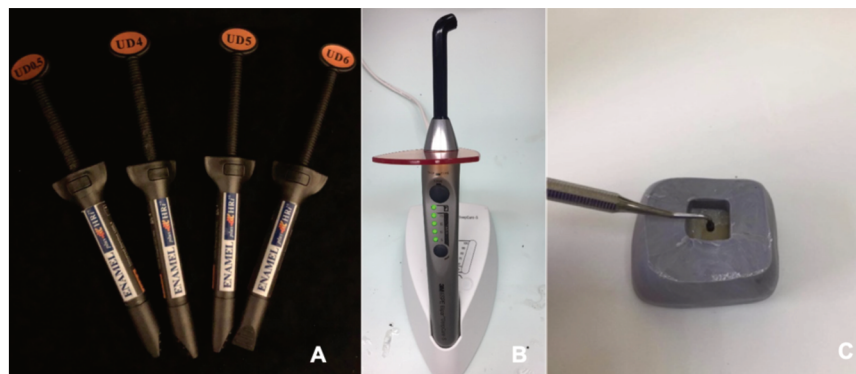


Figura 9 - Resina composta Enamel Plus HRi (Micerium S.p.A., Avegno, Ge, Italy), nas cores UD0.5, UD4, UD5 e UD6 (A), Fotopolimerizador EliparTM DeepCure-S (3M ESPE AG, Seefeld, Germany) (B) e condensação da resina composta com o auxílio de um molde efetuado com silicone de adição (C).

Após realizada toda a adesão das amostras, estas foram seccionadas no micrótomo de tecidos duros Accutom-50 (Struers A/S, Ballerup, Denmark) (Figura 10-A), com uma lâmina diamantada, com irrigação, nas direções X e Y, obtendo-se entre 51 e 54 micro espécimens em cada grupo de teste (n=313). Estes apresentavam-se sob a forma de palitos com uma secção transversal quadrangular com $1\pm 0,2\text{ mm}^2$ (Figura 10-B).



Figura 10 - Micrótomo de tecidos duros Accutom-50 (Struers A/S, Ballerup, Denmark) (A) e bloco de cerâmica seccionado (B).

A área da interface adesiva foi medida com uma craveira digital (Storm Digital Caliper CDC/N 0 150MM, Pontoglio, BS, Italy) e, de seguida, as amostras foram armazenadas, durante 24 horas, em água destilada, numa estufa a uma temperatura ambiente controlada de 37°C (Memmert, Schwabach) (Figura 11-B).

Os micro espécimens foram individualizadas e introduzidas na termocicladora (Julabo FT 200, JULABO GmbH, Seelbach Germany), sendo sujeitas a 10 000 ciclos térmicos. Estes ciclos eram compostos por imersões cíclicas em água destilada

intercalando entre 5° e 55°±2°C. Cada imersão tinha uma duração de 30s e cada intervalo entre imersões tinha uma duração de 5s (Figura 11-A).

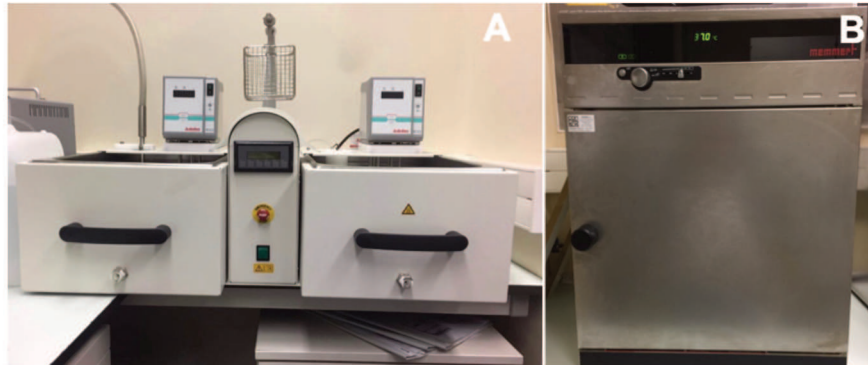


Figura 11 - Termocicladora (Julabo FT 200, JULABO GmbH, Seelbach, Germany) (A) e Estufa (Memmert, Schwabach) (B).

2. Teste de microtração

Para a realização do teste de microtração, fixou-se um micro espécimen de cada vez a dois *jigs* de aço inoxidável de Geraldeli com cianoacrilato (SuperUnick, Ceys, Barcelona, Espanha) (Figura 12-A). A utilização dos *jigs* permitiu evitar que a interface adesiva das amostras ficasse com cola e interferisse nos resultados. O teste de microtração foi realizado a uma velocidade de 0,5mm/min até o micro espécimen fraturar, na máquina de testes universal (Shimadzu Autograph AG-IS, Tokyo, Japan) (Figura 12-B).

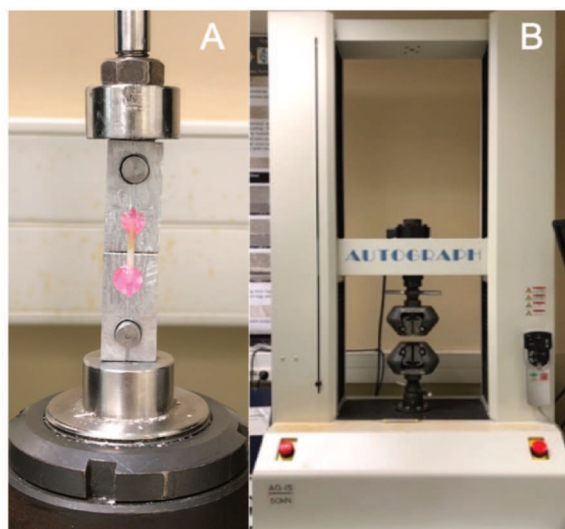


Figura 12 - *Jig* de aço inoxidável de Geraldeli com cianoacrilato (SuperUnick, Ceys, Barcelona, Espanha) (A) e máquina de testes universal (Shimadzu AG-IS, Tokyo, Japan) (B).

De seguida calculou-se a área adesiva de cada micro espécimen com uma craveira digital (Storm Digital Caliper CDC/N 0 150mm, Pontoglio BS, Italy). Para calcular o valor da resistência adesiva (MPa), dividiu-se a força máxima registada no momento da fratura do palito (kN), pela área da superfície de adesão (mm²) do mesmo.

3. Classificação do tipo de fratura

Posteriormente, para determinar o tipo de fratura das amostras, estas foram analisadas no microscópio ótico (Leica ATC 2000, Reichert Inc., Buffalo, NY, USA), com uma objetiva de ampliação de 20x (Figura 13). Conforme o local onde ocorreu a fratura, esta foi classificada como fratura adesiva (se ocorreu ao nível da interface adesiva), fratura coesiva na resina composta ou na cerâmica (se ocorreu exclusivamente na resina composta ou na cerâmica) ou fratura mista (se ocorreu ao nível da interface adesiva e resina composta e/ou cerâmica) (Figura 14).

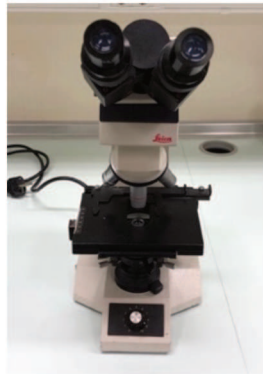


Figura 13 - Microscópio ótico com ampliação de 20x (Leica ATC 2000, Reichert Inc., Buffalo, NY, USA).



Figura 14 - Esquema ilustrativo dos diferentes tipos de fratura: 1- Fratura Adesiva; 2- Fratura Coesiva na Cerâmica; 3- Fratura Coesiva na Resina Composta; 4- Fraturas Mistas.

4. Análise Estatística

Na análise estatística considerou-se o micro espécimen como a unidade experimental, uma vez que os blocos de cerâmica não sofrem variabilidade interamostra por serem homogêneos. Foi utilizado o software IBM SPSS (Statistical Package for Social Sciences), versão 24.0 para Windows, para realizar a análise de dados recolhidos. Foram utilizados métodos de estatística descritiva e inferencial. Através da ANOVA *two-way* testou-se a influência das duas variáveis “agente de silanização” e “tempo” na resistência adesiva. Seguiu-se o teste *post-hoc* de Tukey para comparação múltipla entre os grupos. Estabeleceu-se um nível de significância de 5% para os testes de estatística inferencial.

As falhas pré-teste foram incluídas com o valor de 0 MPa no cálculo da média da resistência adesiva. Na análise de resistência adesiva foram descartadas as falhas coesivas devido ao facto de não serem considerados valores relacionados com o valor da resistência adesiva do material testado. Estes são apenas valores referentes ao nível de resistência à fratura do material que fraturou (Armstrong et al., 2017).

V. Resultados

1. Análise da resistência adesiva (μ TBS)

Os valores obtidos da média e desvio padrão dos diferentes grupos de amostras estão registados na Tabela 2 e ilustrados no Gráfico 1.

Através do teste ANOVA *two-way*, foi realizada a comparação entre as médias de resistência adesiva dos diferentes grupos de amostras. Os resultados deste teste permitiram verificar que existem diferenças estatisticamente significativas entre os três grupos de silanos, e os dois tempos de aplicação sendo que ambas estas variáveis tiveram uma influência na resistência adesiva entre a cerâmica feldspática e a resina composta utilizadas:

- Existe uma correlação estatisticamente significativa entre a utilização dos diferentes **silanos** e a resistência adesiva obtida, $p < 0.001$;
- Existe uma correlação estatisticamente significativa entre o **tempo de aplicação** do silano (60s ou 300s) e a resistência adesiva obtida, $p = 0.001$;
- Existe uma correlação estatisticamente **significativa** entre a utilização dos diferentes **silanos e o tempo de aplicação** dos mesmos (60s ou 300s) e a resistência adesiva obtida, $p = 0.001$;
- Tanto o tempo de aplicação, como o tipo de silano, como a relação entre as duas variáveis, têm uma magnitude de efeito baixa, sendo que os valores de *Partial Eta Squared* de cada um são, respetivamente, $\eta^2=0,076$, $\eta^2=0,043$ e $\eta^2=0,053$.

Analisando as médias dos valores de resistência adesiva relativas a cada grupo, podemos verificar que os grupos Bis-Silane 300s e Monobond Plus 300s, apresentam os valores médios mais elevados (Bis-Silane, 300s – $20,2 \pm 5,6$ MPa; Monobond Plus 300s – $22,2 \pm 8,3$ MPa).

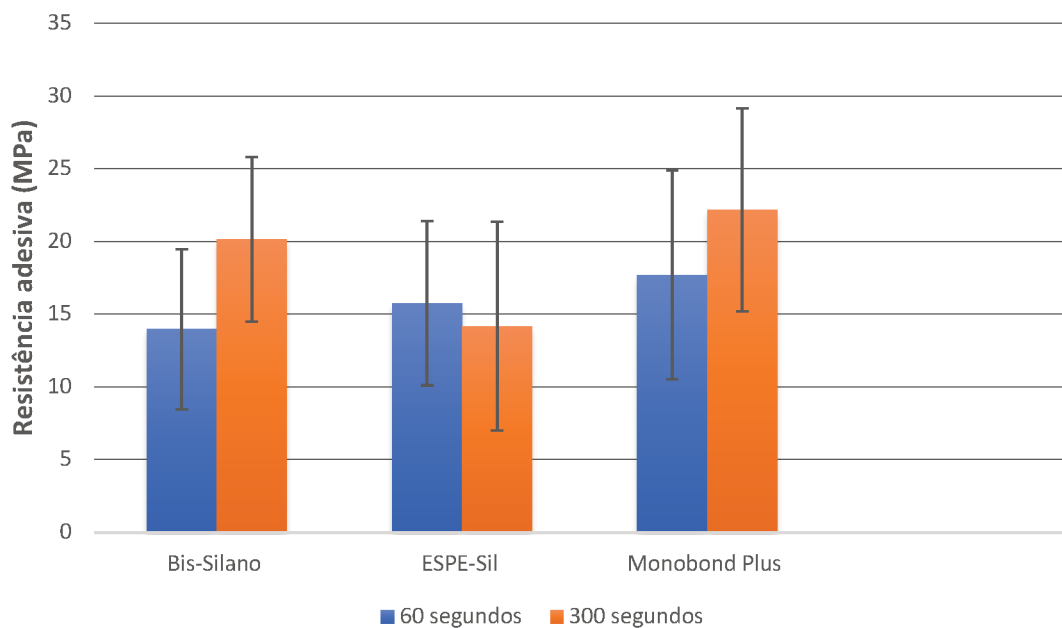


Gráfico 1 - Gráfico de Médias e Desvios Padrão da Resistência Adesiva (MPa) de cada grupo de amostras.

Para se analisar as diferenças existentes entre os diferentes grupos de amostras, recorreu-se à análise dos intervalos de confiança, a 95%, que se encontram registados na Tabela 2 e ilustrados no Gráfico 2. Quando os intervalos de confiança não se intersejam entre grupos, no Gráfico 2, existem diferenças estatisticamente significativas entre os mesmos.

Tabela 2 - Médias, Desvios Padrão e Intervalos de Confiança (95%) em MPa de cada grupo de amostras. Diferentes letras (A,B,C) identificam médias estatisticamente significativas diferentes (Teste de Tukey, $p < 0,05$).

Silano	Tempo (s)	Número de amostras (n)	Média (MPa)	Desvio Padrão	Intervalo de Confiança (95%)
Bis-Silane	60	51	13,97 ^A	5,51	12,27 – 15,66
Bis-Silane	300	53	20,15 ^{BC}	5,64	18,42 – 21,89
ESPE Sil	60	54	15,75 ^{AB}	7,18	13,57 – 17,93
ESPE Sil	300	52	14,17 ^A	6,99	12,04 – 16,29
Monobond Plus	60	51	17,70 ^{AB}	8,87	14,94 – 20,46
Monobond Plus	300	52	22,17 ^C	8,33	19,51 – 24,84

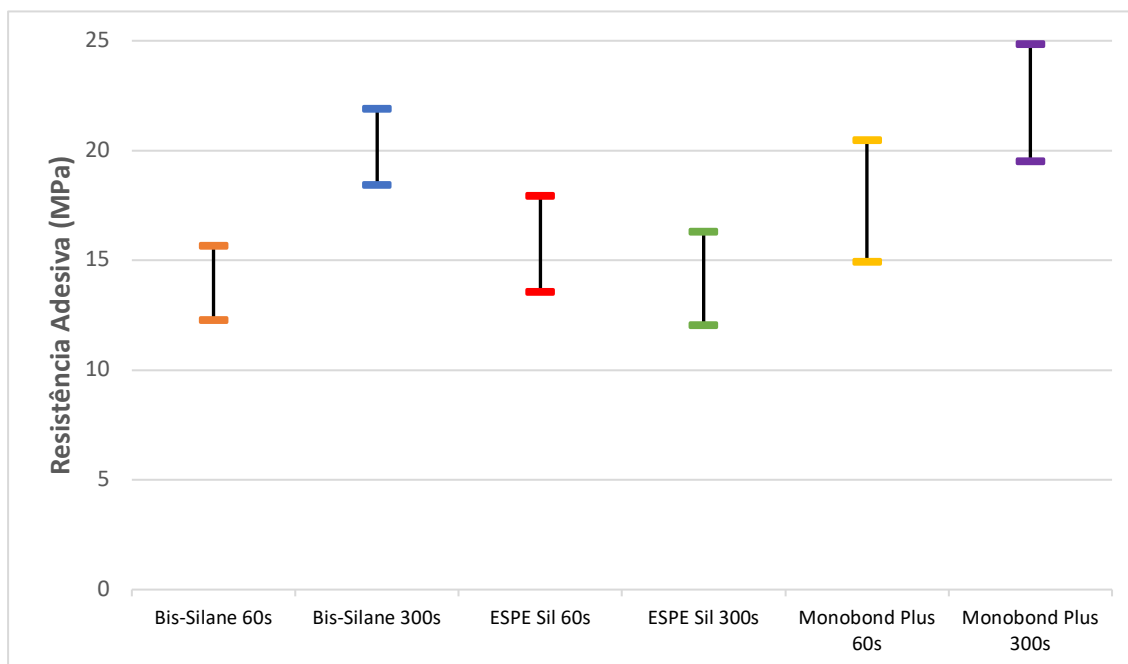


Gráfico 2 - Gráfico dos intervalos de confiança (95%) de cada grupo de amostras.

Comparação dos valores de resistência adesiva verificados nos 3 diferentes grupos de silano, aquando do condicionamento da superfície com o agente de silanização durante 60s

Aquando do condicionamento da superfície adesiva com o agente de silanização durante 60s, os resultados referentes à resistência adesiva que apresentaram valores mais elevados foram os do agente de silanização **Monobond Plus**. Por sua vez, o grupo em que se aplicou o agente de silanização **ESPE-Sil** obteve valores de resistência adesiva superiores ao grupo em que se aplicou o agente de silanização **Bis-Silane**.

Comparação dos valores de resistência adesiva verificados nos 3 grupos diferentes grupos de silano, aquando do condicionamento da superfície com o agente de silanização durante 300s

Aquando do condicionamento da superfície adesiva durante 5 minutos, os resultados referentes à resistência adesiva que apresentaram valores mais elevados foram

os do agente de silanização **Monobond Plus**. Por sua vez, o grupo em que se aplicou o agente de silanização **Bis-Silane** obteve valores de resistência adesiva superiores ao grupo em que se aplicou o agente de silanização **ESPE-Sil**.

Comparação dos valores de resistência adesiva verificados nos 2 tempos de condicionamento da superfície com o agente de silanização aquando da aplicação do mesmo tipo de silano

Para tempos de condicionamento da superfície diferentes, os resultados relativos à resistência adesiva no grupo em que se utilizou o **Bis-Silane** como agente de silanização, apresentam valores mais elevados quando o condicionamento da superfície foi realizado durante **300s**.

Para tempos de condicionamento da superfície diferentes, os resultados relativos à resistência adesiva no grupo em que se utilizou o **ESPE-Sil** como agente de silanização, apresentam valores mais elevados quando o condicionamento da superfície foi realizado durante **60s**, contudo sem significância estatística.

Para tempos de condicionamento da superfície diferentes, os resultados relativos à resistência adesiva no grupo em que se utilizou o **Monobond Plus** como agente de silanização, apresentam valores mais elevados quando o condicionamento da superfície foi realizado durante **300s**, mais uma vez sem significância estatística.

2. Análise do tipo de fratura

A percentagem do tipo de fratura ocorrida em cada grupo de amostras está representada no Gráfico 3.

Através da análise do Gráfico 3, é possível concluir que o tipo de fratura predominante é a do tipo adesiva, seguida da mista e por fim da coesiva em quase todos os grupos (**Bis-Silane 60s**, **Bis-Silane 300s**, **ESPE Sil 60s**, **ESPE Sil 300s** e **Monobond Plus 60s**). O grupo do **Monobond Plus 300s** constitui uma exceção onde o número de fraturas coesivas supera as mistas.

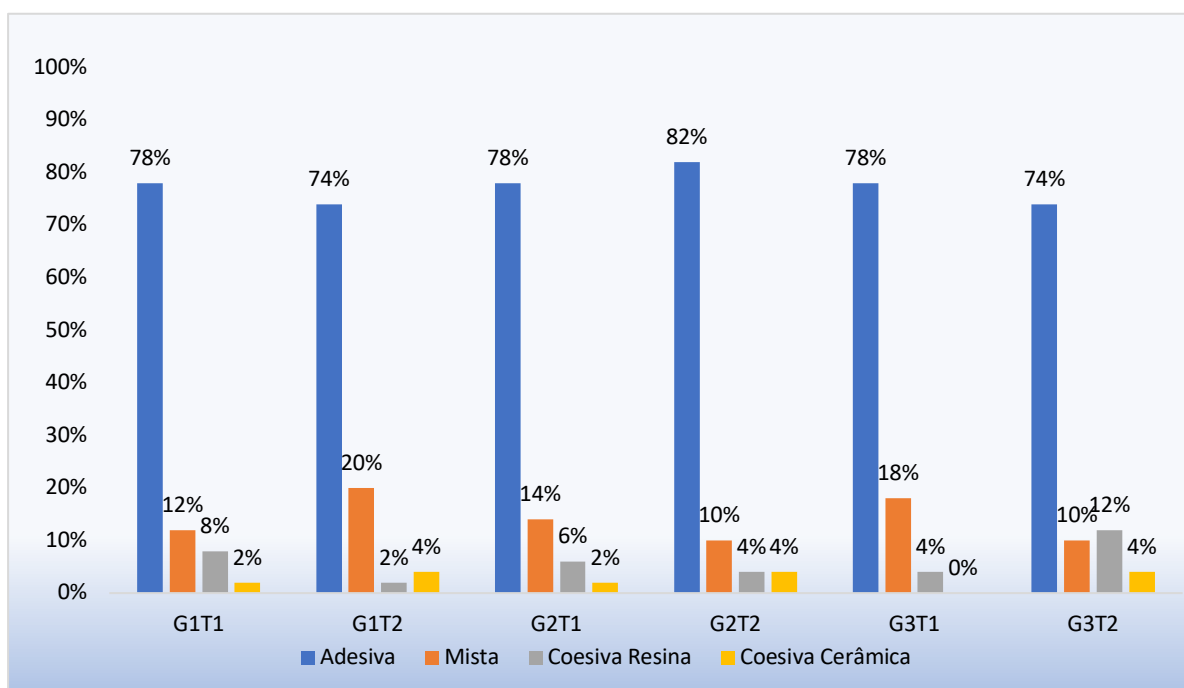


Gráfico 3 - Gráfico das percentagens referentes ao tipo de fratura resultante nos diversos grupos de teste.

Influencia de diferentes protocolos de silanização na resistência adesiva entre cerâmica vítrea reforçada por feldspato e resina composta comercial

VI. Discussão

Esta investigação teve como objetivo avaliar *in vitro* a resistência adesiva da interface cerâmica feldspática-resina, em resposta a diferentes agentes de silanização comerciais, tanto pré-hidrolisados, como não hidrolisados – ESPE-Sil (3M ESPE AG, Seefeld, Germany), Monobond Plus (Ivoclar-Vivadent, Schaan, Liechtenstein) e BIS-Silane (Bisco, Schaumburg, IL, USA) – e diferentes tempos de aplicação do agente de silanização – 60s e 300s.

A criação de uma adesão duradoura e estável entre uma cerâmica e a resina composta é de extrema importância para a manutenção e longevidade da globalidade da restauração (Matinlinna & Vallittu, 2007).

A aplicação de ácido hidrofúorídrico, seguido da aplicação de um silano, é o protocolo mais aceite nos dias de hoje, sendo por isso considerado o *gold standard* dos protocolos de adesão. Esta conjugação permite-nos obter uma adesão física, através da criação de microrugosidades criadas pela dissolução da matriz vítrea da cerâmica e química, através da ligação entre a sílica presente na fase vítrea da cerâmica e os grupos metacrilato do cimento de resina, que se estabelece através de ligações de siloxano. Contudo, há que ter em atenção a toxicidade do ácido hidrofúorídrico e também a possibilidade de desgaste excessivo da cerâmica pelo mesmo (Lee, Chae, Kim, & Kwon, 2015; Yoshihara et al., 2016; Cardenas et al., 2017; Lyann et al., 2018; Chen et al., 2019).

Para que o agente de silanização possa funcionar como elo de ligação, necessita de ser ativado, ou seja, de sofrer um processo de hidrólise. Como explicado anteriormente, isto vai permitir a criação de grupos hidroxilo terminais, que vão estabelecer ligações através de pontes de hidrogénio com os grupos hidroxilo presentes na superfície das cerâmicas que contém sílica. Posteriormente, através de uma reação de polimerização, a cerâmica e o silano formam ligações covalentes (Lee et al., 2015; Yoshihara et al., 2016; Chen et al., 2019).

As cerâmicas feldspáticas possuem ótimas propriedades estéticas, o que tem levado a que se tornem o material de eleição no que diz respeito a certas restaurações

indiretas tais como facetas, *inlays* ou *onlays*. Torna-se, por isso, crucial, o desenvolvimento de protocolos de cimentação adesivos que permitam a maior estabilidade e longevidade possíveis (Lee et al., 2015).

Nesta investigação, com objetivo de testar a resistência adesiva das diferentes amostras, foi escolhido o teste de microtração numa máquina de testes universal, pois a carga aplicada na interface adesiva cerâmica-resina é uniformemente distribuída. Esta é, sem dúvida, a maior vantagem do teste de microtração. As forças resultantes do teste de microtração tendem a ser bastante superiores às do teste de macrotração, por vezes 2 a 4 vezes superiores, pois a concentração de defeitos presente na interface adesiva é muito menor, devido às suas menores dimensões. Contudo, os valores das forças adesivas deste teste variam consoante o tipo de encaixe das amostras, a forma e geometrias dessas amostras e ainda a preparação das mesmas (Armstrong et al., 2010; Armstrong et al., 2011; Ayres et al., 2019).

De modo a simular a condições/variações de temperatura e humidade a que as cerâmicas estão sujeitas na cavidade oral, submetemos as nossas amostras a 10 000 ciclos na termocicladora, variando a temperatura entre 5°C e 55°C. Segundo vários estudos, o envelhecimento das amostras através da termociclagem, provoca uma diminuição da resistência adesiva entre a cerâmica e a resina. Isto acontece, pois, a termociclagem provoca uma degradação hidrolítica das ligações químicas da interface adesiva, inicialmente formadas, através da variação dos coeficientes de expansão térmica da cerâmica e resina, que por sua vez, é consequência das variações constantes de temperatura. A simulação de todos estes fatores permite tirar conclusões acerca do comportamento dos materiais estudados a curto, médio e longo prazo, assim como a sua longevidade (Moro, Ramos, Rocha, & Perez, 2017; Noda et al., 2017; Taguchi et al., 2018).

Nesta investigação foram testados 3 tipos de agentes de silanização: o Bis-Silane (Bisco, Schaumburg, IL, USA), que é um silano não hidrolisado, o ESPE Sil Silane Coupling Agent (3M ESPE AG, Seefeld, Germany), que é um silano pré-hidrolisado e o Monobond Plus (Ivoclar-Vivadent, Schaan, Liechtenstein), que é um silano também pré-hidrolisado mas com o monómero 10-MDP incluído na sua formulação.

Segundo certos autores, ainda é incerto qual o tempo exato para estabelecer um grau de hidrólise ideal do silano. Contudo, este grau de hidrólise só consegue ser controlado pelo clínico aquando da utilização de silanos não hidrolisados (em que o silano se encontra num frasco e o ácido acético noutra), pois a hidrólise do mesmo só se dá quando se juntam as soluções dos 2 frascos distintos. Nos silanos pré-hidrolisados, como o ácido acético já se encontra em contacto com o silano dentro do frasco, a hidrólise já se encontra a decorrer, o que dificulta saber se o grau de hidrólise é o desejado na altura da aplicação (Lung & Matinlinna, 2012; Lee et al., 2015; Zakir et al., 2016; Matinlinna et al., 2018).

A presença do monómero funcional 10-MDP no agente de silanização Monobond Plus (Ivoclar-Vivadent, Schaan, Liechtenstein), assim como a presença de moléculas de silano MPS permite que a sua aplicação seja realizada em qualquer tipo de cerâmicas, tanto vítreas ricas em sílica, como aquelas que não contêm sílica (como por exemplo as de alumina ou zircónia) na sua constituição. Isto é possível pois, o 10-MDP permite o estabelecimento de ligações químicas com os óxidos das cerâmicas que não contêm sílica na sua constituição e as moléculas do silano MPS estabelece ligações com a sílica presente nas cerâmicas vítreas (Inokoshi et al., 2014; De-Paula et al.; 2017; Nagaoka et al., 2017).

A interação do 10-MDP, está contudo bastante dependente de vários fatores tais como a concentração, a estrutura dos monómeros funcionais combinados e a polaridade do solvente (Cardenas et al., 2017).

O 10-MDP é considerado um monómero funcional ácido devido à presença do grupo fosfato. Esta natureza ácida, confere ao 10-MDP a capacidade de desmineralizar os substratos. Alguns estudos revelaram que o pH do 10-MDP varia sensivelmente entre 2 e 2,7. É sabido também que um pH baixo, influencia a estabilidade do silano funcional. Os valores de resistência adesiva presentes no estudo de Makishi et al. (2016), sugerem que o agente de silano presente no Monobond Plus poderá ser instável quando combinado com 10-MDP na mesma solução. O 10-MDP cria um meio ácido que pode levar à hidrólise precoce dos grupos silanol do agente de silano. Nos dias de hoje, a informação acerca da adesão a cerâmicas ricas em sílica envolvendo um silano e

o 10-MDP, através de sistemas adesivos universais, ainda é relativamente limitada (Fukeygawa et al., 2006; Wang et al., 2017; Yao, Yu, Wang, Tang, & Huang, 2018).

Em restaurações indiretas ricas em sílica, como é o caso das cerâmicas feldspáticas, a reação entre o 10-MDP e o silano promove um aumento da adesão, pois há a formação de ligações de hidrogénio entre os grupos de silanol e os grupos hidroxilo da cerâmica (Makishi et al., 2016).

O monómero funcional 10-MDP é, hoje em dia, considerado o *gold standard* em termos de longevidade e resistência adesiva. Estas qualidades devem-se à presença de uma estrutura química constituída por cadeias hidrofóbicas de carbono longas. A presença de um grupo fosfato e de um grupo funcional polimerizável, metacrilato, são característicos deste monómero. O grupo fosfato tem capacidade de ligação aos óxidos cerâmicos ou ao cálcio da hidroxiapatite e o metacrilato hidrofóbico copolimeriza com os monómeros resinosos. Estas interações vão traduzir-se numa maior resistência adesiva (Cardenas et al., 2017; De-Paula et al., 2017; Makishi et al., 2016).

Neste estudo *in vitro*, pudemos verificar que os maiores valores de resistência adesiva aconteceram quando a superfície cerâmica foi tratada com o agente de silanização Monobond Plus (Ivoclar-Vivadent, Schaan, Liechtenstein), tanto a 60s como a 300s. Em relação a estes dois tempos de aplicação, o que teve maiores valores de resistência adesiva foi o tempo mais longo (300s). Estes resultados contrariam a teoria de que os silanos pré-hidrolisados estão associados a valores de resistência adesiva mais baixos (Lung & Matinlinna, 2012; Rosatto et al., 2014; Zakir et al., 2016; Matinlinna et al., 2018), pelo menos em cerâmica feldspática. Contudo, os elevados resultados de resistência adesiva dever-se-ão possivelmente à presença do monómero funcional 10-MDP, seguindo a teoria de que a presença de 10-MDP no silano pode de facto favorecer a resistência adesiva (Peumans et al., 2016). Tal como na investigação de Peumans et al. (2016), também neste estudo se verificaram altos valores de resistência adesiva aquando da aplicação do sistema Monobond Plus (Ivoclar-Vivadent, Schaan, Liechtenstein). O grupo fosfato pertencente ao 10-MDP exerce ligações com os óxidos cerâmicos presentes na zircónia ou com os íons de cálcio da hidroxiapatite, mas neste caso, a cerâmica feldspática não contém nenhum íon recetivo. O grupo fosfato, ao não estabelecer nenhuma ligação química, de acordo com a teoria de adesão-descalcificação descrita por Yoshida et al., (2001), acaba

por desmineralizar. Esta desmineralização adicional promove a criação de uma topografia que favorece a microretenção mecânica em profundidade. Esta poderá ser uma das razões pela qual a utilização do sistema Monobond Plus (Ivoclar-Vivadent, Schaan, Liechtenstein) obteve valores de resistência adesiva elevados e superiores aos sistemas Bis-Silane (Bisco, Schaumburg, IL, USA) e ESPE-Sil (3M ESPE AG, Seefeld, Germany) (Yoshida et al., 2001; Yoshioka et al., 2002).

O tempo ideal de condicionamento ácido da superfície das cerâmicas ainda continua a ser bastante estudado. No entanto e segundo vários autores, a cerâmica feldspática pode ser condicionada durante 90 segundos, existindo uma maior dissolução da matriz vítrea. Consequentemente vai haver uma maior quantidade de microporosidades, promovendo uma melhor adesão. Com o aumento do tempo de condicionamento e conseqüente aumento da rugosidade, este facilita a molhabilidade do substrato, o que vai permitir uma maior infiltração da resina nas microporosidades, melhorando assim a adesão (Matinlinna & Vallittu, 2007; Zogheib, Bona, Kimpara, & McCabe, 2011). Isto permite suportar a teoria de que o Monobond Plus (Ivoclar-Vivadent, Schaan, Liechtenstein), devido à presença do 10-MDP ácido, desmineralizou a cerâmica após os 60s iniciais de condicionamento ácido. Assim, uma maior desmineralização permitiu obter valores de resistência adesiva mais elevados.

Outra razão plausível para os altos valores de resistência adesiva verificados aquando da utilização do sistema de silanização Monobond Plus (Ivoclar-Vivadent, Schaan, Liechtenstein), é a rápida ativação do silano por parte do monómero funcional ácido 10-MDP. A ligação química do silano à sílica presente na cerâmica, através das ligações de siloxano, é acelerada pelo pH ácido do 10-MDP (Taguchi et al., 2018).

A fina camada de silano que é aplicada, tem uma resistência mecânica mais fraca que a resina e a cerâmica, sendo o elemento mais fraco do sistema resina-silano-cerâmica. Deste modo, é recomendado que a espessura da camada de silano seja extremamente fina, de modo a permitir a melhor adesão possível (Zakir et al., 2016). O modo de aplicação dos três diferentes silanos, pode ter tido alguma influência nos resultados, uma vez que a sua aplicação efetuada pelo operador nunca será precisamente igual em todas as aplicações.

Neste estudo, pode-se também verificar que a aplicação dos sistemas Bis-Silane (Bisco, Schaumburg, IL, USA) e Monobond Plus (Ivoclar-Vivadent, Schaan, Liechtenstein) durante 300s, resultou em valores de resistência adesiva superiores comparativamente com a aplicação dos mesmos durante 60s. Isto vai, em parte, de encontro ao estudo de Lee et al. (2015), em que o aumento do tempo de aplicação do sistema Bis-Silane, também aumentou a resistência adesiva entre a cerâmica e a resina. Isto deve-se ao facto de haver mais tempo para a hidrólise ocorrer e se estabelecerem mais ligações químicas. No caso do Monobond Plus, houve mais tempo para haver desmineralização da cerâmica e para a criação de um maior número de microretenções, que consequentemente aumentando a resistência adesiva (Lee et al., 2015).

O sistema ESPE Sil Silane Coupling Agent (3M ESPE AG, Seefeld, Germany) foi aquele que apresentou os valores mais baixos de resistência adesiva, tanto com o tempo de aplicação de 60s, como com o tempo de aplicação de 300s. Estes resultados sugerem que a utilização de silanos pré-hidrolisados resultam em valores de resistência adesiva inferiores comparativamente com a utilização de silanos não-hidrolisados. Isto pode acontecer uma vez que os silanos pré-hidrolisados podem já ter sofrido hidrólise dentro do frasco, antes da sua aplicação (o que pode fazer com que algumas moléculas já não consigam estabelecer ligações químicas) e ainda devido ao facto de alguns silanos pré-hidrolisados conterem água como solvente, em vez de álcool, como acontece nos silanos não hidrolisados. Quanto mais rápida for a evaporação do silano, melhor é a adesão. A água, ao evaporar mais lentamente que o álcool, vai prejudicar então a adesão (Lung & Matinlinna, 2012; Rosatto et al., 2014; Zakir et al., 2016; Matinlinna et al., 2018).

A partir dos resultados de resistência adesiva do sistema ESPE Sil Silane Coupling Agent (3M ESPE AG, Seefeld, Germany) e do sistema Monobond Plus (Ivoclar-Vivadent, Schaan, Liechtenstein), podemos supor que o monómero funcional 10-MDP poderá ter, de facto, um papel importante no aumento da resistência adesiva. Isto porque ambos os sistemas de silanização são pré-hidrolisados, mas obteve-se valores bastante díspares entre eles. A partir da aplicação ESPE Sil Silane Coupling Agent (3M ESPE AG, Seefeld, Germany) obtiveram-se valores de resistência adesiva bastante inferiores aquando da utilização do sistema Monobond Plus (Ivoclar-Vivadent, Schaan, Liechtenstein), que contém, 10-MDP. O que pode sugerir que, aquando da utilização dos

silanos pré-hidrolisados, um que contenha 10-MDP, poderá vir a ser benéfico (Peumans et al, 2016).

Contudo é importante referir que o ESPE Sil Silane Coupling Agent não é um controlo perfeito ao Monobond Plus, por ser um agente de silanização de outra marca comercial e por poder variar na sua formulação, pH e solvente. O Monobond S, da Ivoclar-Vivadent seria uma escolha perfeita para poder comparar a influencia ou não do 10-MDP. Contudo, este silano está descontinuado no mercado, uma vez que a marca considera que a adição de 10-MDP apenas traz vantagens, razão pela qual hoje em dia apenas se comercializa o Monobond Plus.

O volume dos grupos alcóxi, a quantidade de água na solução, o pH e a temperatura são fatores importantes que vão influenciar a adesão propriamente dita entre o silano e a fase cristalina da cerâmica vítrea. O volume dos grupos alcóxi influencia a hidrólise do silano, que é tanto maior quanto menor for o volume dos grupos alcóxi. Por sua vez, o pH da solução do silano também influencia a sua hidrólise, que é tanto mais rápida quanto mais baixo for o pH da solução. Em relação à temperatura, esta também é considerado um fator influente na hidrólise do silano, que é tanto maior quanto maior for a temperatura a que se encontra a solução. Por fim a quantidade de água também influencia a hidrólise, pois quanto mais rápida for a evaporação do silano, melhor é a adesão. Por isso, quanto mais água houver, mais tempo vai demorar a evaporar e pior vai ser a adesão (Antonucci, Dickens, Fowler, Xu, & McDonough, 2005; Cardenas et al., 2017; Matinlinna et al., 2018).

No que concerne ao tipo de falha ocorrida ao realizar-se o teste de microtração, a predominante foi a adesiva. A ocorrência de falhas adesivas aquando da realização de testes de microtração é bastante característico deste teste (Armstrong et al., 2010).

Comparando esta investigação com outras semelhantes, nomeadamente nos estudos de (Almiro, 2017) e (Marinho, 2017), é possível verificar que os valores médios de resistência adesiva desta investigação são mais elevados do que os da investigação destas autoras, mesmo após ter sido realizada termociclagem. É assim possível verificar que a força de união cerâmica-resina e o protocolo adesivo empregue neste presente estudo, no caso da cerâmica feldspática, teve resultados francamente melhores.

Foi ainda possível verificar que todos os grupos de amostras apresentaram um predomínio de fraturas adesivas, seguido de mistas e por fim de coesivas, à exceção do grupo do agente de silanização Monobond Plus, aquando da aplicação do mesmo durante o tempo de 300s. Neste caso, houve um predomínio de falhas coesivas na resina em relação às mistas. Como este grupo de amostras teve o maior valor de resistência adesiva verificado nesta experiência, o limiar de fratura da resina composta foi inferior ao da interface adesiva. A força de união dos dois materiais, excedeu a resistência à fratura do material resinoso.

O presente estudo tem diversas limitações que podem ter influenciado os resultados finais, sendo que um dos principais, neste caso, é a experiência do operador e o seu conhecimento técnico acerca do material, métodos e dos equipamentos de teste utilizados (Adebayo, Burrow, & Tyas, 2008). O operador deve ter sempre em conta as diversas variabilidades existentes nos diferentes procedimentos clínicos que executa e tentar reduzi-las ao máximo, seguindo as instruções do fabricante e artigos científicos que tenham realizado os mesmos métodos experimentais (Sano, Kanemura, Burrow, Inai, Yamada, & Tagami, 1998).

Os resultados que foram obtidos com esta investigação, permitem rejeitar as 2 hipóteses nula inicialmente formadas. Tanto a utilização de diferentes agentes de silanização, como a variação do tempo de aplicação dos mesmos, influenciaram a resistência adesiva entre a cerâmica feldspática e a resina composta.

VII. Conclusão

Através desta investigação e dos resultados provenientes da mesma, é possível concluir-se que:

A escolha de diferentes tipos de agente de silanização, com base na sua pré-hidrólise ou não, e diferentes formulações, tem influência sobre a resistência adesiva resultante da união cerâmica-resina. De forma similar, diferentes tempos de aplicação também tiveram influência sobre a resistência adesiva.

O agente de silanização Monobond Plus obteve os maiores valores de resistência adesiva, mostrando-se uma opção favorável em cerâmica feldspática CAD/CAM. O período de tempo de aplicação prolongado - 300s, apenas foi benéfico aquando da utilização do agente de silanização, não hidrolisado, Bis-Silane.

Tanto a utilização de diferentes agentes de silanização, como a variação do tempo de aplicação dos mesmos, influenciaram a resistência adesiva entre a cerâmica feldspática e a resina composta.

1. Relevância Clínica

Nos dias de hoje, a utilização de restaurações indiretas, sobretudo em cerâmica, é cada vez mais frequente. Torna-se, por isso, imperativo que a resistência adesiva entre a cerâmica e o dente seja otimizada. Como a adesão por si só, da cerâmica ao dente, sem preparação, é insatisfatória, é imprescindível a realização de um protocolo adesivo que permita uma adesão química da restauração ao dente. Esta adesão química é complementada com uma adesão física, que é obtida através do preparo da estrutura dentária.

Através desta investigação foi possível testar vários protocolos adesivos existentes no mercado, com o intuito de saber qual se traduz numa melhor adesão e consequente longevidade da restauração. Clinicamente é bastante relevante pois todos os Médicos Dentistas têm de optar por escolher um protocolo adesivo, nomeadamente pela

escolha do agente de silanização ideal, o que por vezes é difícil devido à grande variedade existente no mercado nos dias de hoje.

2. Perspetivas futuras

Investigações futuras deveriam focar-se nos seguintes aspetos:

Avaliar a resistência adesiva de vários agentes de silanização que contenham 10-MDP, comparando esses mesmos com um controlo pré-hidrolisado sem 10-MDP, mantendo o mesmo protocolo adesivo e tempo de aplicação.

Avaliar a resistência adesiva dos mesmos agentes de silanização, presentes neste estudo, mas com um tempo de aplicação de 120 segundos e outros tempos de aplicação mais longos, de modo a analisar a variação de resistência adesiva que existe entre diversos períodos de tempo.

Avaliar a resistência adesiva de diferentes marcas de cerâmica feldspática, com diferentes teores de vidro, mantendo o mesmo protocolo adesivo.

Determinar o pH de agentes de silanização comerciais e o seu efeito de desmineralização, utilizando métodos de microscopia como Microscopia Eletrónica de Varrimento (MEV) e medição da rugosidade de superfície através de profilometria.

VIII. Bibliografia

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

Alghazzawi, T. F. (2016). Advancements in CAD/CAM technology: Options for practical implementation. *Journal of Prosthodontic Research*, *60*(2), 72–84. doi:10.1016/j.jpor.2016.01.003.

Almiro, M. F. (2017). Influência da aplicação de diferentes silanos e tempos de condicionamento com ácido hidrófluorídrico a 4,9% na resistência adesiva (μ TBS) entre uma cerâmica e uma resina composta.

Angeletaki, F., Gkogkos, A., Papazoglou, E., & Kloukos, D. (2016). Direct versus indirect inlay/onlay composite restorations in posterior teeth. A systematic review and meta-analysis. *Journal of Dentistry*, *53*, 12–21. doi:10.1016/j.jdent.2016.07.011.

Antonucci, J. M., Dickens, S. H., Fowler, B. O., Xu, H. H. K., & McDonough, W. G. (2005). Chemistry of Silanes: Interfaces in Dental Polymers and Composites. *Journal of Research of the National Institute of Standards and Technology*, *110*(5), 541–558. doi:10.6028/jres.110.081.

Armstrong, S., Breschi, L., Özcan, M., Pfefferkorn, F., Ferrari, M., & Van Meerbeek, B. (2017). Academy of Dental Materials guidance on in vitro testing of dental composite bonding effectiveness to dentin/enamel using micro-tensile bond strength (μ TBS) approach. *Dental Materials*, *33*(2), 133–143. doi:10.1016/j.dental.2016.11.015.

Armstrong, S., Geraldeli, S., Maia, R., Raposo, L. H. A., Soares, C. J., & Yamagawa, J. (2010). Adhesion to tooth structure: A critical review of “micro” bond strength test methods. *Dental Materials*, *26*(2), 50–62. doi:10.1016/j.dental.2009.11.155.

Armstrong, S., Roeder, L., Pereira, P. N. R., Ferracane, J., Ilie, N., & Yamamoto, T. (2011). Spotlight on bond strength testing—Unraveling the complexities. *Dental Materials*, 27(12), 1197–1203. doi:10.1016/j.dental.2011.08.396.

Awada, A., & Nathanson, D. (2015). Mechanical properties of resin-ceramic CAD/CAM restorative materials Presented at the American Association of Dental Research/Canadian Association of Dental Research Annual Meeting, Charlotte, NC, March 2014. *Journal of Prosthetic Dentistry*, 114(4), 587–593. doi:10.1016/j.prosdent.2015.04.016.

Ayres, A. P. A., Hirata, R., Fronza, B., Lopes, B., Ambrosano, G., & Giannini, M. (2019). Effect of Argon Plasma Surface Treatment on Bond Strength of Resin Composite Repair. *Operative Dentistry*, 44(2), 75–82. doi:10.2341/18-050-1

Blatz, M. B., Vonderheide, M., & Conejo, J. (2017). The Effect of Resin Bonding on Long-Term Success of High-Strength Ceramics. *Journal of Dental Research*, 97(2), 132–139. doi:10.1177/0022034517729134.

Bruzi, G., Carvalho, A. O., Giannini, M., Maia, H. P., & Magne, P. (2017). Post-etching cleaning influences the resin shear bond strength to CAD/CAM lithium-disilicate ceramics. *Applied Adhesion Science*, 5(1), 1–9. doi:10.1186/s40563-017-0096-6.

Bruzi, G., Carvalho, A. O., Giannini, M., Maia, H. P., & Magne, P. (2018). Bonding of CAD/CAM lithium disilicate restorations with regular and flowable composite resin with and without wetting resin. *Applied Adhesion Science*, 6(1), 1–10. doi:10.1186/s40563-018-0109-0.

Cardenas, A M., Siqueira, F., Hass, V., Malaquias, P., Gutierrez, M F., Reis, A., Perdigão, J., Loguercio, A. D. (2017). Effect of MDP-containing Silane and Adhesive Used Alone or in Combination on the Long-term Bond Strength and Chemical Interaction with Lithium Disilicate Ceramics. *Journal of Adhesive Dentistry*, 19(3), 1–10. doi:10.3290/j.jad.a38414.

Çelik, E., Sahin, S. C., & Dede, D. Ö. (2018). Shear Bond Strength of Nanohybrid Composite to the Resin Matrix Ceramics After Different Surface Treatments. *Photomedicine and Laser Surgery*, *36*(8), 424–430. doi:10.1089/pho.2018.4467.

Chen, B., Lu, Z., Meng, H., Chen, Y., Yang, L., Zhang, H., Xie, H., Chen, C. (2019). Effectiveness of pre-silanization in improving bond performance of universal adhesives or self-adhesive resin cements to silica-based ceramics: Chemical and in vitro evidences. *Dental Materials*, *35*(4), 543–553. doi:10.1016/j.dental.2019.01.010.

Coelho, P. G., Fardin, V. P., Bonfante, E. A., Bonjardim, L. R., Bonfante, G., de Paula, V. G., & Lorenzoni, F. C. (2019). Lifetime prediction of veneered versus monolithic lithium disilicate crowns loaded on marginal ridges. *Dental Materials*, 1–11. doi:10.1016/j.dental.2019.01.007.

De-Paula, D. M., Loguercio, A. D., Reis, A., Frota, N. M., Melo, R., Yoshihara, K., & Feitosa, V. P. (2017a). Micro-Raman Vibrational Identification of 10-MDP Bond to Zirconia and Shear Bond Strength Analysis. *BioMed Research International*. doi:10.1155/2017/8756396.

Elsaka, S. E., & Elnaghy, A. M. (2016). Mechanical properties of zirconia reinforced lithium silicate glass-ceramic. *Dental Materials*, *32*(7), 908–914. doi:10.1016/j.dental.2016.03.013.

Federizzi, L., Gomes, É. A., Báratro, S. S. P., Baratto-Filho, F., Bacchi, A., & Spazzin, A. O. (2016). Use of feldspathic porcelain veneers to improve smile harmony: A 3-year follow-up report. *Brazilian Dental Journal*, *27*(6), 767–774. doi:10.1590/0103-6440201602453.

Feitosa, V P., Yoshihara, K., Sauro, S., Correr., Sobrinho, L., Van Meerbeek, B., Correr, A B., Ogliari, A O., Watson, T F., Sinhoret, M A., Ogliari, F A., Zanchi, C. H. (2014). Impact of hydrophilicity and length of spacer chains on the bonding of functional monomers. *Dental Materials*, *30*(12), 317–323. doi:10.1016/j.dental.2014.06.006.

Felden, A., Schmalz, G., Federlin, M., Hiller, K. A. (1998). Retrospective clinical investigation and survival analysis on ceramic inlays and partial ceramic crowns: results up to 7 years. *Clin Oral Investig*, 2(4), 161–167. doi:10.1007/s007840050064

Fukegawa, D., Hayakawa, S., Yoshida, Y., Suzuki, K., Osaka, A., & Van Meerbeek, B. (2006). Chemical interaction of phosphoric acid ester with hydroxyapatite. *Journal of Dental Research*, 85(10), 941–944. doi:10.1177/154405910608501014.

Fuzi, M. & Rappelli, R. (1998). Survival rate of ceramic inlays. *Journal of Dentistry*, 26(7), 623–626. doi:10.1016/s0300-5712(98)00004-9

Giordano, R., & McLaren, E. A. (2014). Ceramics overview: classification by microstructure and processing methods. *Compendium of Continuing Education in Dentistry* 31(9), 682–684.

Gomes, E. A., Assunção, W. G., Rocha, E. P., & Santos, P. H. (2008). Cerâmicas odontológicas: o estado atual. *Cerâmica*, 54(331), 319–325. doi:10.1590/s0366-69132008000300008.

Gracis, S., Thompson, V., Ferencz, J., Silva, N., & Bonfante, E. (2016). A New Classification System for All-Ceramic and Ceramic-like Restorative Materials. *The International Journal of Prosthodontics*, 28(3), 227–235. doi:10.11607/ijp.4244.

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

Inokoshi, M., Poitevin, A., De Munck, J., Minakuchi, S., & Van Meerbeek, B. (2014). Bonding effectiveness to different chemically pre-treated dental zirconia. *Clinical Oral Investigations*, 18(7), 1803–1812. doi:10.1007/s00784-013-1152-7.

ISO. (2015). Dentistry – Testing of adhesion to tooth structure. (11405).

ISO. (2009). Dentistry- Polymer-based restorative materials. (4049).

Kapusevska, B., Grozdanov, A., Bajraktarova-Misevska, C., Bajraktarova-Valjakova, E., Gigovski, N., & Korunoska-Stevkovska, V. (2018). Contemporary Dental Ceramic Materials, A Review: Chemical Composition, Physical and Mechanical Properties, Indications for Use. *Open Access Macedonian Journal of Medical Sciences*, 6(9), 1742–1755. doi:10.3889/oamjms.2018.378.

Keshvad, A., Hooshmand, T., Asefzadeh, F., Khalilinejad, F., Alihemmati, M., & van Noort, R. (2011). Marginal gap, internal fit, and fracture load of leucite-reinforced ceramic inlays fabricated by CEREC inLab and hot-pressed techniques. *Journal of Prosthodontics*, 20(7), 535–540. doi:10.1111/j.1532-849X.2011.00745.x.

Lee, Y., Chae, M., Kim, K. H., & Kwon, T. Y. (2015). Effect of dental silane primer activation time on resin-ceramic bonding. *Journal of Adhesion Science and Technology*, 29(11), 1155–1167. doi:10.1080/01694243.2015.1022498.

Li, R. W. K., 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. K., & 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.

Luthra, R., & Kaur, P. (2016). An insight into current concepts and techniques in resin bonding to high strength ceramics. *Australian Dental Journal*, 61(2), 163–173. doi:10.1111/adj.12365.

Lyann, S. K., Takagaki, T., Nikaido, T., Uo, M., Ikeda, M., Sadr, A., & Tagami, J. (2018). Effect of Different Surface Treatments on the Tensile Bond Strength to Lithium Disilicate Glass Ceramics. *The Journal of Adhesive Dentistry*, 20(3), 261. doi:10.3290/j.jad.a40632.

Magne, P. (2006). Composite resins and bonded porcelain: the postamalgam era? *Journal of the California Dental Association*, 34(2), 135–147.

Makishi, P., André, C., Silva, J. L. e, Bacelar-Sá, R., Correr-Sobrinho, L., & Giannini, M. (2016). Effect of Storage Time on Bond Strength Performance of Multimode Adhesives to Indirect Resin Composite and Lithium Disilicate Glass Ceramic. *Operative Dentistry*, 41(5), 541–551. doi:10.2341/15-187-L.

Marinho, B. M. M. (2017). Influência da aplicação de diferentes agentes de silanização e tempos de atuação de ácido hidrófluorídrico na resistência adesiva (μ TBS) de uma cerâmica IPS e.max.

Matinlinna, J.P. & Vallittu, P. K. (2007). Silane based concepts on bonding resin composite to metals. *The Journal of Contemporary Dental Practice*, 8(2), 1–8.

Matinlinna, J. P., Lung, C. K., & Tsoi, J. K. H. (2018). Silane adhesion mechanism in dental applications and surface treatments: A review. *Dental Materials*, 34(1), 13–28. doi:10.1016/j.dental.2017.09.002.

Matinlinna, J. P., & Vallittu, P. K. (2007). Bonding of resin composites to etchable ceramic surfaces - An insight review of the chemical aspects on surface conditioning. *Journal of Oral Rehabilitation*, 34(8), 622–630. <https://doi.org/10.1111/j.1365-2842.2005.01569.x>.

Moravej-Salehi, E., Moravej-Salehi, E., & Valian, A. (2016). Surface topography and bond strengths of feldspathic porcelain prepared using various sandblasting pressures. *Journal of Investigative and Clinical Dentistry*, 7(4), 347–354. doi:10.1111/jicd.12171.

Moro, A. F. V., Ramos, A. B., Rocha, G. M., & Perez, C. dos R. (2017). Effect of prior silane application on the bond strength of a universal adhesive to a lithium disilicate ceramic. *Journal of Prosthetic Dentistry*, 118(5), 666–671. doi:10.1016/j.prosdent.2016.12.021.

Nagaoka, N., Yoshihara, K., Feitosa, V P., Tamada, Y., Irie, M., Yoshida, Y., Van., Meerbeek, B., Hayakawa, S. (2017). Chemical interaction mechanism of 10-MDP with zirconia. *Scientific Reports*, 7(7), 1–7. doi:10.1038/srep45563.

Noda, Y., Nakajima, M., Takahashi, M., Mamanee, T., Hosaka, K., Takagaki, T., Ikeda, M., Foxton, R M., Tagami, J. (2017). The effect of five kinds of surface treatment agents on the bond strength to various ceramics with thermocycle aging. *Dental Materials Journal*, 36(6), 755–761. doi:10.4012/dmj.2016-383.

Papadiochou, S., & Pissiotis, A. L. (2018). Marginal adaptation and CAD-CAM technology: A systematic review of restorative material and fabrication techniques. *Journal of Prosthetic Dentistry*, 119(4), 545–551. doi:10.1016/j.prosdent.2017.07.001.

Peumans, M., Valjakova, E. M., Munck, J. D., Mishevsk, C. B., & Van Meerbeek, B. (2016). Bonding Effectiveness of Luting Composites to Different CAD/CAM Materials. *The Journal of Adhesive Dentistry*, 18(4), 289–302. doi:10.3290/j.jad.a36155.

Pieger, S., Salman, A., & Bidra, A. S. (2014). Clinical outcomes of lithium disilicate single crowns and partial fixed dental prostheses: A systematic review. *Journal of Prosthetic Dentistry*, 112(1), 22–30. doi:10.1016/j.prosdent.2014.01.005.

Pol, C. W., Kalk, W. (2011). A systematic review of ceramic inlays in posterior teeth: an update. *International Journal of Prosthodontics*, 24(6), 566–575.

Rebello de Sampaio, F. B. W., Sesma, N., Özcan, M., Morimoto, S., & Braga, M. M. (2016). Survival Rate of Resin and Ceramic Inlays, Onlays, and Overlays. *Journal of Dental Research*, 95(9), 985–994. doi:10.1177/0022034516652848.

Sano, H., Kanemura, N., Burrow, M. F., Inai, N., Yamada, T., & Tagami, J. (1998). Effect of Operator Variability on Dentin Adhesion: Students vs Dentists. *Dental Materials Journal*, 17(1), 51–58. doi:10.4012/dmj.17.51

Sattabanasuk, V., Charnchairerk, P., Punsukumtana, L., & Burrow, M. F. (2017). Effects of mechanical and chemical surface treatments on the resin-glass ceramic

adhesion properties. *Journal of Investigative and Clinical Dentistry*, 8(3), 1–9. doi:10.1111/jicd.12220.

Schulz, P., Johansson, A. & Arvidson, K. (2003). A retrospective study of Mirage ceramic inlays over up to 9 years. *International Journal of Prosthodontics*, 16(5), 510–514.

Silva, L. H. da, Lima, E. de, Miranda, R. B. de P., Favero, S. S., Lohbauer, U., & Cesar, P. F. (2017). Dental ceramics: a review of new materials and processing methods. *Brazilian Oral Research*, 31(suppl 1). doi:10.1590/1807-3107BOR-2017.vol31.0058.

Sirisha, K., Rambabu, T., Ravishankar, Y., & Ravikumar, P. (2014). Validity of bond strength tests: A critical review-Part II. *Journal of Conservative Dentistry*, 17(5), 420–426. doi:10.4103/0972-0707.139823.

Taguchi, S., Komine, F., Kubochi, K., Fushiki, R., Kimura, F., & Matsumura, H. (2018). Effect of a silane and phosphate functional monomer on shear bond strength of a resin-based luting agent to lithium disilicate ceramic and quartz materials. *Journal of Oral Science*, 60(3), 360–366. doi:10.2334/josnugd.17-0383.

Thordrup, M., Isidor, F., Horsted-Bindslev, P. (2006). A prospective clinical study of indirect and direct composite and ceramic inlays: ten-year results. *Quintessence International*, 37(2), 139–144.

Van Meerbeek, B., Peumans, M., Poitevin, A., Mine, A., Van Ende, A., Neves, A., & De Munck, J. (2010). Relationship between bond-strength tests and clinical outcomes. *Dental Materials*, 26(2), 100–121. doi:10.1016/j.dental.2009.11.148.

Venturini, A. B., Prochnow, C., May, L. G., Kleverlaan, C. J., & Valandro, L. F. (2018). Fatigue failure load of feldspathic ceramic crowns after hydrofluoric acid etching at different concentrations. *Journal of Prosthetic Dentistry*, 119(2), 278–285. doi:10.1016/j.prosdent.2017.03.021.

Wang, R., Shi, Y., Li, T., Pan, Y., Cui, Y., & Xia, W. (2017). Adhesive interfacial characteristics and the related bonding performance of four self-etching adhesives with different functional monomers applied to dentin. *Journal of Dentistry*, *62*, 72–80. doi:10.1016/j.jdent.2017.05.010.

Yao, C., Yu, J., Wang, Y., Tang, C., & Huang, C. (2018). Acidic pH weakens the bonding effectiveness of silane contained in universal adhesives. *Dental Materials*, *34*(5), 809–818. doi:10.1016/j.dental.2018.02.004.

Yoshida, Y., Okazaki, M., Abe, Y., Lambrechts, P., Van Meerbeek, B., Snauwaert, J., Vanherle, G., Nakayama, Y., Yoshioka, M. (2001). Adhesion to and Decalcification of Hydroxyapatite by Carboxylic Acids. *Journal of Dental Research*, *80*(6), 1565–1569. doi:10.1177/00220345010800061701.

Yoshihara, K., Nagaoka, N., Sonoda, A., Maruo, Y., Makita, Y., Okihara, T., Irie, M., Yoshida, Y., 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.

Yoshihara, K., Yoshida, Y., Hayakawa, S., Nagaoka, N., Irie, M., Ogawa, T., Van Landuyt, K L., Osaka, A., Suzuki, K., Minagi, S., Van Meerbeek, B. (2011). Nanolayering of phosphoric acid ester monomer on enamel and dentin. *Acta Biomaterialia*, *7*(8), 3187–3195. doi:10.1016/j.actbio.2011.04.026.

Yoshihara, K., Hayakawa, S., Nagaoka, N., Okihara, T., Yoshida, Y., & Van Meerbeek, B. (2018). Etching Efficacy of Self-Etching Functional Monomers. *Journal of Dental Research*, *97*(9), 1010–1016. doi:10.1177/0022034518763606.

Yoshioka, M., Yoshida, Y., Inoue, S., Lambrechts, P., Vanherle, G., Nomura, Y., Okazaki, M., Shintani, H., Van Meerbeek, B. (2002). Adhesion/decalcification mechanisms of acid interactions with human hard tissues. *Journal of Biomedical Materials Research*, *59*(1), 56–62. doi:10.1002/jbm.1216.

Zakir, M., Ashraf, U., Tian, T., Han, A., Qiao, W., Jin, X., Zhang, M., Tsoi, J K., Matinlinna, J. P. (2016). The Role of Silane Coupling Agents and Universal Primers in Durable Adhesion to Dental Restorative Materials - a Review. *Current Oral Health Reports*, 3(3), 244–253. doi:10.1007/s40496-016-0108-9.

Zogheib, L. V., Bona, D. A., Kimpara, E. T., & McCabe, J. F. (2011). Effect of hydrofluoric acid etching duration on the roughness and flexural strength of a lithium disilicate-based glass ceramic. *Brazilian Dental Journal*, 22(1), 45–50. doi:10.1590/s0103-64402011000100008.

ANEXOS

Anexo 1 – Tabela de materiais utilizados nesta investigação.

Material	Composição	LOTE	Validade
Porcelain Etchant (Bisco, Schaumburg, IL, USA)	Ácido hidrofúorídrico 9,5%	1600002039	2020-03-01
Bis-Silane™ (Bisco, Schaumburg, IL, USA)	Etanol (50-70%), ácido 3- (trimetoxisilil) propil-2-metil-2- propenóico (5-10%)	1900000921	2021-08-22
IPS Ceramic Neutralizing powder (Ivoclar-Vivadent, Schaan, Liechtenstein)	Carbonato de cálcio e sódio	S41779	2020-12-03
Monobond Plus (Ivoclar-Vivadent, Schaan, Liechtenstein)	Etanol (50-100%), Metacrilato de sulfido, Metacrilato de ácido fosfórico (10-MDP), Metacrilato de silano ($\leq 2,5\%$)	X50077	2020-10-24
ESPE™ Sil Silane Coupling Agent (3M ESPE AG, Seefeld, Germany)	MPS-3- metacriloxipropiltrimetoxisilano ($< 3\%$), Etanol ($> 97\%$), Acetona	625518	2020-03
Optibond™ FL (Kerr, CA, USA)	Bis-GMA, HEMA, GDMA, CQ, ODMAB, partículas de carga (aprox. 48% de peso), fator de união A174	6780814	2019-11-30
Resina Composta Enamel Plus HRi (Micerum S.p.A., Avegno, Ge, Italy)	UDMA, Bis-GMA, Butanodiol, Dimetacrilato, Partículas de vidro, Nanopartículas de óxido de zircónia	2017008386 2018003592 2018003368 2018005994	2022-11 2023-05 2023-05 2023-08
Blocos de cerâmica reforçada por feldspato VITABLOCS® Mark			

Influencia de diferentes protocolos de silanização na resistência adesiva entre cerâmica vítrea reforçada por feldspato e resina composta comercial

II (VITA Zahnfabrik, Spitalgasse 3, Bad Sackingen, Germany)	SiO ₂ , Al ₂ O ₃ , Na ₂ O, K ₂ O, CaO, TiO ₂ , pigmentos	82040	2019-11-23
Ácido Ortofosfórico Scotchbond™ Universal Etchant (3M ESPE, Neuss, Germany)	Gel de ácido ortofosfórico a 32%	4828119	2021-12-31