



DOUTORADO EM ODONTOLOGIA
ÁREA DE CONCENTRAÇÃO EM DENTÍSTICA

RODRIGO EHLERS ILKIU

**AVALIAÇÃO DO EFEITO DE DIFERENTES AGENTES
CONTAMINANTES E TEMPERATURAS DE LAVAGEM
NA RESISTÊNCIA DE UNIÃO A UMA CERÂMICA
REFORÇADA POR DISSILICATO DE LÍTIO PRÉ-
SILANIZADA**

Guarulhos
2017

RODRIGO EHLERS ILKIU

**AVALIAÇÃO DO EFEITO DE DIFERENTES AGENTES
CONTAMINANTES E TEMPERATURAS DE LAVAGEM
NA RESISTÊNCIA DE UNIÃO A UMA CERÂMICA
REFORÇADA POR DISSILICATO DE LÍTIO PRÉ-
SILANIZADA**

Tese apresentada à UnG Universidade como requisito para obtenção do título de Doutor em Odontologia. Área de Concentração em Dentística.

Orientador: Prof. Dr. André F. Reis

Co-orientadora: Profa. Dra. Marina G. Roscoe

Guarulhos

2017

Ficha catalográfica elaborada pelo Sistema de Bibliotecas Fernando Gay da Fonseca

l27a

Ilkiu, Rodrigo Ehlers

Avaliação do efeito de diferentes agentes contaminantes e temperaturas de lavagem na resistência de união a uma cerâmica reforçada por dissilicato de lítio pré-silanizada. / Rodrigo Ehlers Ilkiu. -- 2017.

71 f.; 31 cm.

Orientador: Profº. Dr. André F. Reis

A Comissão Julgadora dos trabalhos de Defesa de Tese de DOUTORADO, intitulada “AVALIAÇÃO DO EFEITO DE DIFERENTES AGENTES CONTAMINANTES E TEMPERATURAS DE LAVAGEM NA RESISTÊNCIA DE UNIÃO A UMA CERÂMICA REFORÇADA POR DISSILICATO DE LÍCIO PRÉ-SILANIZADA” em sessão pública realizada em 22 de fevereiro de 2017 considerou o candidato Rodrigo Ehlers Ilkiu aprovado.

COMISSÃO EXAMINADORA:

1. Prof. Dr. André Figueiredo Reis (UNG)



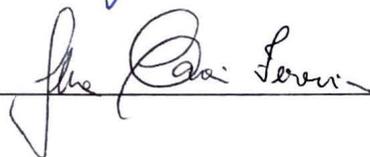
2. Prof. Dr. Sérgio Brossi Botta (UNINOVE)



3. Prof. Dr. Roberto César do Amaral (UNOESC)



4. Profa. Dra. Alessandra Cassoni Ferreira (UNG)



5. Prof. Dr. José Augusto Rodrigues (UNG)



Guarulhos, 22 de fevereiro de 2017.

Dedicatória

*À minha amada esposa, que se faz verdadeiramente amiga e companheira, sempre presente em todos os momentos de nossas vidas. Agradeço pela compreensão e paciência pelos inúmeros momentos de ausência, que aumentam gradualmente, os quais são compreendidos para a realização do meu sonho profissional. Faz-me tornar um homem cada vez melhor. Esta conquista também é sua, pois, sem sua ajuda, apoio e força, talvez não chegasse nesse momento. Este resultado refletirá em bons frutos para nosso futuro. Obrigado, **Andressa dos Santos D'Agostin Ehlers Ilkiu** e, sempre conte comigo!*

Agradecimentos

À **Deus**, o Grande Arquiteto do Universo, minha gratidão por este presente maravilhoso que é a vida! Agradeço, também, pelas pessoas que o Senhor colocou em meu caminho: a maioria delas me inspiram, me ajudam, me desafiam e me encorajam a ser cada dia uma pessoa melhor. Agradeço por me proporcionar saúde, segurança, conforto, paz e alegria.

Ao meu orientador do curso de Pós-Graduação nível Mestrado e Doutorado, Professor Dr. **André Figueiredo Reis**, pelos ensinamentos científicos e clínicos compartilhados. Agradeço pela paciência, dedicação e pelas oportunidades ao longo destes seis anos de convívio. Meu sentimento é de orgulho em conhecer e conviver com seu profissionalismo, dedicado à Ciência e Pesquisa Odontológica, que tanto trás de benefícios à nossa profissão. Sou privilegiado em dispor de sua amizade. Além de um exemplo de professor, uma excelente pessoa que levarei em meu pensamento para o resto da vida.

Ao **Programa de Pós-Graduação nível Mestrado e Doutorado da UnG Universidade**. Agradeço pela qualidade e excelência do curso de Doutorado realizado e, por todas as oportunidades concedidas para o crescimento profissional.

Às coordenadoras do Programa de Pós-Graduação na pessoa da Professora **Dra. Magda Feres** e Professora **Dra. Luciene C. de Figueiredo** pela competência em manter um curso de tamanha excelência.

Aos professores do Programa de Pós-Graduação nível Mestrado e Doutorado da UnG Universidade: **Magda Feres, Luciane Cristina de Figueiredo, José Augusto Rodrigues, Alessandra Cassoni Ferreira, Marina Guimarães Roscoe, Bruno Bueno Silva, Jamil Awad Shibli, Poliana Mendes Duarte, Marcelo de Faveri, Marta Ferreira Bastos, Gabriela Giro Araújo.** Meus sinceros agradecimentos por repassarem, ao longo destes anos, seus conhecimentos e experiências. Com certeza cada um de vocês contribuiu muito para a formação de um Doutor.

A todos os amigos de Mestrado e Doutorado, em especial ao amigo/irmão **Roberto César do Amaral**, que abriu novas portas e oportunidades na minha vida docente. Obrigado por dividirmos, não apenas o quarto do hotel, mas experiências de vida profissional e pessoal. Aprendemos muito um com o outro e, os momentos que passamos juntos durante o curso fortaleceram nossos laços de amizade. À **Rose Yakushijin Kumagai**, meu agradecimento pela disposição em ajudar na execução deste trabalho: seu futuro é certo e promissor.

À funcionária do Programa de Pós-Graduação da UnG Universidade, **Samantha Carvalho**, pelo auxílio, paciência e disponibilidade em solucionar problemas do dia a dia.

Agradeço à Universidade do Oeste de Santa Catarina em nome do magnífico reitor **Dr. Aristides Cimadon** e, da ex-coordenadora do curso de Odontologia, professora **Andrea Gallon**. Minha gratidão pelas oportunidades profissionais, por acreditarem em meu trabalho e facilitarem com um incondicional apoio as ausências da instituição para realização do curso de Doutorado.

Aos meus irmãos **Ronaldo Hirata, Cristian Higashi e Antônio Setsuo Sakamoto Junior**, pelo companheirismo diário no aprendizado e aperfeiçoamento clínico e docente dentro da Odontologia Restauradora e Estética. Sou e serei eternamente grato por compartilhar da presença de vocês no dia a dia de uma clínica odontológica.

A todos os familiares que, de alguma forma, contribuíram para esta conquista. Aos meus avós, **Miguel Ilkiu Filho e Geni Ilkiu**, pelos momentos felizes que passamos juntos e, pela oportunidade de ainda poder conviver com vocês. Aos meus avós, **José Odilon Ehlers e Jandira Lopes Ehlers**, in memoriam, sou grato por ter tido a oportunidade de conhecê-los. Infelizmente nosso tempo juntos foi curto: a saudade dói!

Aos amigos, alunos e orientandos. Em especial a **Guilherme Barella e Jéferson Bruno Martins**, minha gratidão pela ajuda dispendida durante os cursos. Vejo em vocês o que fui um dia e, espero que o futuro de vocês seja repleto de Luz.

E, por fim, mas não menos importante, aos meus pais, **Luís Felípides Ilkiu e Maira Ester Ehlers Ilkiu**, por toda dedicação dispendida para minha criação e educação, objetivando as melhores situações para minha formação pessoal e profissional. Espero estar proporcionando um momento de alegria e enobrecimento de nossa família. E, ao meu irmão e afilhado, **Rafael Ehlers Ilkiu**, agradeço pela paciência e amizade. Espero estar acrescentando ao seu futuro pessoal e profissional e, que seja melhor e mais amplo que o meu.

“A ciência nunca resolve um problema sem criar pelo menos outros dez”.

(George Bernard Shaw)

“...Se você quiser alguém em quem confiar,
Confie em si mesmo,
Quem acredita sempre alcança”.

(Renato Russo)

RESUMO

Foram realizados dois estudos com o objetivo de avaliar: (1) o efeito de diferentes agentes contaminantes; (2) envelhecimento por termociclagem; (3) protocolos de lavagem e; (4) aplicação de sistema adesivo na resistência de união por cisalhamento de uma cerâmica reforçada por dissilicato de lítio pré-silanizada. Discos cerâmicos foram condicionados com ácido hidrofúorídrico a 10% durante 20 segundos e, posteriormente, receberam uma camada do agente de união silano. As amostras foram distribuídas aleatoriamente de acordo com os diferentes agentes contaminantes (sem contaminação, lavagem com água, contaminação por pasta de glicerina, saliva e gesso) e o tempo de armazenamento (24 horas e após 500 ciclos térmicos); temperaturas de lavagem do silano (sem lavagem, água a 25°C ou água a 55°C) e aplicação do sistema adesivo (sem adesivo e com adesivo hidrófobo). Foram utilizados tubos Tygon de 1 milímetro de diâmetro e 3 milímetros de altura para aplicação de uma resina composta de baixa viscosidade. Quatro cilindros de resina composta foram feitos em cada disco cerâmico e fotoativados por aparelho LED durante 40 segundos. A resistência ao cisalhamento (SBS) foi realizada em uma máquina de ensaio universal (1mm/min). Os resultados foram analisados estatisticamente por ANOVA a dois critérios e teste de Tukey ($p < 0,05$). A limpeza do silano por água não afetou significativamente os valores de resistência de união, enquanto que a contaminação por saliva reduziu significativamente os valores de resistência de união. A termociclagem reduziu significativamente a resistência de união para todos os grupos. No entanto, após a termociclagem, com exceção do grupo contaminado com saliva, os demais grupos apresentaram valores significativamente maiores que o grupo controle. Quanto à temperatura de lavagem do agente de união silano, a utilização de água a 55°C promoveu os melhores resultados de resistência de união, independente da aplicação do sistema adesivo. Quanto à aplicação de sistema adesivo hidrófobo, observou-se que a aplicação após a silanização promoveu melhores médias de resistência de união.

Palavras-chave: Dissilicato de lítio; Silano; Saliva; Resistência ao cisalhamento.

ABSTRACT

Were performed two studies with aims to evaluate: (1) the effect of different contaminants; (2) aging for thermocycling; (3) cleaning protocols and; (4) adhesive system application in the shear bond strength of a pre-silanized lithium disilicate reinforced ceramics. Ceramic discs were conditioned with 10% hydrofluoric acid during 20 seconds and thereafter received a layer of the silane coupling agent. The samples were randomly distributed according to the different contaminants (without contamination, cleaning with water, contamination by paste of glycerin, saliva and gypsum) and storage time (24 hours and after 500 thermal cycles); cleaning temperatures of the silane (without cleaning, water at 25°C or water at 55°C) and application of the adhesive system (without adhesive and with hydrophobic adhesive). Tygon tubes 1-mm in diameter and 3-mm high were used for the application of a composite resin of low viscosity. Four composite resin cylinders were made in each ceramic disc and photoactivated by LED for 40 seconds. Shear bond strength (SBS) was performed on a universal testing machine (1mm/min). The results were statistically analyzed by 2-way ANOVA and Tukey test ($p < 0.05$). Rinsing with water did not affect SBS values in relation to the other methods of contamination, while the contamination by saliva significantly reduced SBS values. Thermocycling significantly reduced bond strength for all groups. However, except for saliva contamination, the other groups presented significantly higher SBS than the control group. As for the cleaning temperature of the silane coupling agent, the use of water at 55°C promoted the highest bond strength values, independent of the application of the adhesive system. As for the application of hydrophobic adhesive system, it was observed that its application after silanization produced higher better bond strength values.

Keywords: Lithium disilicate; Silane; Saliva; Shear bond strength.

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO.....	12
2. PROPOSIÇÃO.....	18
3. DESENVOLVIMENTO.....	19
3.1 Capítulo 1 - Efeito de agentes contaminantes e envelhecimento por termociclagem na resistência de união a uma cerâmica reforçada por dissilicato de lítio pré-silanizada.....	19
3.2 Capítulo 2 - Efeito de diferentes protocolos de lavagem e sistema adesivo hidrófobo na resistência de união a uma cerâmica reforçada por dissilicato de lítio pré-silanizada.....	43
4. CONCLUSÃO.....	67
REFERÊNCIAS.....	68

1. INTRODUÇÃO

Os consultórios odontológicos vivenciam um crescente aumento no número de pacientes que solicitam melhorias na naturalidade, harmonia e, principalmente, estética do sorriso (Guess et al., 2011; Wang et al., 2015), que resulta muitas vezes na escolha pelo uso de cerâmicas odontológicas, as quais são unidas às estruturas dentárias por meio de cimentos resinosos.

O que difere as atuais cerâmicas condicionáveis é a quantidade e tipo dos constituintes inorgânicos inseridos na matriz vítrea (Kina & Bruguera et al., 2007). A fase cristalina delimita o tipo e a resistência de cada tipo cerâmico, como por exemplo as cerâmicas feldspáticas, reforçadas por leucita e as reforçadas por dissilicato de lítio, as quais apresentam diferentes valores de resistência flexural (Kina & Bruguera et al., 2007).

A cerâmica reforçada por dissilicato de lítio foi introduzida no mercado odontológico na década 90 e é um dos sistemas cerâmicos mais utilizados (Fasbinder et al., 2010; Pieger et al., 2014). A cerâmica de dissilicato de lítio é composta por uma matriz vítrea de sílica e por cristais de óxido de lítio, o que proporciona boa estabilidade química e biocompatibilidade e, principalmente, excelentes propriedades mecânicas, comprovada pela alta resistência flexural (de 350 a 450 MPa) (Fabisnder et al., 2010; Guess et al., 2011).

Esse sistema cerâmico tem mais de uma apresentação: pode ser por pastilhas cerâmicas que são utilizadas na forma de fresagem pelos sistemas CAD/CAM existentes (IPS e.max/CAD, Ivoclar Vivadent) ou, por pastilhas cerâmicas que são utilizadas na forma de injeção (IPS e.max Press, Ivoclar

Vivadent).

Do mesmo modo que ocorre com as estruturas dentárias de esmalte e dentina, a adesão às cerâmicas odontológicas condicionáveis só é possível pela penetração e embricamento mecânico dos monômeros, os quais são polimerizados no interior da estrutura da cerâmica (Nikolaus et al., 2013). Para a formação de uma adequada adesão entre materiais poliméricos e cerâmica, as restaurações cerâmicas condicionáveis devem ser tratadas com ácido hidrofluorídrico e, posteriormente, aplicado um agente de acoplamento silano (Dumfahrt, 1999; Fradeani et al., 2002; Frankenberger et al., 2008; Nikolaus et al., 2013). O ácido hidrofluorídrico cria micro-porosidades no material cerâmico e o agente de união silano tem o duplo objetivo de se aderir à sílica do material cerâmico e, ao mesmo tempo, ao grupo metacrilato do compósito (Nikolaus et al., 2013; Borges et al., 2003). Além disso, a adesão das restaurações totalmente cerâmicas aos substratos dentários tornou-se possível por meio do desenvolvimento constante dos sistemas adesivos e cimentos resinosos (Braga et al., 1999; Piwowarczyk et al., 2004).

A formação de micro-porosidades na superfície das cerâmicas vítreas pode ser por meio do tratamento mecânico, com a utilização do jato de óxido de alumínio, ou pelo tratamento químico, que compreende a utilização do ácido hidrofluorídrico em concentrações que variam de 5% a 10% ou, ainda, pela associação de ambos os tipos de tratamentos (Steinhauser et al., 2014). Resíduos internos são formados, causando a obstrução das micro-porosidades criadas após o condicionamento superficial das cerâmicas, podendo afetar a resistência de união do complexo resina-cerâmica após a

adesão. A remoção destes resíduos deve ser realizada (Steinhauser et al., 2014) por meio da utilização da cuba ultrassônica (Cotes et al., 2013) ou a utilização de ácido fosfórico a 37%, ou da combinação de ambos (Steinhauser et al., 2014).

Indispensável também se faz a aplicação de um agente de união silano, que é um agente de união bifuncional, pois tem a função de se aderir a compostos orgânicos e inorgânicos (Matinlinna et al., 2007). Ele é um monômero no qual o silício está ligado a radicais orgânicos reativos e a grupamentos monovalentes hidrolisáveis. Os radicais orgânicos reativos ligam-se quimicamente com as moléculas monoméricas, como o Bis-GMA e TEGMA, encontrados nos sistemas adesivos e compósitos (Luo et al., 2001). O silano mais comumente usado em aplicações dentárias é o γ -metacriloxipropiltrimetoxisilano (γ -MPTS), podendo ser apresentado como soluções monofásicas pré-ativadas ou sistemas de dois componentes que têm de ser misturados para iniciar a reação de hidrólise. As soluções de silano pré-ativadas são constituídas por três ingredientes: um agente de acoplamento de silano, um componente ácido e um solvente, usualmente etanol (Hooshmand et al., 2004). Com relação à união resina/cerâmica a longo prazo, foi referido que o silano de componente único é superior ao sistema de dois componentes (Stokes et al., 1988). Contudo, a estabilidade dos iniciadores dos silanos pré-ativados parecem estar comprometidos e a vida útil é limitada devido à formação de oligômeros (Matsumara et al., 1997). De acordo com Lise et al. (2015), as moléculas do agente de acoplamento silano interagem com a sílica presente na cerâmica reforçada por dissilicato de lítio e, ao mesmo tempo, com as moléculas de metacrilato presentes nos sistemas adesivos e cimentos

resinosos. No entanto, o silano forma três tipos de camadas diferentes após sua aplicação sobre a superfície cerâmica, sendo que apenas uma delas, a monocamada (região mais próxima da superfície do vidro), é considerada de maior estabilidade hidrolítica e essencial para a resistência de união à cerâmica, tendo ligações cruzadas mais frequentes e uniforme, formando uma rede tridimensional regular; enquanto que as duas outras camadas formadas (maior parte do silano) não contribuem significativamente para a resistência de união (Hooshmand et al., 2002). A camada mais externa possui inúmeros oligômeros, resultando em uma fraca união siloxana, podendo ser removida por meio de solvente orgânico ou água; o mesmo acontece com a camada intermediária, que pode ser removida com a utilização de água fervente (Hooshmand et al., 2012).

Os tratamentos de superfície da cerâmica e a silanização tem sido os procedimentos mais recomendados para melhora da adesão (Steinhauser et al., 2014; Cotes et al., 2013). No entanto, se um dos passos não for corretamente aplicado ou for negligenciado, o sucesso da adesão final e a durabilidade poderão ser comprometidos (Kalavacharla et al., 2015).

Muitos laboratórios de prótese dentária, principalmente nos Estados Unidos da América, condicionam a superfície interna das cerâmicas vítreas com ácido hidrofúorídrico e, aplicam o agente de união silano, antes de enviar ao cirurgião-dentista. No entanto, durante os procedimentos de prova clínica da restauração cerâmica, pode-se causar a contaminação pela água (ao lavar a restauração cerâmica), por gesso (ao testar a adaptação no modelo de gesso), pelas pastas de glicerina para teste de cor (ao escolher a cor do cimento que será utilizado para a cimentação), bem como pela saliva (durante

a prova intra-oral da restauração cerâmica), as quais podem comprometer a resistência de união do cimento resinoso à cerâmica. O efeito da contaminação do silano por pastas de glicerina para prova de cor, na resistência de união, não foi reportado pela literatura. O efeito da contaminação do silano por gesso foi reportado por Swift et al. (1995), mas para a cerâmica feldspática. O efeito da lavagem com água do agente de união silano já foi descrita pela literatura (Nikolaus et al., 2013). Sabe-se que a saliva afeta a resistência de união, pois deposita um revestimento orgânico aderente na restauração que é resistente à lavagem (Rosenstiel et al., 1995). Por esta razão, a superfície cerâmica contaminada deve ser limpa antes dos procedimentos de adesão e cimentação.

Após a aplicação do agente de união silano, pode-se aplicar um sistema adesivo (hidrófobo ou hidrófilo) sobre a superfície cerâmica, independente da presença de silano na composição do adesivo. Alguns clínicos evitam a aplicação de uma camada adesiva previamente a cimentação, preocupados com a espessura dessa camada e sua possível interferência na adaptação da peça protética. No entanto, é questionável a capacidade do cimento resinoso em penetrar nas irregularidades criadas pelo condicionamento ácido (Nikolaus et al., 2013). Segundo Kavalacharla et al. (2015), a aplicação de silano antes de um sistema adesivo universal, produziu uma maior resistência de união. O objetivo da aplicação prévia de uma resina hidrofóbica fluida é criar um embricamento mecânico entre resina hidrofóbica e cerâmica condicionada para aumentar a resistência de união.

De acordo com Nikolaus et al. (2013), quanto maior o tempo de armazenamento das amostras pré-silanizadas, menores podem ser os

resultados de resistência de união devido à susceptibilidade da união adesiva à hidrólise. O armazenamento destas amostras em água e a termociclagem são descritos como prejudiciais à união silano-cerâmica, pois simulam o envelhecimento *in vitro* (Nikolaus et al., 2013).

2. PROPOSIÇÃO

Os objetivos deste trabalho foram avaliar o efeito de diferentes agentes contaminantes, envelhecimento por termociclagem, protocolos de lavagem e aplicação de sistema adesivo na resistência de união a uma cerâmica reforçada por dissilicato de lítio pré-silanizada. Desta forma, foram realizados dois estudos para:

- Avaliar o efeito da contaminação de uma cerâmica reforçada por dissilicato de lítio pré-silanizada por água, pasta de glicerina para prova de cor, saliva e gesso na resistência de união após 24 horas de armazenamento a 37°C e 500 ciclos térmicos.
- Avaliar o efeito de diferentes temperaturas de lavagem e aplicação de sistema adesivo na resistência de união em uma cerâmica reforçada por dissilicato de lítio pré-silanizada.

3. DESENVOLVIMENTO

3.1. Capítulo 1

**Efeito de agentes contaminantes e envelhecimento por termociclagem
na resistência de união a uma cerâmica reforçada por dissilicato de lítio
pré-silanizada**

Rodrigo Ehlers Ilkiu^{1,2}, Rose Yakushijin Kumagai², André Figueiredo Reis²

¹ Universidade do Oeste de Santa Catarina

² Centro de Pós-Graduação e Pesquisa, UnG Universidade

Corresponding author:

André Figueiredo Reis

CEPPE, UnG Universidade

Praça Tereza Cristina, 229 Guarulhos, SP, CEP 07023-070 Brazil.

Phone/Fax: +55 11 24641758.

ABSTRACT

The aim of this study was to evaluate the effect of different contaminants on the microshear bond strength of a pre-silanized lithium disilicate reinforced glass ceramic (IPS e.max Press, Ivoclar Vivadent AG, Schaan, Liechtenstein). Fifty ceramic disks were etched with 10% hydrofluoric acid during 20 seconds and were silanized (Monobond Plus, Ivoclar Vivadent AG). Samples were randomly distributed in 5 groups according to different contaminants: no silane contamination (control); rinsing with distilled water; contamination by try-in paste; contamination by saliva; and contamination by gypsum. Afterwards, they were divided into 2 subgroups, according to 24 hours of storage or thermocycling regimen (500 cycles of 5 and 55°C) (n=5). Tygon tubes of 1-mm diameter and 3-mm height were used for application of a low-viscosity composite resin. Four resin composite cylinders were made on each ceramic disk and were light-cured by LED for 40 seconds. Microshear bond strength test (MSBS) was carried out on a universal testing machine (1mm/min). Results were statistically analyzed by 2-way ANOVA and Tukey test ($p < 0.05$). After 24 hours of storage in distilled water, saliva contamination produced the lowest bond strength values ($p < 0,05$). Thermocycling significantly reduced SBS values for all groups. After thermocycling, control groups and saliva contamination presented SBS values significantly lower than groups that contacted water, try-in paste and gypsum. In 24 hours of storage or after thermocycling, the silane cleaning by water did not presented significantly lower values in relation to the other groups. Groups that were contaminated by saliva obtained significantly lower bond strength values.

Keywords: Lithium disilicate; Silane; Saliva; Shear bond strength.

INTRODUÇÃO

Atualmente, vivemos nos tempos da Odontologia Adesiva, que é aplicada em inúmeros procedimentos clínicos restauradores. A cimentação adesiva de restaurações cerâmicas visa a obtenção de um corpo único final formado pela união entre a restauração e a estrutura dentária remanescente, permitindo melhor distribuição das cargas durante a mastigação e, conseqüentemente, diminuindo o risco de fratura da restauração e do dente. A cimentação adesiva de restaurações totalmente cerâmicas é necessária para uso clínico, sendo que diversos estudos têm documentado o sucesso a longo prazo das restaurações cerâmicas aderidas aos substratos dentários (Blatz, 2002; Dumfahrt, 1999; Fradeani et al., 2002; Frankenberger et al., 2008; Krämer et al., 2008; Stoll et al., 2007).

Para a cimentação adesiva, as restaurações de cerâmicas vítreas têm de ser pré-condicionadas com ácido hidrófluorídrico e, posteriormente, receberem um agente de união silano para melhorar a resistência de união (Barghi, 2000; Bona et al., 2000). O ácido hidrófluorídrico de 5 a 10% ataca a fase vítrea da cerâmica, criando micro-porosidades dissolvendo a superfície à profundidade de 20 a 40 micrômetros, expondo a fase cristalina da cerâmica (Borges et al., 2003). O agente de união silano apresenta características bifuncionais, promovendo uma interação química entre a sílica da fase vítrea do material cerâmico e o grupo metacrilato do material resinoso por ligações de siloxano (Söderholm et al., 1993).

Comumente, os tratamentos com ácido hidrófluorídrico e silanização das cerâmicas vítreas é feito antes da cimentação pelo próprio cirurgião-

dentista, o que demanda tempo clínico e aumenta o tempo de cadeira para o paciente. Uma opção seria o pré-tratamento pelo laboratório de prótese dentária antes da entrega da restauração, com o objetivo de diminuir o tempo clínico. No entanto, nos casos em que o laboratório de prótese dentária entrega as restaurações pré-condicionadas e pré-silanizadas, a contaminação da superfície cerâmica pré-silanizada por água, pasta de glicerina para prova de cor, saliva e gesso pode ocorrer, o que pode acarretar em comprometimento da resistência de união à cerâmica (Nikolaus et al., 2013; Swift et al., 1995; Rosenstiel et al., 1995).

Portanto, os objetivos deste estudo foram avaliar o efeito de diferentes agentes contaminantes da superfície cerâmica pré-condicionada pelo ácido hidrófluorídrico e pré-silanizada, de uma cerâmica reforçada por dissilicato de lítio, na resistência de união ao teste de micro-cisalhamento quando unida a uma resina composta. Adicionalmente, avaliou-se o efeito do envelhecimento por meio da termociclagem sobre a resistência de união.

As hipóteses nulas testadas foram: (1) a contaminação da superfície de uma cerâmica pré-silanizada por diferentes agentes contaminantes não afeta a resistência de união e; (2) o envelhecimento não afeta a resistência de união a uma cerâmica pré-silanizada submetida a diferentes agentes contaminantes.

MATERIAIS E MÉTODOS

Preparo das amostras

Cinquenta discos cerâmicos reforçados por dissilicato de lítio (IPS e.max Press, Ivoclar Vivadent AG, Schaan, Liechtenstein), medindo 13

milímetros de diâmetro e 7 milímetros de espessura, foram preparados por processo de injeção de acordo com as instruções do fabricante. Após arrefecimento, todos os discos foram removidos do material de revestimento, sendo uma de suas superfícies polida em politriz sob refrigeração com água com sistema personalizado de papéis abrasivos (CarbiMet®, Buehler, Illinois, USA) com diminuição do grão (#320, #400 e #600). Em seguida, a superfície polida de todos os discos foi condicionada com ácido hidrófluorídrico (Condicionador de Porcelanas 10%, Dentsply, Petrópolis, Brasil) durante 20 segundos, seguido de lavagem abundante com água destilada durante 10 segundos. Após, todos os discos cerâmicos foram levados em um recipiente béquer de vidro transparente submersos em álcool absoluto (Sigma-Aldrich Brasil LTDA, São Paulo, Brazil) à uma cuba ultrassônica (Limp Sonic, Embrasol Tec, São Paulo, Brasil) durante cinco minutos, para limpeza. Em seguida, todos os discos cerâmicos foram secos com jatos de ar durante 10 segundos e, na superfície previamente polida, aplicado o agente de união silano (Monobond Plus, Ivoclar Vivadent AG, Schaan, Liechtenstein) com micro-pincel, aplicando uma fina camada na superfície tratada, deixando o material reagir durante 60 segundos. Em seguida, com um forte jato de ar durante 30 segundos, removeu-se todo o excesso remanescente.

Os discos cerâmicos foram distribuídos aleatoriamente em 5 grupos (n=10) de acordo com o protocolo de contaminação do agente de união silano e subdivididos de acordo com o envelhecimento por meio da ciclagem térmica:

G1 (controle) e G6 (controle termociclagem) – apenas aplicação do silano e confecção dos tubos com resina composta de baixa viscosidade;

G2 (24 horas) e G7 (termociclagem) – aplicação do silano, seguido de lavagem com água destilada durante 10 segundos, secagem com jatos de ar durante 10 segundos e confecção dos tubos com resina composta de baixa viscosidade;

G3 (24 horas) e G8 (termociclagem) – aplicação do silano, seguido de contaminação com pasta de glicerina transparente (Variolink N Try-In, Ivoclar Vivadent) durante 1 minuto, lavagem com água destilada durante 10 segundos, secagem com jatos de ar durante 10 segundos e confecção dos tubos com resina composta de baixa viscosidade;

G4 (24 horas) e G9 (termociclagem) – aplicação do silano, seguido de contaminação com saliva natural durante 1 minuto, lavagem com água destilada durante 10 segundos, secagem com jatos de ar durante 10 segundos e confecção dos tubos com resina composta de baixa viscosidade;

A saliva foi coletada de um autor saudável, que se absteve de comer e beber 2 horas antes do procedimento de coleta. A saliva foi depositada sobre a superfície da cerâmica previamente condicionada e silanizada, permanecendo em contato durante 1 minuto. Após este tempo, a superfície da cerâmica foi lavada com água destilada durante 10 segundos e, seca com jatos de ar durante 10 segundos.

G5 (24 horas) e G10 (termociclagem) – aplicação do silano, contaminação esfregando o disco cerâmico em um movimento de meia volta, no sentido horário e anti-horário, em uma placa de gesso, lavagem com água destilada durante 10 segundos, secagem com jatos de ar durante 10 segundos e confecção dos tubos com resina composta de baixa viscosidade;

Em seguida, foram utilizados tubos Tygon de 1 milímetro de diâmetro e 3 milímetros de altura para aplicação de uma resina composta de baixa viscosidade (Surefil SDR Flow, Dentsply De Trey). Quatro cilindros de resina composta perpendiculares ao disco cerâmico foram feitos em cada disco e fotoativados simultaneamente usando um aparelho LED (BluePhase N, Ivoclar Vivadent), com radiância de 1.200 mW/cm^2 aferido por radiômetro digital (Hilux LedMax) durante 40 segundos. Em seguida, os tubos Tygon foram cuidadosamente removidos utilizando uma lâmina de bisturi e pinça cirúrgica. As amostras restauradas foram imersas em água destilada a 37°C durante 24 horas [G1 (controle), G2, G3, G4, G5], ou foram submetidas a 500 ciclos térmicos (Biocycle, Biopdi, São Carlos, Brasil) de 5°C a 55°C (G6, G7, G8, G9, G10), por meio do preenchimento da câmara com água em cada temperatura por 30 segundos.

Tabela 1. Materiais, fabricantes, lote e composição.

MATERIAL / FABRICANTE / LOTE	COMPOSIÇÃO
<p>Cerâmica reforçada por dissilicato de lítio</p> <p>IPS e.max Press (Ivoclar Vivadent AG, Schaan, Liechtenstein)</p>	<p>SiO₂, Li₂O, K₂O, P₂O₅, ZrO₂, ZnO, outros óxidos e pigmentos cerâmicos.</p>
<p>Ácido hidrofúorídrico</p> <p>Condicionador de Porcelanas 10%, Dentsply, Petrópolis, Brasil)</p> <p>Lote: 098141H</p>	<p>Ácido hidrofúorídrico 10%.</p>
<p>Etanol</p> <p>Etanol absoluto (Sigma-Aldrich Brasil LTDA, São Paulo, Brasil)</p>	<p>Álcool etílico.</p>
<p>Agente de união silano</p> <p>Monobond Plus (Ivoclar Vivadent AG, Schaan, Liechtenstein)</p> <p>Lote: U29879</p>	<p>Solução alcoólica de metacrilato de silano, metacrilato do ácido fosfórico e metacrilato de sulfeto.</p>
<p>Pasta de glicerina para prova de cor</p> <p>Variolink ® N Try-In (Ivoclar Vivadent AG, Schaan, Liechtenstein)</p> <p>Lote: U28899</p>	<p>Glicerina, carga de materiais minerais e corantes.</p>
<p>Resina composta de baixa viscosidade Bulk-fill</p> <p>SureFil SDR Flow (Dentsply De Trey, Milford, USA)</p> <p>Lote: 1508000843</p>	<p>Vidro de bário boro flúor alumínio silicato, vidro de estrôncio alumínio flúor silicato; resina dimetacrilato uretano modificada; bisfenol A dimetacrilato etoxilado (EBPADMA); trietilenoglicol dimetacrilato (TEGDMA); canforoquinona (CQ) como fotoiniciador; butil hidroxi tolueno; estabilizantes UV; dióxido de titânio; pigmentos de óxido de ferro. (68% em peso).</p>

Legenda: SiO₂, dióxido de silício; Li₂O, óxido de lítio; K₂O, óxido de potássio; P₂O₅, pentóxido de fósforo; ZrO₂, dióxido de zircônio; ZnO, óxido de zinco.

Resistência de união ao teste de microcisalhamento

Após 24 horas de armazenamento em água destilada a 37°C, os espécimes foram montados em uma máquina de ensaio universal (EZ Test, Shimadzu Corp, Kyoto, Japão), equipada com um fio ortodôntico paralelo à interface de união e, operado a uma velocidade de 1mm/min até que a fratura dos espécimes ocorresse. A carga de tração máxima foi dividida pela área transversal da amostra para expressar resultados em unidades de tensão (MPa). O valor médio obtido a partir dos quatro cilindros de resina composta testados em cada disco foi considerado para cada disco cerâmico (n=5). O mesmo procedimento de teste foi realizado nos demais grupos que passaram pelo envelhecimento por meio da ciclagem térmica.

Padrão de fratura

Os modos de falhas foram determinados por exame dos espécimes fraturados com microscópio óptico (PanTec, Panambra Ind. E Tecnica S.A., São Paulo, Brasil) com magnificação de 50X. Os modos de falhas na interface fraturada foram classificados em três tipos: falha coesiva em cerâmica, falha adesiva entre a cerâmica e resina composta ou falha coesiva na resina composta. Foi registrada a porcentagem de cada tipo de falha em cada grupo (Kumagai et al., 2015).

Análise estatística

Os dados da resistência de união ao teste de microcisalhamento foram analisados estatisticamente por two-way ANOVA, considerando os fatores "contaminação do agente de união silano" em cinco níveis e "envelhecimento

por ciclagem térmica” em dois níveis, seguido do teste de Tukey para comparação das médias. Todas as análises foram realizadas considerando um nível de significância de 5%.

RESULTADOS

Os valores médios de resistência de união, desvio padrão e diferenças significativas estão apresentados na Tabela 2. Two-way ANOVA revelou diferenças significativas para o fator "contaminação" ($p=0,00001$), para o fator "envelhecimento" ($p=0,00001$) e, para a interação entre os fatores ($p=0,00011$).

Tabela 2. Valores de resistência de união (MPa) produzidos pelos diferentes grupos após 24 horas de armazenamento em água destilada a 37°C e envelhecimento por meio de ciclagem térmica.

	24 HORAS			TERMOCICLAGEM				
CONTROLE	G1	31,53	(4,4)	Aa	G6	7,88	(1,5)	Bb
ÁGUA	G2	30,02	(3,1)	ABa	G7	14,92	(3,0)	Ab
TRY-IN	G3	24,20	(3,8)	Ba	G8	16,68	(6,1)	Ab
SALIVA	G4	13,56	(1,7)	Ca	G9	6,28	(1,9)	Bb
GESSO	G5	26,76	(4,0)	ABa	G10	14,57	(3,7)	Ab

Letras distintas (minúsculas – linhas, maiúsculas – coluna) diferem entre si pelo teste de Tukey ao nível de significância de 5%.

Após 24 horas de armazenamento em água destilada a 37°C, o grupo controle apresentou a maior média de valor de resistência de união, no entanto, sem diferença significativa quando comparado aos grupos que tiveram contato com água e gesso ($p>0,05$). O grupo que teve contato com pasta de glicerina *try in* apresentou valores de resistência de união sem diferença significativa com os grupos que tiveram contato com água e gesso ($p>0,05$), no entanto, com diferença significativa com o grupo que teve contato com saliva ($p<0,05$).

O grupo que sofreu contaminação por saliva, apresentou valores de resistência de união significativamente mais baixos após 24 horas de armazenamento em água destilada ($p < 0,05$).

Todos os grupos submetidos à termociclagem apresentaram uma redução significativa nos valores de resistência de união em comparação aos grupos que foram armazenados em água destilada durante 24 horas ($p < 0,05$).

Após a termociclagem, os grupos que tiveram contato com água, pasta de glicerina e gesso, apresentaram os maiores valores de resistência de união, sem diferença significativa entre eles ($p > 0,05$). Os menores valores de resistência de união após a termociclagem foram observados para o grupo controle e para o grupo contaminado com saliva, no entanto, sem diferença significativa entre eles ($p > 0,05$).

Os resultados para a análise do modo de falha estão apresentados na Figura 1. As imagens representativas para cada tipo de falha estão apresentadas nas Figuras 2 a 4. Em todos os grupos, a maior porcentagem de falha foi adesiva (entre resina composta e cerâmica), seguida da falha coesiva em resina composta, que também foi observada em todos os grupos. A falha coesiva em cerâmica foi a menos predominante e, presente somente no grupo que recebeu lavagem do agente de união silano com água após armazenamento por 24 horas em água destilada a 37°C.

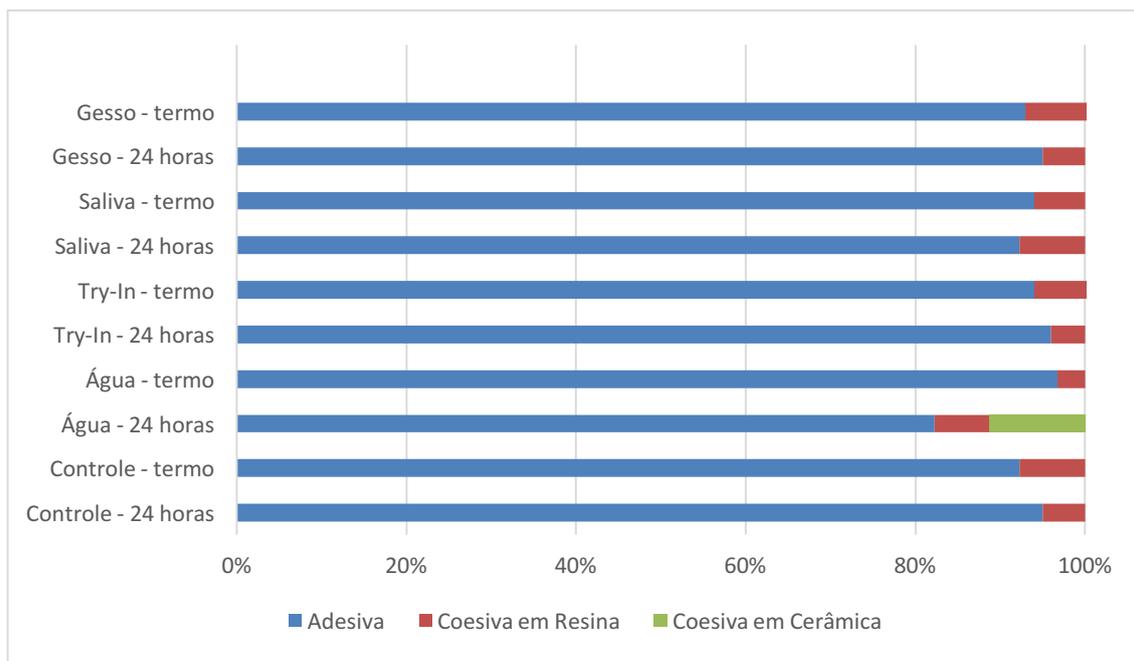


Figura 1 - Gráfico representativo da distribuição do padrão de falhas (%) entre os grupos após 24 horas e 500 ciclos térmicos.

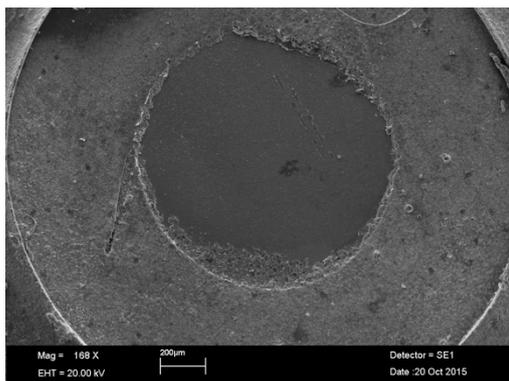


Figura 2 - Imagem predominantemente de falha adesiva.

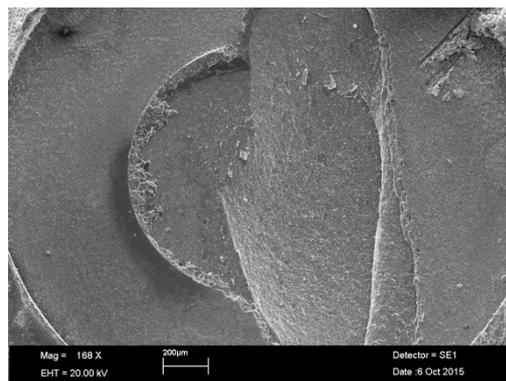


Figura 3 - Imagem representativa de falhas coesiva em cerâmica e adesiva.

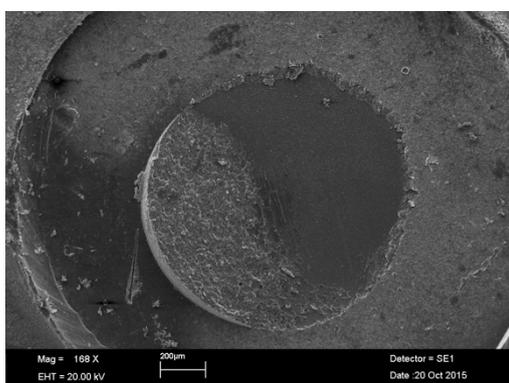


Figura 4 - Imagem representativa de falhas coesiva em resina composta e adesiva.

DISCUSSÃO

Para este estudo, foi escolhido o teste de micro-cisalhamento por ser o mais adequado para avaliar a resistência de união quando se utilizam materiais frágeis tais como cerâmicas e esmalte dentário, em que os espécimes não necessitam de seccionamento (Zohairy et al., 2010; Armstrong et al., 2010; Nikolaus et al., 2013). O seccionamento de materiais frágeis para testes de resistência de união pode resultar em um grande número de falhas coesivas, devido à ocorrência de microtrincas no substrato que podem favorecer este

tipo de falha (El Zohairy et al., 2010; Armstrong et al., 2010; Nikolaus et al., 2013).

No presente estudo, após 24 horas de armazenamento em água destilada, o grupo contaminado por pasta de glicerina apresentou valores significativamente menores que o grupo controle e contaminado por água e gesso. O grupo contaminado por saliva obteve os menores valores de resistência de união, com diferença significativa em relação aos demais grupos testados, o que nos leva a rejeitar a primeira hipótese nula. Após a termociclagem, todos os grupos produziram uma redução significativa nos valores de resistência de união em comparação aos grupos que foram armazenados em água destilada durante 24 horas, nos levando a rejeitar a segunda hipótese nula. O objetivo principal da termociclagem é reproduzir o estresse térmico presente no meio bucal. Devido às diferenças de coeficientes de expansão térmica entre resina composta e cerâmica, a termociclagem também induz um fenômeno de fadiga mecânica e degradação hidrolítica que aceleram o processo de envelhecimento (Nikolaus et al., 2013). De acordo com Nikolaus et al. (2013), quanto maior o tempo de armazenamento das amostras, menores podem ser os resultados de resistência de união devido à susceptibilidade da união adesiva à hidrólise. O armazenamento das amostras em água e a termociclagem são descritos como prejudiciais à união silano-cerâmica. As interfaces silanizadas parecem ser instáveis em condições úmidas, e a adesão do silano deteriora-se sob a umidade atmosférica. Uma vez que as resinas compostas são permeáveis à água, espera-se que a união entre silano e compósito se deteriore por hidrólise ao longo do tempo (Matinlinna et al., 2004).

O silano forma três tipos de camadas diferentes após sua aplicação sobre a superfície cerâmica, sendo que apenas uma delas, a monocamada, é considerada de maior estabilidade e essencial para a resistência de união à cerâmica, enquanto que as duas outras camadas formadas (maior parte do silano) não contribuem significativamente para a resistência de união (Hooshmand et al., 2002). A camada mais externa possui inúmeros oligômeros, resultando em uma fraca união siloxana, podendo ser removida por meio de solvente orgânico ou água; o mesmo acontece com a camada intermediária, que pode ser removida com a utilização de água fervente (Hooshmand et al., 2012). Após a termociclagem, o grupo que foi submetido à lavagem do silano com água destilada e também os grupos contaminados por pasta de glicerina e gesso (que também foram lavados para remoção dos contaminantes), apresentaram valores de resistência de união significativamente maiores em relação ao grupo que não foi submetido a qualquer contaminação, corroborando com os resultados de Hooshmand et al. (2012).

Observou-se, neste estudo, que o valor de resistência de união no grupo que não foi submetido a qualquer tipo de contaminação do agente de união silano foi significativamente maior ao grupo que foi submetido à contaminação do silano por saliva natural, após 24 horas de armazenamento em água destilada. Resultado semelhante foi observado no estudo de Nikolaus et al. (2013). Em contrapartida, após a termociclagem, os valores de resistência de união no grupo que não foi submetido a qualquer tipo de contaminação do agente de união silano não teve diferença significativa em comparação ao grupo que foi submetido à contaminação do silano por saliva natural, o qual

teve a menor média de valor registrada de resistência de união e, com diferença significativa aos demais grupos.

No presente estudo, os grupos que receberam contaminação do agente de união silano por saliva natural (G4 e G9) tiveram valores de resistência de união significativamente menores em relação aos demais grupos, tanto após 24 horas de armazenamento em água destilada, quanto após a termociclagem, respectivamente. Eiriksson et al. (2004) afirmam que a contaminação por saliva é a principal razão para a redução da resistência de união. A saliva afeta a resistência de união, depositando um revestimento orgânico aderente na superfície cerâmica, que é resistente à lavagem. Saliva consiste de proteínas, enzimas, bactérias, detritos de alimentos e materiais orgânicos que têm grupo fosfato (como fosfolipídios) em solução de água. A absorção de proteínas da saliva provavelmente ocorreu na superfície cerâmica depois que a cerâmica entrou em contato com a saliva. Este revestimento não podia ser removido apenas por lavagem com água (Yang et al., 2007; Yang et al., 2008). Portanto, as proteínas presentes na saliva podem afetar a resistência de união da restauração (Dongsri et al., 2013). Em contrapartida, foi observado no estudo de Swift et al. (1995) que a contaminação do silano por saliva não diminuiu significativamente a resistência de união em comparação ao grupo controle, em que o silano não foi contaminado. Solventes orgânicos, tais como álcool ou acetona, são mais indicados para a limpeza da superfície cerâmica pré-silanizada contaminada por saliva (Rosenstiel et al., 1995). Entretanto, alguns estudos concluíram que a limpeza da superfície cerâmica com acetona ou álcool não é capaz de superar os efeitos deletérios da contaminação salivar

(Yang et al., 2008; Nicholls, 1988), podendo resultar em uma diminuição acentuada nos valores de resistência de união (Swift et al., 1995).

Neste estudo, após os procedimentos de contaminação do agente de união silano, a lavagem dos contaminantes foi realizada sempre por água destilada durante 10 segundos, seguido de secagem com jatos de ar durante 10 segundos. Estudos anteriores investigaram métodos de limpeza para evitar o efeito deletério da contaminação por saliva (Aboush, 1998; Bona et al., 1994; Klosa et al., 2009).

Aboush (1998), avaliou o efeito da contaminação por saliva em cerâmica, sendo que uma parte das amostras foram pré-silanizadas uma semana antes da contaminação e, a outra parte permaneceu não silanizada. A contaminação por saliva reduziu significativamente a resistência de união da resina à cerâmica. Observou-se que o método mais eficaz para limpar a superfície contaminada foi tratar a superfície com ácido fosfórico e aplicar uma nova camada de silano. A silanização antes da contaminação da saliva protegia a superfície cerâmica e conduzia a maiores valores de resistência de união.

Em 1988, Nicholls comparou diferentes métodos de limpeza de superfícies cerâmicas contaminadas por saliva, sendo que a limpeza com ácido fosfórico mostrou maiores valores de resistência de união do que a limpeza com acetona. Klosa et al. (2009) mostraram que o ácido hidrofúorídrico a 5% forneceu maiores valores de resistência de união do que outros métodos, quando usado para limpar a cerâmica de dissilicato de lítio contaminada por saliva, entretanto, essa técnica pode enfraquecer o material cerâmico (Ayad et al., 2008).

De acordo com Nikolaus et al. (2013), não existem dados científicos sobre a resistência das camadas de silano à contaminação por saliva. O efeito da aplicação de uma segunda camada de silano após a contaminação também não foi suficientemente investigado.

Para evitar o efeito prejudicial da contaminação da saliva sobre a resistência de união resina-cerâmica, restaurações cerâmicas devem ser condicionadas com ácido hidrofúorídrico e silanizadas após o procedimento de prova clínica (Roulet et al., 1995). No entanto, em alguns casos, as restaurações são provadas clinicamente após a aplicação do agente de união silano, por exemplo, quando entregues pré-condicionadas e pré-silanizadas pelo laboratório de prótese dentária.

Os grupos que foram submetidos à contaminação do silano por gesso (G5 e G10) tiveram médias de valores de resistência de união sem diferença significativa com os grupos G1 e G8, respectivamente, mostrando que a lavagem do contaminante com água destilada foi suficiente para manter adequada a resistência de união. No estudo de Swift et al., (1995), os grupos submetidos à contaminação do silano por gesso produziram valores médios de resistência de união significativamente inferiores aos grupos em que o silano foi contaminado por saliva e luvas de látex, além do grupo controle não contaminado, sendo que os métodos de limpeza impostos (lavagem com água e limpeza com ácido fosfórico a 37%) não melhoraram os valores de resistência de união.

A qualidade da adesão das restaurações cerâmicas não deve ser avaliada apenas pelos valores de resistência de união. Outro indicador importante é a análise dos modos de falhas (Bona et al., 2003; Kern et al.,

1998; Klosa et al., 2009). Neste estudo, os modos de falhas dos grupos experimentais foram investigados por microscópio óptico, registrando a porcentagem de cada tipo de falha em cada grupo, conforme descrito por Kumagai et al. (2015). Observou-se que a principal falha em todos os grupos foi adesiva, mostrando que a resistência de união entre a cerâmica e a resina composta teve níveis inferiores em relação a resistência interna da própria resina composta e da cerâmica, que resultaria em falha coesiva em resina composta e coesiva em cerâmica, respectivamente. No entanto, os trabalhos que apresentam maior porcentagem de falhas coesivas em relação à falha adesiva, tem como causa a realização do teste de micro-tração, com o prévio seccionamento dos discos cerâmicos (Zohairy et al., 2010; Armstrong et al., 2010; Nikolaus et al., 2013).

CONCLUSÃO

- Tanto em 24 horas de armazenamento em água destilada, quanto após a termociclagem, a contaminação do silano por água apresentou significativamente os maiores valores de resistência de união em relação aos demais contaminantes.
- Os grupos que foram submetidos à contaminação do silano por saliva obtiveram significativamente os menores valores de resistência de união.
- A termociclagem reduziu significativamente a resistência de união em todos os grupos.

- Com base nos resultados deste estudo, indica-se realizar a silanização após os procedimentos de prova clínica, com o objetivo de não contaminar as camadas formadas pelo silano ou, evitar a contaminação por saliva durante a prova clínica, caso a superfície interna da cerâmica tenha sido pré-condicionada e silanizada.

REFERÊNCIAS

- Aboush YE. Removing saliva contamination from porcelain veneers before bonding. *J Prosthet Dent.* 1998;80:649–653.
- Armstrong S, Geraldeli S, Maia R, Raposo LH, Soares CJ, Yamagawa J. Adhesion to tooth structure: a critical review of "micro" bond strength test methods. *Dent Mater.* 2010 Feb;26(2):e50-62.
- Ayad MF, Fahmy NZ, Rosenstiel SF. Effect os surface treatment on roughness and bond strength of a heat-pressed ceramic. *J Prosthet Dent.* 2008; 99:123-130.
- Barghi N. To silanate or not to silanate: making a clinical decision. *Compend Contin Educ Dent.* 2000;21:659–662.
- Blatz MB. Long-term clinical success of all-ceramic posterior restorations. *Quintessence Int.* 2002;33:415–426.
- Bona AD, Anusavice KJ, Mecholsky JJ. Failure analysis of resin composite bonded to ceramic. *Dent Mater.* 2003;19:693–699.
- Bona AD, Anusavice KJ, Shen C. Microtensile strength of composite bonded to

hot-pressed ceramics. *J Adhes Dent.* 2000;2:305– 313.

Bona AD, Northeast SE. Shear bond strength of resin bonded ceramic after different try-in procedures. *J Dent.* 1994;22:103–107.

Borges GA, Sophr AM, de Goes MF, Sobrinho LC, Chan DCN. Effect of etching and airborne particle abrasion on the microstructure of different dental ceramics. *J Prosthet Dent.* 2003;89:479–488.

Doungsri J, Arksornnukit M. Effect of cleaning solutions on shear bond strength of resin comente to saliva contaminated lithium disilicate ceramic. *Internacional Graduate Research Conference.* 2013;193-198.

Dumfahrt H. Porcelain laminate veneers. A retrospective evaluation after 1 to 10 years of service: Part I-Clinical procedure. *Int J Prosthodont.* 1999;12:505–513.

Eiriksson SO, Pereira PN, Swift Jr EJ, Heymann HO, Sigurdsson A. Effect of saliva contamination on resin-resin bond strength. *Dent Mater* 2004;20:37-44.

Fradeani M, Redemagni M. An 11-year clinical evaluation of leucite-reinforced glass-ceramic crowns: a retrospective study. *Quintessence Int.* 2002;33:503–510.

Frankenberger R, Taschner M, Garcia-Godoy F, Petschelt A, Krämer N. Leucite-reinforced glass ceramic inlays and onlays after 12 years. *J Adhes Dent.* 2008;10:393–398.

Hooshmand T, Rostami G, Behroozibakhsh M, Fatemi M, Keshvad A, van

- Noort R. Interfacial fracture toughness of different resin cements bonded to a lithium disilicate glass ceramic. *J Dent.* 2012;40(2):139-45.
- Hooshmand T, van Noort R, Keshvad A. Bond durability of the resin-bonded and silane treated ceramic surface. *Dent Mater.* 2002 Mar;18(2):179-88.
- Kern M, Wegner S. Bonding to zirconia ceramic: adhesion methods and their durability. *Dent Mater.* 1998;14:64–71.
- Klosa K, Wolfart S, Lehmann F, Wenz HJ, Kern M. The effect of storage conditions, contamination modes and cleaning procedures on the resin bond strength to lithium disilicate ceramic. *J Adhes Dent.* 2009;11:127–135.
- Krämer N, Taschner M, Lohbauer U, Petschelt A, Frankenberger R. Totally bonded ceramic inlays and onlays after eight years. *J Adhes Dent.* 2008;10:307–314.
- Kumagai RY, Zeidan LC, Rodrigues JA, Reis AF, Roulet JF. Bond Strength of a Flowable Bulk-fill Resin Composite in Class II MOD Cavities. *J Adhes Dent.* 2015 Aug;17(5):427-32.
- Matinlinna JP, Lassila LVJ, Özcan M, Yli-Urpo A, Vallittu PK. An introduction to silanes and their clinical applications in dentistry. *The Intern Journal Of Prosthodont.* 2004;17(2):155-164.
- Nicholls JI. Tensile bond of resin cements to porcelain veneers. *J Prosthet Dent.* 1988;60:443–447.
- Nikolaus F, Wolkewitz M, Hahn P. Bond strength of composite resin to glass

ceramic after saliva contamination. *Clin Oral Invest.* 2013;17:751-755.

Rosenstiel SF, Land MF, Fujimoto J. *Contemporary Fixed Prosthodontics*. 2nd ed. St. Louis: Mosby; 1995:622.

Roulet JF, Söderholm KJ, Longmate J. Effects of treatment and storage conditions on ceramic/composite bond strength. *J Dent Res.* 1995;74:381–387.

Söderholm KJ, Shang SW. Molecular orientation of silane at the surface of colloidal silica. *J Dent Res.* 1993;72:1050–1054.

Stoll R, Cappel I, Jablonski-Momeni A, Pieper K, Stachniss V. Survival of inlays and partial crowns made of IPS empress after a 10-year observation period and in relation to various treatment parameters. *Oper Dent.* 2007;32:556–563.

Swift B, Walls AW, McCabe JF. Porcelain veneers: the effects of contaminants and cleaning regimens on the bond strength of porcelain to composite. *Br Dent J.* 1995;179(6):203-208.

Yang B, Lange-Jansen HC, Scharnberg M, et al. Influence of saliva contamination on zirconia ceramic bonding. *Dent Mater.* 2008;24(4):508-513.

Yang B, Scharnberg M, Wolfart S, Quaas AC, Ludwig K, Adelung R, et al. Influence of contamination on bonding to zirconia ceramic. *J Biomed Mater Res Part B: Appl Biomater* 2007;81:283-290.

El Zohairy AA, Saber MH, Abdalla AI, Feilzer AJ. Efficacy of microtensile versus

microshear bond testing for evaluation of bond strength of dental adhesive systems to enamel. Dent Mater. 2010 Sep;26(9):848-54.

3.2. Capítulo 2

Efeito de diferentes protocolos de lavagem e sistema adesivo hidrófobo na resistência de união a uma cerâmica reforçada por dissilicato de lítio pré-silanizada

Rodrigo Ehlers Ilkiu^{1,2}, Rose Yakushijin Kumagai², André Figueiredo Reis²

¹ Universidade do Oeste de Santa Catarina

² Centro de Pós-Graduação e Pesquisa, UnG Universidade

Corresponding author:

André Figueiredo Reis

CEPPE, UnG Universidade

Praça Tereza Cristina, 229 Guarulhos, SP, CEP 07023-070 Brazil.

Phone/Fax: +55 11 24641758.

ABSTRACT

The aim of this study was to evaluate the effect of different cleaning temperatures and adhesive system on the microshear bond strength of a pre-silanized lithium disilicate reinforced glass ceramic (IPS e.max Press, Ivoclar Vivadent AG, Schaan, Liechtenstein). Thirty ceramic disks were etched with 10% hydrofluoric acid during 20 seconds and were silanized. Samples were randomly distributed into 3 groups according to different rinsing protocols: no rinsing (control), rinsing with water 25°C and 55°C; and distributed into 2 subgroups according to the application of a layer of hydrophobic adhesive resin or not (n=5). Tygon tubes of 1-mm diameter and 3-mm height were used for application of a low-viscosity composite resin. Four resin composite cylinders were made on each ceramic disk and were light-cured for 40 seconds. Microshear bond strength test (MSBS) was carried out on a universal testing machine (1mm/min). Results were statistically analyzed by 2-way ANOVA and Tukey test ($p < 0.05$). Rinsing the silane coupling agent by water at 55°C (G3 and G6) promoted the highest bond strength values, independent of the application of the adhesive system. In addition, application of adhesive system significantly increased SBS values, independent of the rinsing protocol. Control group (no rinsing) presented intermediate SBS values, which were not significantly different from groups rinsed with water at 55°C and from groups rinsed with water at 25°C, that presented the lowest SBS values.

Keywords: Lithium disilicate; Silane; Adhesive; Shear bond strength.

INTRODUÇÃO

O avanço constante na prática de procedimentos adesivos à estrutura dentária permite a realização de uma técnica restauradora extremamente conservadora, que se baseia nos princípios de retenção micro-mecânica e química. Essa abordagem biomimética pode ser aplicada em procedimentos diretos, semidiretos e indiretos.

Em casos nos quais as restaurações são realizadas com cerâmica vítrea, uma adesão efetiva pode ser obtida a partir de dois mecanismos principais: um desses mecanismos consiste no condicionamento da cerâmica com ácido hidrofúorídrico (em concentrações que variam de 5% a 10%) que, devido a sua natureza corrosiva, é capaz de dissolver a matriz vítrea formando microrretenções na superfície da cerâmica; o outro princípio se baseia na adesão química promovida pelo silano, uma molécula com estrutura bifuncional capaz de unir dois substratos de composições distintas (orgânico e inorgânico), melhorando a resistência de união (Jardel et al., 1999; Nagayassu et al., 2006).

Os agentes de união mais comumente usados são os organossilanos, tais como o γ -metaacriloxipropil trimetoxissilano, no qual seu grupo metoxi (-OCH₃) é hidrolisado na presença de água para um grupo silanol (-Si-OH), que mais tarde pode se unir com grupos hidroxil na superfície da cerâmica, formando uma união siloxana (-Si-O-Si). O outro grupo funcional (metacrilato) é capaz de polimerizar com a resina orgânica pela formação de uma ligação covalente (Anusavice et al., 2013; Lung et al., 2012).

O uso do calor tem sido preconizado para melhorar a silanização. Sugere-se a colocação da restauração em um forno (caso a restauração seja condicionada com ácido hidrofúorídrico e silanizada no laboratório de prótese dentária antes de ser enviada ao cirurgião-dentista) ou secagem com ar quente (comumente realizada por secador de cabelo quando a silanização ocorre após a prova clínica da restauração), de 50°C a 100°C, onde a água, álcool e outros subprodutos seriam removidos e a formação da união covalente entre silano e sílica seria realizada (Roulet et al., 1995). Em contrapartida, outros estudos contestam estes achados, ressaltando que a adesão às cerâmicas vítreas é fruto da associação do uso de ácido hidrofúorídrico e silano (Cotes et al., 2013; de Carvalho et al., 2011), independente do calor.

O silano forma três tipos de camadas diferentes após sua aplicação sobre a superfície cerâmica, sendo que a camada mais próxima da superfície do vidro é considerada de maior estabilidade hidrolítica e essencial para a resistência de união à cerâmica. As duas outras camadas formadas não contribuem significativamente para a resistência de união (Hooshmand et al., 2002): a camada mais externa possui inúmeros oligômeros frouxos, resultando em uma fraca união siloxana, podendo ser removida por meio de solvente orgânico ou água; o mesmo acontece com a camada intermediária, que também apresenta oligômeros frouxos, além de algumas ligações covalentes, mas que pode ser removida com a utilização de água fervente (Hooshmand et al., 2012).

Hooshmand et al. (2002) afirmaram que a aplicação do silano visa alcançar a camada mais interna pela eliminação das duas camadas mais externas, por meio de banhos com água quente e jatos de ar quente.

Quanto aos procedimentos de cimentação, o cimento resinoso pode ser aplicado diretamente sobre a superfície cerâmica previamente condicionada com ácido hidrofúorídrico e silanizada, evitando a aplicação do sistema adesivo após a silanização. A justificativa seria a espessura do sistema adesivo, que poderia alterar a adaptação e selamento da restauração (Nikolaus et al., 2013). No entanto, o objetivo da aplicação de um sistema adesivo é a infiltração nas microrretenções criadas pelo condicionamento com ácido hidrofúorídrico. A omissão desta etapa pode afetar os valores de resistência de união (Naves et al., 2010; Passos et al., 2008).

Portanto, os objetivos deste estudo foram avaliar o efeito de diferentes protocolos de lavagem e aplicação de sistema adesivo hidrófobo na superfície de uma cerâmica reforçada por dissilicato de lítio pré-condicionada pelo ácido hidrofúorídrico e pré-silanizada, na resistência de união ao teste de micro-cisalhamento quando unida à uma resina composta.

A primeira hipótese nula testada foi a de que os valores da resistência de união ao teste de micro-cisalhamento não são influenciados pelos protocolos de lavagem do agente de união silano. A segunda hipótese nula testada foi a de que a aplicação do sistema adesivo hidrófobo não afeta a resistência de união.

MATERIAIS E MÉTODOS

Preparo das amostras

Trinta discos cerâmicos reforçados por dissilicato de lítio (IPS e.max Press, Ivoclar Vivadent AG, Schaan, Liechtenstein), medindo 13 milímetros de

diâmetro e 7 milímetros de espessura, foram preparados por processo de injeção de acordo com as instruções do fabricante. Após arrefecimento, todos os discos foram removidos do material de revestimento, sendo uma de suas superfícies polida em politriz sob refrigeração com água com sistema personalizado de papéis abrasivos (CarbiMet®, Buehler, Illinois, USA) com diminuição do grão (#320, #400 e #600). Em seguida, a superfície polida de todos os discos foi condicionada com ácido hidrófluorídrico (Condicionador de Porcelanas 10%, Dentsply, Petrópolis, Brasil) durante 20 segundos, seguido de lavagem abundante com água destilada durante 10 segundos. Após, todos os discos cerâmicos foram levados em um recipiente béquer de vidro transparente submersos em álcool absoluto (Sigma-Aldrich Brasil LTDA, São Paulo, Brazil) à uma cuba ultrassônica (Limp Sonic, Embrasol Tec, São Paulo, Brasil) durante cinco minutos, para limpeza. Em seguida, todos os discos cerâmicos foram secos com jatos de ar durante 10 segundos e, na superfície previamente polida, aplicado o agente de união silano (Monobond Plus, Ivoclar Vivadent AG, Schaan, Liechtenstein) com micro-pincel, aplicando uma fina camada na superfície tratada, deixando o material reagir durante 60 segundos. Em seguida, com um forte jato de ar durante 30 segundos, removeu-se todo o excesso remanescente.

Os discos cerâmicos foram distribuídos aleatoriamente em 3 grupos de acordo com os diferentes protocolos de lavagem: sem lavagem (controle), lavagem com água a 25°C e 55°C. Em seguida foram distribuídos em dois subgrupos de acordo com a aplicação de uma resina hidrófoba ou não (n=5).

G1 (controle) – apenas aplicação do silano e confecção dos tubos com resina composta de baixa viscosidade;

G2 – aplicação do silano, seguido de lavagem com água destilada a 25°C durante 10 segundos, secagem com jatos de ar durante 10 segundos e confecção dos tubos com resina composta de baixa viscosidade;

G3 – aplicação do silano, seguido de lavagem com água destilada a 55°C durante 10 segundos, secagem com jatos de ar durante 10 segundos e confecção dos tubos com resina composta de baixa viscosidade;

G4 – aplicação do silano, seguido da aplicação de sistema adesivo hidrófobo, jatos de ar durante 20 segundos para remoção do excesso, e confecção dos tubos com resina composta de baixa viscosidade;

G5 – aplicação do silano, seguido de lavagem com água destilada a 25°C durante 10 segundos, secagem com jatos de ar durante 10 segundos, aplicação de sistema adesivo hidrófobo, jatos de ar durante 20 segundos para remoção do excesso e confecção dos tubos com resina composta de baixa viscosidade;

G6 – aplicação do silano, seguido de lavagem com água destilada a 55°C durante 10 segundos, secagem com jatos de ar durante 10 segundos, aplicação de sistema adesivo hidrófobo, jatos de ar durante 20 segundos para remoção do excesso e confecção dos tubos com resina composta de baixa viscosidade;

Foi utilizado o sistema adesivo autocondicionante de 2 passos (Bond hidrófobo, Clearfil SE Bond, Kuraray America Inc., New York, Ny, USA) com micro-pincel, aplicando uma fina camada na superfície previamente silanizada, esfregando ativamente o adesivo durante 20 segundos. Em seguida, com um forte jato de ar durante 20 segundos, removeu-se todo o excesso remanescente, sem fotoativação do adesivo.

Foram utilizados tubos Tygon de 1 milímetro de diâmetro e 3 milímetros de altura para aplicação de uma resina composta de baixa viscosidade (Surefil SDR Flow, Dentsply De Trey). Quatro cilindros de resina composta perpendiculares ao disco cerâmico foram feitos em cada disco e fotoativados simultaneamente usando um aparelho LED (BluePhase N, Ivoclar Vivadent), com radiância de 1.200 mW/cm^2 aferido por radiômetro digital (Hilux LedMax) durante 40 segundos. Em seguida, os tubos Tygon foram cuidadosamente removidos utilizando uma lâmina de bisturi e pinça cirúrgica. As amostras restauradas foram armazenadas em água destilada a 37°C durante 24 horas.

Tabela 1. Materiais, fabricantes, lote e composição.

MATERIAL / FABRICANTE / LOTE	COMPOSIÇÃO
<p>Cerâmica reforçada por dissilicato de lítio</p> <p>IPS e.max Press (Ivoclar Vivadent AG, Schaan, Liechtenstein)</p>	<p>SiO₂, Li₂O, K₂O, P₂O₅, ZrO₂, ZnO, outros óxidos e pigmentos cerâmicos.</p>
<p>Ácido hidrófluorídrico</p> <p>Condicionador de Porcelanas 10%, Dentsply, Petrópolis, Brasil)</p> <p>Lote: 098141H</p>	<p>Ácido hidrófluorídrico 10%.</p>
<p>Etanol</p> <p>Etanol absoluto (Sigma-Aldrich Brasil LTDA, São Paulo, Brasil)</p>	<p>Álcool etílico.</p>
<p>Agente de união silano</p> <p>Monobond Plus (Ivoclar Vivadent AG, Schaan, Liechtenstein)</p> <p>Lote: U29879</p>	<p>Solução alcoólica de metacrilato de silano, metacrilato do ácido fosfórico e metacrilato de sulfeto.</p>
<p>Sistema adesivo autocondicionante de dois passos (passo 2)</p> <p>Clearfil SE Bond (Kuraray America, Inc.)</p> <p>Lote: 7</p>	<p>10 – metacrilodecila dihidrofosfato (MDP); bis-fenol A glicidil dimetacrilato (Bis-GMA); 2 – hidróetil metacrilato (HEMA); dimetacrilato hidrófobo; canforoquinona; N.N. – dietanol-p-toluidina; sílica coloidal silanizada.</p>
<p>Resina composta de baixa viscosidade Bulk-fill</p> <p>SureFil SDR Flow (Dentsply De Trey, Milford, USA)</p> <p>Lote: 1508000843</p>	<p>Vidro de bário boro flúor alumínio silicato, vidro de estrôncio alumínio flúor silicato; resina dimetacrilato uretano modificada; bisfenol A dimetacrilato etoxilado (EBPADMA); trietilenoglicol dimetacrilato (TEGDMA); canforoquinona (CQ) como fotoiniciador; butil hidróxi tolueno; estabilizantes UV; dióxido de titânio; pigmentos de óxido de ferro. (68% em peso).</p>

Legenda: SiO₂, dióxido de silício; Li₂O, óxido de lítio; K₂O, óxido de potássio; P₂O₅, pentóxido de fósforo; ZrO₂, dióxido de zircônio; ZnO, óxido de zinco.

Resistência de união ao teste de microcisalhamento

Após 24 horas de armazenamento em água destilada a 37°C, os espécimes foram montados em uma máquina de ensaio universal (EZ Test, Shimadzu Corp, Kyoto, Japão), equipada com um fio ortodôntico paralelo à interface de união e, operado a uma velocidade de 1mm/min até que a fratura dos espécimes ocorresse. A carga de tração máxima foi dividida pela área transversal da amostra para expressar resultados em unidades de tensão (MPa). O valor médio obtido a partir dos quatro cilindros de resina composta testados em cada disco foi considerado para cada disco cerâmico (n=5).

Padrão de fratura

Os modos de falhas foram determinados por exame dos espécimes fraturados com microscópio óptico (PanTec, Panambra Ind. E Tecnica S.A., São Paulo, Brasil) com magnificação de 50X. Os modos de falhas na interface fraturada foram classificados em três tipos: falha coesiva em cerâmica, falha adesiva entre a cerâmica e resina composta ou falha coesiva na resina composta. Foi registrada a porcentagem de cada tipo de falha em cada grupo (Kumagai et al., 2015).

Análise estatística

Os dados da resistência de união ao teste de microcisalhamento foram analisados estatisticamente por two-way ANOVA, considerando os fatores "protocolo de lavagem do agente de união silano" em três níveis e "sistema adesivo" em dois níveis, seguido do teste de Tukey para comparação das

médias. Todas as análises foram realizadas considerando um nível de significância de 5%.

RESULTADOS

Os valores médios de resistência de união, desvio padrão e diferenças significativas estão apresentados na Tabela 2. Two-way ANOVA revelou diferenças significativas para o fator " protocolo de lavagem" ($p=0,02471$) e para o fator "sistema adesivo" ($p=0,01687$). No entanto, não revelou diferença significativa para a interação entre os fatores ($p=0,10433$).

Tabela 2. Valores de resistência de união (MPa) produzidos pelos diferentes protocolos de lavagem e aplicação do sistema adesivo.

	SEM ADESIVO	COM ADESIVO	<i>MÉDIA</i>
CONTROLE	G1 15,8 (1,7)	G4 15,3 (2,4)	15,5 (3,2) AB
ÁGUA 25°C	G2 12,2 (1,8)	G5 17,1 (0,9)	14,7 (2,9) B
ÁGUA 55°C	G3 16,5 (3,1)	G6 19,8 (3,1)	18,2 (3,4) A
MÉDIA	14,83 (3,5) b	17,43 (2,9) a	

Letras distintas (minúsculas – linhas, maiúsculas – coluna) diferem entre si pelo teste de Tukey ao nível de significância de 5%.

A aplicação do sistema adesivo promoveu valores de resistência de união significativamente maiores em relação aos grupos em que o adesivo não foi utilizado, independente do protocolo de lavagem

A lavagem do agente de união silano com água a 55°C (G3 e G6) promoveu valores de resistência de união superiores aos demais grupos, porém sem diferença significativa com relação aos grupos em que o silano não foi lavado ($p>0,05$) (G1 e G4) mas, com diferença significativa em relação aos

grupos em que a lavagem do silano foi realizada com água a 25°C ($p < 0,05$) (G2 e G5), respectivamente. G1 e G4 tiveram valores médios de resistência de união sem diferença significativa com os grupos em que o silano foi lavado com água a 25°C ($p > 0,05$) (G2 e G5), respectivamente.

Os resultados para a análise do modo de falha estão apresentados na Figura 1. Em todos os grupos, a maior porcentagem de falha foi adesiva (entre resina composta e cerâmica), seguida da falha coesiva em resina composta, que também foi observada em todos os grupos. A falha coesiva em cerâmica não foi observada.

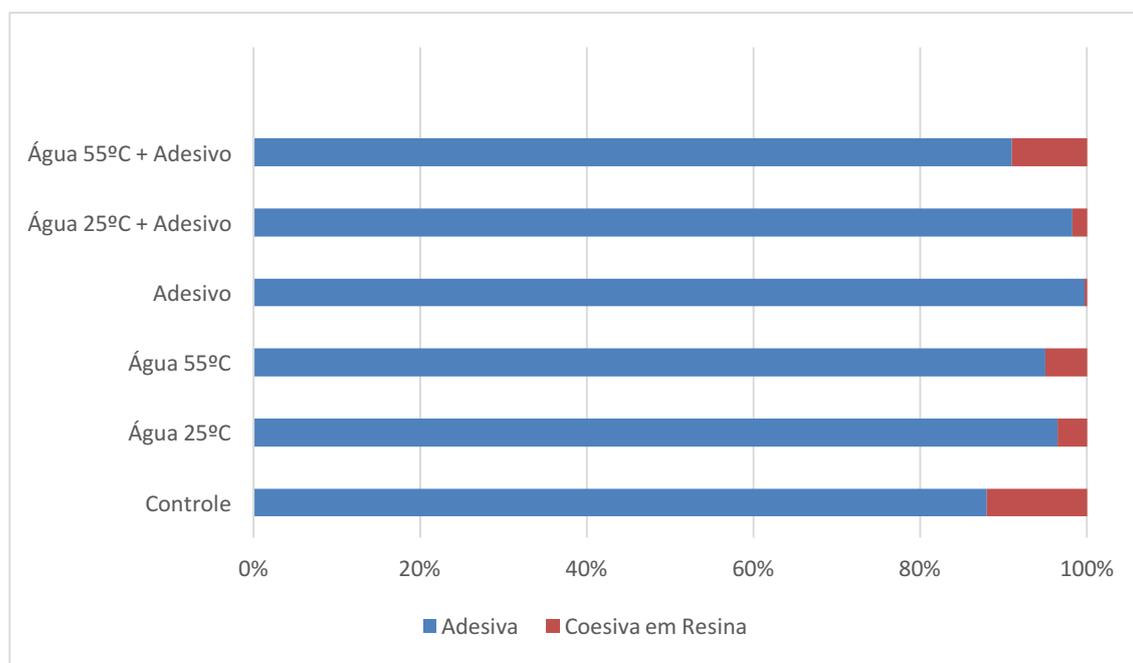


Figura 1 - Gráfico representativo da distribuição dos padrões de fratura (%) entre os grupos.

DISCUSSÃO

O ácido hidrofúorídrico a 10% foi utilizado na superfície da cerâmica vítrea reforçada por dissilicato de lítio durante 20 segundos para a formação de micro-porosidades. Sabe-se que o condicionamento de cerâmica de

dissilicato de lítio com ácido hidrofúorídrico requer um período mais curto (20 segundos) em comparação às cerâmicas feldspáticas e reforçadas por leucita, possivelmente devido ao reduzido tamanho dos cristais e também porque o condicionamento excessivo pode diminuir a resistência do substrato cerâmico. De acordo com Steinhauser et al. (2014), as cerâmicas vítreas podem ser tratadas por meio do tratamento mecânico, com a utilização do jato de óxido de alumínio, ou pelo tratamento químico, que compreende a utilização do ácido hidrofúorídrico em concentrações que variam de 5% a 10% ou, ainda, pela associação de ambos os tipos de tratamentos.

Neste estudo, o ácido hidrofúorídrico foi lavado com água destilada durante 10 segundos. Estudos mostram que a lavagem insuficiente deste ácido pode influenciar negativamente na polimerização dos materiais compósitos, sendo recomendado o uso de *spray* ar-água por trinta segundos (Amaral et al., 2011; Saavedra et al., 2009).

Durante o condicionamento com ácido hidrofúorídrico, sais insolúveis de flúor-sílica precipitam na superfície como subprodutos (Shimada et al., 2002). Eles podem inibir a adaptação adequada do silano e do cimento resinoso, gerando uma redução na resistência de união de até 50% se não forem eliminados (Matinlinna et al., 2007). Neste trabalho, os discos cerâmicos foram levados em um recipiente béquer de vidro transparente submersos em álcool absoluto à uma cuba ultrassônica durante cinco minutos, para a remoção destes resíduos. A remoção destes resíduos deve ser realizada (Steinhauser et al., 2014) por meio da utilização da cuba ultrassônica (Cotes et al., 2013) ou a utilização de ácido fosfórico a 37%, ou da combinação de ambos (Steinhauser et al., 2014). Outros estudos também indicam a remoção

destes sais pela limpeza da restauração com banho ultrassônico ou pelo condicionamento e esfregação com ácido fosfórico a 37% na superfície por um minuto antes da aplicação do silano (Shimada et al., 2002; Magne et al., 2006; Canay et al., 2001). Mesmo que o ácido fosfórico tenha a capacidade de limpar a superfície cerâmica, ele não aumenta a rugosidade superficial nem a resistência de união (Ayad et al., 2008; Shimada et al., 2002).

Após a aplicação do ácido hidrofúorídrico e limpeza das amostras em cuba ultrassônica com álcool absoluto, os discos cerâmicos receberam uma fina camada do agente de união silano com micro-pincel, deixando o material reagir durante 60 segundos. Em seguida, com um forte jato de ar durante 30 segundos, removeu-se todo o excesso remanescente. Procedimento semelhante de silanização foi observado no estudo de Lise et al. (2015). O tempo de aplicação do agente de união silano varia para cada fabricante: 5 segundos (Ceramic Primer, 3M-ESPE), 30 segundos (Bis-silane, BISCO) e 60 segundos (Monobond Plus, Ivoclar Vivadent). A secagem também apresenta variação em termos de tempo (15 segundos a 20 minutos) e temperatura (temperatura ambiente à superiores a 100°C).

Quanto ao uso do agente de união silano (Monobond Plus, Ivoclar Vivadent), Lise et al. (2015) não observaram diferença significativa nos valores médios de resistência de união nos grupos que não foram aplicados silano nem adesivo sobre as superfícies cerâmicas condicionadas, com os respectivos valores médios de resistência de união obtidos nos grupos não-condicionados com ácido hidrofúorídrico, mas silanizados, independentemente da aplicação de sistema adesivo. Mesmo nas superfícies cerâmicas de dissilicato de lítio não condicionadas, os monômeros funcionais (3-trimetoxisililpropilo, 10-

metacrilóxi-decilo-di-hidrogenofosfato) presentes na solução do silano Monobond Plus (Ivoclar Vivadent) conseguiram uma resistência adesiva acima de 28,0 MPa. O 10-MDP é conhecido por sua capacidade de união química favorável a diversos substratos e é considerado um monômero “padrão-ouro” para adesão às cerâmicas (Inokoshi et al., 2014).

Um estudo foi realizado com intuito de investigar se a secagem pós-silanização com corrente de ar quente poderia aumentar a resistência de união entre compósito e cerâmica. As superfícies foram silanizadas e secas com ar a temperatura ambiente por 1 minuto ou, ar quente $45 \pm 5^\circ\text{C}$ por 2 minutos. Concluiu-se que a secagem do silano por uma corrente de ar quente foi eficaz para melhorar a resistência de união à tração do compósito a cerâmica (Shen et al., 2004). A secagem do silano com ar aquecido parece consolidar as três camadas formadas, estabilizando a união siloxana.

Hooshmand et al. (2004), realizaram um estudo com o objetivo de testar os métodos para melhorar a resistência de união da cerâmica-silano-resina, de forma que fosse possível eliminar o processo de condicionamento ácido dos materiais cerâmicos com ácido hidrófluorídrico. Observaram que a aplicação do silano com micro-pincel ao invés da imersão da amostra promoveu uma camada mais fina; que o tratamento com calor eliminou água, álcool e outros subprodutos auxiliando na reação de condensação silano-sílica, promovendo a formação de uma ligação covalente; que a secagem com jatos de ar quente a 50°C foi preferível sobre a secagem a 100°C ; e que o enxague com água em ebulição aumentou muito o número de fraturas coesivas no cimento, provavelmente pela remoção da camada mais externa da película de silano. No presente estudo, a secagem do agente de união silano foi realizada com

jetos de ar a temperatura ambiente, enquanto a lavagem do silano realizada com água a 55°C promoveu os maiores valores de resistência de união, obtendo-se predominância de falhas adesivas.

Conforme Hooshmand et al. (2002), a aplicação do silano induz à formação de um complexo de interfaces com distintas camadas. O silano forma três tipos de camadas diferentes após sua aplicação sobre a superfície cerâmica, sendo que apenas uma delas, a monocamada (mais próxima do substrato cerâmico), é considerada de maior estabilidade e essencial para a resistência de união à cerâmica, enquanto que as duas outras camadas formadas (maior parte do silano) não contribuem significativamente para a resistência de união (Hooshmand et al., 2002). A camada mais externa possui inúmeros oligômeros, resultando em uma fraca união siloxana, podendo ser removida por meio de solvente orgânico ou água; o mesmo acontece com a camada intermediária, que pode ser removida com a utilização de água fervente (Hooshmand et al., 2012). Portanto, essas duas camadas externas enfraquecem a interface devido a sua sensibilidade a ataques térmicos. No entanto, a monocamada parece estar quimicamente reagida por meio de união siloxano covalente e, resiste aos ataques hidrotérmicos.

Neste estudo, os maiores valores de resistência de união foram observados nos grupos em que a lavagem do agente de união silano foi realizada com água a 55°C (G3 e G6), corroborando com os estudos de Hooshmand et al. (2012), sem diferença significativa com os grupos onde o silano não foi lavado (G1 e G4), e independente da aplicação do sistema adesivo, rejeitando a primeira hipótese nula.

O sistema adesivo autocondicionante de 2 passos (Bond hidrófobo, Clearfil SE Bond, Kuraray America Inc) foi aplicado em uma fina camada na superfície dos discos cerâmicos previamente silanizados com micro-pincel, esfregando ativamente o adesivo durante 20 segundos. Em seguida, com um forte jato de ar durante 20 segundos, removeu-se todo o excesso remanescente, sem fotoativação do adesivo. Segundo Roulet et al. (1995), o silano aumenta a hidrofobicidade e a molhabilidade da superfície condicionada, melhorando sua interação com os materiais compósitos. O objetivo da aplicação prévia de uma resina hidrofóbica fluida é criar um embricamento mecânico entre resina hidrofóbica e cerâmica condicionada para aumentar a resistência de união. Neste estudo, foi observado que a aplicação do sistema adesivo hidrófobo promoveu valores médios de resistência de união significativamente maiores em relação aos grupos onde o adesivo não foi utilizado, rejeitando a segunda hipótese nula. Alguns clínicos evitam a aplicação de uma camada adesiva previamente à cimentação, preocupados com a espessura dessa camada e sua possível interferência na adaptação da peça protética. No entanto, é questionável a capacidade do cimento resinoso em penetrar nas irregularidades criadas pelo condicionamento ácido (Nikolaus et al., 2013).

De acordo com o trabalho de Naves et al. (2010), a aplicação de um sistema adesivo hidrófobo proporcionou maior infiltração nas irregularidades da superfície cerâmica previamente condicionada e silanizada. O sistema adesivo hidrófobo parece ser indispensável para promover melhor molhamento da superfície cerâmica condicionada e silanizada, além de infiltrar nas microrretenções, garantindo maior embricamento mecânico do adesivo (Naves

et al., 2010; Peumans et al., 1999). No entanto, Passos et al. (2008) não observaram melhores resultados com a aplicação do sistema adesivo previamente a aplicação do compósito.

A omissão da aplicação do sistema adesivo gera insuficiente penetração do agente cimentante resinoso nas microporosidades e, conseqüente diminuição da resistência de união (Mecholsky, 1995). Lastumäki et al. (2003) afirmam que os espaços que não são preenchidos pelo adesivo podem agir como uma área de concentração de tensão quando submetidas à carga mecânica, uma vez que o adesivo age como um amortecedor.

O tratamento de superfície (por meio de ácido hidrofúorídrico e silanização), o sistema adesivo e o compósito para cimentação medeiam a união entre as cerâmicas de dissilicato de lítio e a estrutura do dente. De acordo com as evidências clínicas acima mencionadas, o condicionamento com ácido hidrofúorídrico e a silanização parecem melhorar a adesão; contudo, as variações na composição química, no escoamento, na viscosidade e nas propriedades mecânicas de cada cimento resinoso podem também ser responsáveis pelas variações na resistência de união. Lise et al. (2015) indicam que a resistência de união é melhorada quando se segue o protocolo de cimentação completo (ácido hidrofúorídrico, silano, sistema adesivo e cimento resinoso). No entanto, utilizaram um cimento resinoso *dual*.

Para este estudo, foi escolhido o teste de micro-cisalhamento por ser o mais adequado para avaliar a resistência de união quando se utilizam materiais quebradiços tais como cerâmicas e esmalte dentário, onde os espécimes não necessitam de seccionamento. O seccionamento de materiais frágeis para

testes de resistência de união pode resultar em um grande número de falhas coesivas (Zohairy et al., 2010; Armstrong et al., 2010; Nikolaus et al., 2013).

A resistência de união não deve ser o único fator de análise referente a qualidade da adesão das restaurações cerâmicas. Outro indicador importante é a análise dos modos de falhas (Bona et al., 2003; Kern et al., 1998; Klosa et al., 2009). Neste estudo, os modos de falhas dos grupos experimentais foram investigados por microscópio óptico, registrando a porcentagem de cada tipo de falha em cada grupo, conforme descrito por Kumagai et al. (2015). Observou-se que a principal falha em todos os grupos foi adesiva, mostrando que a resistência de união entre a cerâmica e a resina composta teve níveis inferiores em relação a resistência interna da própria resina composta e da cerâmica, que resultaria em falha coesiva em resina composta e coesiva em cerâmica, respectivamente. No entanto, os trabalhos que apresentam maior porcentagem de falhas coesivas em relação à falha adesiva, tem como causa a realização do teste de micro-tração, com o prévio seccionamento dos discos cerâmicos (Zohairy et al., 2010; Armstrong et al., 2010; Nikolaus et al., 2013). Neste estudo, não foram observadas falhas coesivas em cerâmica, o que demonstra a alta resistência coesiva do dissilicato de lítio.

CONCLUSÃO

- Quanto à temperatura de lavagem do agente de união silano, a utilização de água a 55°C promoveu os melhores resultados de resistência de união, independente da aplicação do sistema adesivo.

- Quanto à aplicação de sistema adesivo hidrófobo, recomenda-se a aplicação após a silanização, pois promoveu as maiores médias de resistência de união.

REFERÊNCIAS

Amaral R, Ozcan M, Bottino MA, Valandro LF. Resin bonding to a feldspar ceramic after different ceramic surface conditioning methods: Evaluation of contact angle, surface pH, and microtensile bond strength durability. *J Adhes Dent.* 2011;13:551-560.

Anusavice K, Shen C, Rawls H. *Philips' Science of Dental Materials.* St. Louis: Elsevier, 2013.

Armstrong S, Geraldeli S, Maia R, Raposo LH, Soares CJ, Yamagawa J. Adhesion to tooth structure: a critical review of "micro" bond strength test methods. *Dent Mater.* 2010 Feb;26(2):e50-62.

Ayad MF, Fahmy NZ, Rosenstiel SF. Effect os surface treatment on roughness and bond strength of a heat-pressed ceramic. *J Prosthet Dent.* 2008; 99:123-130.

Bona AD, Anusavice KJ, Mecholsky JJ. Failure analysis of resin composite bonded to ceramic. *Dent Mater.* 2003;19:693–699.

Canay S, Hersek N, Ertan A. Effect of diferente acid treatments on a porcelain surface. *J Oral Rehabil.* 2001;28:95-101.

Carvalho RF, Martins ME, de Queiroz JR, Leite FP, Ozcan M. Influence of

silane heat treatment on bond strength of resin cement to a feldspathic ceramic. *Dent Mater J.* 2011;30:392-397.

Cotes C, de Carvalho RF, Kimpara ET, Leite FP, Ozcan M. Can heat treatment procedures of pre-hydrolyzed silane replace hydrofluoric acid in the adhesion of resin cement to feldspathic ceramic? *J Adhes Dent.* 2013;15(6):569-74.

Hooshmand T, Rostami G, Behroozibakhsh M, Fatemi M, Keshvad A, van Noort R. Interfacial fracture toughness of different resin cements bonded to a lithium disilicate glass ceramic. *J Dent.* 2012;40(2):139-45.

Hooshmand T, van Noort R, Keshvad A. Bond durability of the resin-bonded and silane treated ceramic surface. *Dent Mater.* 2002 Mar;18(2):179-88.

Hooshmand T, van Noort R, Keshvad A. Storage effect of a pre-activated silane on the resin to ceramic bond. *Dent Mater.* 2004;20:635-642.

Inokoshi M, De Munck J, Minakuchi S, Van Meerbeek B. Meta-analysis of bonding effectiveness to zirconia ceramics. *J of Dent Res.* 2014;93(4):329-334.

Jardel V, Degrange M, Picard B, Derrien G. Surface energy of etched ceramic. *Int J Prosthodont.* 1999 Sep-Oct;12(5):415-8.

Kern M, Wegner S. Bonding to zircônia ceramic: adhesion methods and their durability. *Dent Mater.* 1998;14:64-71.

Klosa K, Wolfart S, Lehmann F, Wenz HJ, Kern M. The effect of storage conditions, contamination modes and cleaning procedures on the resin

bond strength to lithium disilicate ceramic. *J Adhes Dent.* 2009;11:127–135.

Kumagai RY, Zeidan LC, Rodrigues JA, Reis AF, Roulet JF. Bond Strength of a Flowable Bulk-fill Resin Composite in Class II MOD Cavities. *J Adhes Dent.* 2015 Aug;17(5):427-32.

Lastumäki TM, Lassila LV, Vallittu PK. The semi-interpenetrating polymer network matrix of fiber-reinforced composite and its effect on the surface adhesive properties. *J Mater Sci Mater Med.* 2003;14(9):803-9.

Lise DP, Perdigão J, Van Ende A, Zidan O, Lopes GC. Microshear bond strength of resin cements to lithium disilicate substrates as a function of surface preparation. *Oper Dent.* 2015;40(5):524-532.

Lung CY, Matinlinna JP. Aspects of silane coupling agents and surface conditioning in dentistry: An overview. *Dent Mater.* 2012;28:467-477.

Magne P, Cascione D. Influence of post-etching cleaning and connecting porcelain on the microtensile bond strength of composite resin to feldspathic porcelain. *J Prosthet Dent.* 2006;96:354-361.

Matinlinna JP, Vallittu PK. Bonding of resin composites to etchable ceramic surfaces - an insight review of the chemical aspects on surface conditioning. *J Oral Rehabil.* 2007;34(8):622-30.

Mecholsky JJ Jr. Fractography: determining the sites of fracture initiation. *Dent Mater.* 1995;11(2):113-6.

Nagayassu MP, Shintome LK, Uemura ES, Araújo JE. Effect of surface

treatment on the shear bond strength of a resin-based cement to porcelain. *Braz Dent J.* 2006;17(4):290-5.

Naves LZ, Soares CJ, Moraes RR, Gonçalves LS, Sinhoreti MA, Correr Sobrinho L. Surface/interface morphology and bond strength to glass ceramic etched for diferente periods. *Oper Dent.* 2010; 35(4):420-7.

Nikolaus F, Wolkewitz M, Hahn P. Bond strength of composite resin to glass ceramic after saliva contamination. *Clin Oral Invest.* 2013;17:751-755.

Passos SP, Valandro LF, Amaral R, Ozcan M, Bottino MA, Kimpara ET. Does adhesive resin application contribute to resin bond durability on etched and silanized feldspathic ceramic? *J Adhes Dent.* 2008;10(6):455-60.

Peumans M, Van Meerbeek B, Yoshida Y, Lambrechts P, Vanherle G. Porcelain veneers bonded to tooth structure: na ultra-morphological FE-SEM examination of the adhesive interface. *Dent Mater.* 1999;15(2):105-19.

Roulet JF, Söderholm KJ, Longmate J. Effects of treatment and storage conditions on ceramic/composite bond strength. *J Dent Res.* 1995;74:381–387.

Saavedra G, Ariki EK, Federico CD, et al. Effect of acid neutralization and mechanical cycling on the microtensile bond strength of glass-ceramic inlays. *Oper Dent.* 2009;34:211-216.

Shen C, Oh WS, Williams JR. Effect o post-silanization drying on the bond strength of composite to ceramic. *J. Prosthet. Dent.* 2004;41(5):453.

Shimada Y, Yamaguchi S, Tagami J. Micro-shear bond strength of dual-cured resin cement to glass ceramic.. Dent Mater. 2002;18:380-388.

Steinhauser HC, Turssi CP, Franca FM, Amaral FL, Basting RT. Micro-shear bond strength and surface micromorphology of a feldspathic ceramic treated with different cleaning methods after hydrofluoric acid etching. J Appl Oral Sci. 2014;22(2):85-90.

El Zohairy AA, Saber MH, Abdalla AI, Feilzer AJ. Efficacy of microtensile versus microshear bond testing for evaluation of bond strength of dental adhesive systems to enamel. Dent Mater. 2010 Sep;26(9):848-54.

4. CONSIDERAÇÕES FINAIS

A limpeza do silano por água não apresentou valores significativamente menores em relação aos demais métodos de contaminação, enquanto que a contaminação por saliva promoveu significativamente os menores valores de resistência de união. A termociclagem reduziu significativamente a resistência de união.

Quanto à temperatura de lavagem do agente de união silano, a utilização de água a 55°C promoveu os melhores resultados de resistência de união, independente da aplicação do sistema adesivo. Quanto à aplicação de sistema adesivo hidrófobo, observou-se que a aplicação após a silanização promoveu melhores médias de resistência de união.

Com base nos resultados destes estudos, indica-se realizar a silanização após os procedimentos de prova clínica, com o objetivo de não contaminar as camadas formadas pelo silano ou, evitar a contaminação por saliva durante a prova clínica, caso a superfície interna da cerâmica tenha sido pré-condicionada e silanizada. Após a silanização, os procedimentos independentes de lavagem do silano com água a 55°C e aplicação do sistema adesivo hidrófobo, mostraram-se eficazes na melhora das médias de valores de resistência de união.

REFERÊNCIAS

- Borges GA, Sophr AM, de Goes MF, Sobrinho LC, Chan DCN. Effect of etching and airborne particle abrasion on the microstructure of different dental ceramics. *J Prosthet Dent.* 2003;89:479–488.
- Braga RR, Ballester RY, Carrilho MR. Pilot study on the early shear strength of porcelain-dentin bonding using dual-cure cements. *J Prosthet Dent.* 1999;81(3):285-9.
- Cotes C, de Carvalho RF, Kimpara ET, Leite FP, Ozcan M. Can heat treatment procedures of pre-hydrolyzed silane replace hydrofluoric acid in the adhesion of resin cement to feldspathic ceramic? *J Adhes Dent.* 2013;15(6):569-74.
- Dumfahrt H. Porcelain laminate veneers. A retrospective evaluation after 1 to 10 years of service: Part I - Clinical procedure. *Int J Prosthodont.* 1999;12:505–513.
- Fasbinder DJ, Dennison JB, Heys D, Neiva G. A clinical evaluation of chairside lithium disilicate CAD/CAM crowns: a two-year report. *J Am Dent Assoc.* 2010;141 Suppl 2:10S-4S.
- Fradeani M, Redemagni M. An 11-year clinical evaluation of leucite-reinforced glass-ceramic crowns: a retrospective study. *Quintessence Int.* 2002;33:503–510.
- Frankenberger R, Taschner M, Garcia-Godoy F, Petschelt A, Krämer N. Leucite-reinforced glass ceramic inlays and onlays after 12 years. *J*

Adhes Dent. 2008;10:393–398.

Guess PC, Schultheis S, Bonfante EA, Coelho PG, Ferencz JL, Silva NR. All-ceramic systems: laboratory and clinical performance. Dent Clin North Am. 2011;55(2):333- 52, ix.

Hooshmand T, Rostami G, Behroozibakhsh M, Fatemi M, Keshvad A, van Noort R. Interfacial fracture toughness of different resin cements bonded to a lithium disilicate glass ceramic. J Dent. 2012;40(2):139-45.

Hooshmand T, van Noort R, Keshvad A. Bond durability of the resin-bonded and silane treated ceramic surface. Dent Mater. 2002;18(2):179-88.

Hooshmand T, van Noort R, Keshvad A. Storage effect of a pre-activated silane on the resin to ceramic bond. Dent Mater. 2004;20:635-642.

Kalavacharla VK, Lawson NC, Ramp LC, Burgess JO. Influence of etching protocol and silane treatment with a universal adhesive on lithium disilicate bond strength. Oper Dent. 2015;40(4):372-8.

Kina S, Bruguera A. Invisível – restaurações estéticas cerâmicas. 1 e. Maringá: Dental Press Editora, 2007.

Lise D, Perdigao J, Van Ende A, Zidan O, Lopes G. Microshear bond strength of resin cements to lithium disilicate substrates as a function of surface preparation. Oper Dent. 2015.

Luo XP, Silikas N, Allaf M, Wilson NHF, Watts DC. AFM and SEM study of the effects of etching on IPS Empress 2tm dental ceramic, Surf. Sci. 2001;491(3):388.

- Matinlinna JP, Vallittu PK. Bonding of resin composites to etchable ceramic surfaces - an insight review of the chemical aspects on surface conditioning. *J Oral Rehabil.* 2007;34(8):622-30.
- Matsumara H, Kato H, Atsuta M. Shear bond strength of feldspathic porcelain of two luting cements in combination with three surface treatments. *J Prosthet Dent* 1997;78: 511—7.
- Nikolaus F, Wolkewitz M, Hahn P. Bond strength of composite resin to glass ceramic after saliva contamination. *Clin Oral Invest.* 2013;17:751-755.
- Pieger S, Salman A, Bidra AS. Clinical outcomes of lithium disilicate single crowns and partial fixed dental prostheses: a systematic review. *J Prosthet Dent.* 2014;112(1):22-30.
- Piowarczyk A, Lauer HC, Sorensen JA. In vitro shear bond strength of cementing agents to fixed prosthodontic restorative materials. *J Prosthet Dent.* 2004;92(3):265-73.
- Rosenstiel SF, Land MF, Fujimoto J. *Contemporary Fixed Prosthodontics*. 2nd ed. St. Louis: Mosby; 1995:622.
- Steinhauser HC, Turssi CP, Franca FM, Amaral FL, Basting RT. Micro-shear bond strength and surface micromorphology of a feldspathic ceramic treated with different cleaning methods after hydrofluoric acid etching. *J Appl Oral Sci.* 2014;22(2):85-90.
- Stokes AN, Hood JAA, Tidmarsh BG. Effect of 6-month water storage on silane-treated resin/porcelain bonds. *J Dent* 1988;16:294—6.

Swift B, Walls AW, McCabe JF. Porcelain veneers: the effects of contaminants and cleaning regimens on the bond strength of porcelain to composite. *Br Dent J.* 1995;179(6):203-208.

Wang Y, Gao J, Jiang T, Liang S, Zhou Y, Matis BA. Evaluation of the efficacy of potassium nitrate and sodium fluoride as desensitizing agents during tooth bleaching treatment - A systematic review and meta-analysis. *J Dent.* 2015;43(8):913-23.