

PONTIFÍCIA UNIVERSIDADE CATÓLICA DE MINAS GERAIS
Programa de Pós-graduação em Odontologia

Luciano de Oliveira Martins Junior

**AVALIAÇÃO DA INFLUÊNCIA DO TRATAMENTO DE SUPERFÍCIE E TIPOS DE
ADESIVOS/CIMENTOS EM CERÂMICAS A BASE DE DISSILICATO DE LÍTIO NA
RESISTÊNCIA AO CISALHAMENTO**

Belo Horizonte

2026

Luciano de Oliveira Martins Junior

**AVALIAÇÃO DA INFLUÊNCIA DO TRATAMENTO DE SUPERFÍCIE E TIPOS DE
ADESIVOS/CIMENTOS EM CERÂMICAS A BASE DE DISSILICATO DE LÍTIO NA
RESISTÊNCIA AO CISALHAMENTO**

Tese apresentada ao Programa de Pós-graduação em Odontologia da Pontifícia Universidade Católica de Minas Gerais, como requisito parcial para obtenção do título de Doutor em Odontologia, Área de Concentração: Clínicas Odontológicas.

Linha de pesquisa: Propriedades físicas, químicas e biológicas dos materiais odontológicos.

Orientador: Prof. Dr. Alberto Nogueira da Gama Antunes

Belo Horizonte

2026

FICHA CATALOGRÁFICA

Elaborada pela Biblioteca da Pontifícia Universidade Católica de Minas Gerais

M386a Martins Junior, Luciano de Oliveira
Avaliação da influência do tratamento de superfície e tipos de adesivos/cimentos em cerâmicas a base de dissilicato de lítio na resistência ao cisalhamento / Luciano de Oliveira Martins Junior. Belo Horizonte, 2026.
92 f. : il.

Orientador: Alberto Nogueira da Gama Antunes

Tese (Doutorado) - Pontifícia Universidade Católica de Minas Gerais.
Programa de Pós-Graduação em Odontologia

1. Lítio. 2. Ácido fluorídrico. 3. Silanos. 4. Cimentos dentários. 5. Cimentos de resina. 6. Materiais dentários. 7. Resistência ao cisalhamento. I. Antunes, Alberto Nogueira da Gama. II. Pontifícia Universidade Católica de Minas Gerais. Programa de Pós-Graduação em Odontologia. III. Título.

SIB PUC MINAS

CDU: 616.314-08

Ficha catalográfica elaborada por Fabiana Marques de Souza e Silva - CRB 6/2086

Luciano de Oliveira Martins Junior

**AVALIAÇÃO DA INFLUÊNCIA DO TRATAMENTO DE SUPERFÍCIE E TIPOS DE
ADESIVOS/CIMENTOS EM CERÂMICAS A BASE DE DISSILICATO DE LÍTIO NA
RESISTÊNCIA AO CISALHAMENTO**

Tese apresentada ao Programa de Pós-graduação em Odontologia da Pontifícia Universidade Católica de Minas Gerais, como requisito parcial para obtenção do título de Doutor em Odontologia, Área de Concentração: Clínicas Odontológicas.

COMPOSIÇÃO DA BANCA EXAMINADORA:

- 1- Prof. Dr. João Milton Rocha Gusmão – UESB
- 2- Prof. Dr. Ranulfo Benedito de Paula Miranda – UFMG
- 3- Prof. Dr. Vinícius de Magalhães Barros – PUC Minas
- 4- Prof. Dr. Diogo de Azevedo Miranda – PUC Minas
- 5- Prof. Dr. Alberto Nogueira da Gama Antunes – PUC Minas

DATA DA APRESENTAÇÃO E DEFESA: 27 de fevereiro de 2026

A tese, nesta identificada, foi aprovada pela Banca Examinadora

Prof. Dr. Alberto Nogueira da Gama Antunes
Orientador

Prof. Dr. Rodrigo Villamarim Soares
**Coordenador do Programa de Pós-graduação
em Odontologia**

"A verdadeira viagem de descobrimento não consiste em procurar novas paisagens, mas em ter novos olhos." (MARCEL PROUST).

AGRADECIMENTOS

À Deus, por permitir chegar onde cheguei me acompanhando e intuindo sempre nas realizações dos meus sonhos!

Ao meu pai, Luciano Martins, exemplo de profissional e de ser humano, me apoiando de forma incondicional. Uma inspiração constante em minha vida!

À minha mãe, Maria Célia, pelo exemplo e apoio permanente em todas as minhas empreitadas!

À minha esposa, Juliana, amiga, companheira, sempre vibrante com os meus projetos!

À professora Ana Maria Abras da Fonseca, eterna inspiração profissional, por quem tenho um amor imenso!

Ao meu grande amigo que se tornou meu orientador Professor Dr. Alberto Nogueira da Gama Antunes exemplo de caráter, humildade e dedicação. Um mestre que faz a diferença!

Ao meu coorientador Professor Dr. Paulo Isaias Seraidarian pelo apoio e convívio durante esses anos. Obrigado por seu exemplo de ética e determinação!

Ao Coordenador do curso de Pós-graduação em Odontologia, Professor Dr. Rodrigo Villamarim Soares que conduziu brilhantemente a sua função.

Ao corpo docente da Pós-Graduação em Odontologia da Pontifícia Universidade Católica de Minas Gerais que brilhantemente conduziu todo o curso.

Às secretárias Sylvania Martins e Joyce Martins Ferreira, secretárias do Mestrado e Doutorado da Pontifícia Universidade Católica de Minas Gerais, pela eficiência e atenção dispensadas.

À FAPEMIG (Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de Minas Gerais), por proporcionar a bolsa de estudo parcial, tornando possível o meu ingresso no curso.

RESUMO

O dissilicato de lítio consolidou-se como um dos principais materiais para restaurações indiretas estéticas livres de metal em função de suas propriedades ópticas, mecânicas e da compatibilidade com fluxos digitais CAD/CAM. Entretanto, a longevidade clínica dessas restaurações está diretamente relacionada à qualidade da cimentação adesiva, um procedimento crítico e altamente sensível ao tratamento de superfície da cerâmica e à correta interação com sistemas adesivos e cimentos resinosos. O objetivo deste estudo foi avaliar a influência do tempo de condicionamento com ácido fluorídrico (HF) a 10% e da silanização na resistência ao cisalhamento de sistemas adesivos universais ao dissilicato de lítio. Placas de cerâmica de dissilicato de lítio (IPS e.max CAD) foram condicionadas com HF por 5, 10, 20 segundos cada grupo; e um grupo não foi submetido ao condicionamento com HF. Em seguida foram condicionadas e cimentadas com os seguintes sistemas adesivos e cimentos resinosos: Single Bond Universal e cimento resinoso RelyX Ultimate; Single Bond 2 e cimento resinoso RelyX ARC; ScotchBond MP e cimento resinoso RelyX ARC; ScotchBond Universal e cimento resinoso RelyX Universal. Foram produzidos 20 corpos de prova para cada grupo estudado e estes foram submetidos ao ensaio de resistência ao cisalhamento, com análise estatística por testes paramétricos, não paramétricos e regressão linear ($\alpha = 0,05$). Em geral, o condicionamento ácido promoveu aumento significativo da resistência de união. A aplicação independente do silano resultou em maiores valores de resistência e menor variabilidade dos valores, indicando maior previsibilidade do protocolo adesivo. Embora o condicionamento por 20 segundos tenha produzido valores elevados em algumas amostras, observou-se aumento da dispersão dos resultados, sugerindo maior sensibilidade técnica. Concluiu-se que protocolos clínicos baseados em tempos intermediários de condicionamento com HF, associados à silanização ativa, oferecem maiores valores de resistência de união.

Palavras-chave: Dissilicato de lítio. Ácido fluorídrico. Silano. Adesivos. Cimentação resinosa.

ABSTRACT

Lithium disilicate has become one of the most popular materials for metal-free aesthetic indirect restorations due to its optical and mechanical properties and its compatibility with digital CAD/CAM workflows. However, the clinical longevity of these restorations is directly related to the quality of adhesive cementation, a critical procedure that is highly sensitive to ceramic surface treatment and to the proper interaction with adhesive systems and resin cements. The aim of this study was to evaluate the influence of etching time with 10% hydrofluoric acid (HF) and silanization on the shear bond strength of universal adhesive systems to lithium disilicate. Lithium disilicate ceramic plates (IPS e.max CAD) were etched with HF for 0, 5, 10, or 20 seconds and bonded using different adhesive systems associated with their respective resin cements. The specimens were subjected to shear bond strength testing, and the data were analysed using parametric and non-parametric tests as well as linear regression ($\alpha = 0.05$). Overall, acid etching significantly increased bond strength. Independent application of silane resulted in higher bond strength values and reduced data variability, indicating greater predictability of the adhesive protocol. Although etching for 20 seconds produced high bond strength values in some specimens, increased result dispersion was observed, suggesting greater technique sensitivity. It can be concluded that clinical protocols based on intermediate HF etching times combined with active silanization provide higher and more reliable bond strength values.

Keywords: Lithium disilicate. Hydrofluoric acid. Silane. Adhesive systems. Resin cementation.

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

°C	Graus Celsius
10-MDP	10-Metacriloxidecil dihidrogênio fosfatado
3Y-TZP	Zircônia Policristalina Tetragonal Estabilizada por Ítrio 3%
4Y-TZP	Zircônia Policristalina Tetragonal Estabilizada por Ítrio 4%
5Y-TZP	Zircônia Policristalina Tetragonal Estabilizada por Ítrio 5%
6Y-TZP	Zircônia Policristalina Tetragonal Estabilizada por Ítrio 6%
AL ₂ O ₃	Óxido de Alumínio
Cad/Cam	Desenho e processamento assistido por computador
HF	Ácido fluorídrico
Mm	Milímetro
Mm	Micrometro
Mpa	Mega Pascal
mW/cm ²	Miliwatts por Centímetro Quadrado
N	Newtons
n	Número de amostras por grupo
RC	Resina composta
Y-TZP	Zircônia Policristalina Tetragonal Estabilizada por Ítrio

LISTA DE FIGURAS

Figura 1: Materiais restauradores usados	38
Figura 2: Elásticos de afastamento usados como moldes para produção dos discos de resinas.....	38
Figura 3: Procedimento de cimento sobre a placa cerâmica de dissilicato de lítio	43
Figura 4. Divisão dos grupos experimentais, protocolo de cimentação para cada grupo, divisão dos grupos para protocolo de envelhecimento.....	45

LISTA DE QUADROS

Quadro 1: Materiais a serem usados com suas formulações químicas descritas na coluna ao lado	37
Quadro 2: Divisão de G1, grupo que usará o adesivo Adper Scotchbond MP	40
Quadro 3: Divisão de G2, grupo que usará o adesivo Adper Single Bond 2	41
Quadro 4: Divisão de G3, grupo que usará o adesivo Single Bond Universal e o cimento RelyX™ Ultimate. Nesta divisão o agente silano não será usado	42

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	21
2	REFERENCIAL TEÓRICO	25
2.1	Cerâmicas odontológicas	25
2.2	Dissilicato de Lítio	26
2.3	Silano	28
2.4	Agentes cimentantes resinosos	30
3	HIPÓTESES	33
4	OBJETIVOS	35
4.1	Objetivo geral	35
4.2	Objetivos específicos	35
5	MATERIAL E MÉTODOS	37
5.1	Confecção dos corpos de prova	43
5.2	Divisão de grupos experimentais	45
5.3	Testes de cisalhamento	45
6	ARTIGO CIENTÍFICO 1	47
7	ARTIGO CIENTÍFICO 2	69
8	CONSIDERAÇÕES FINAIS	87
	REFERÊNCIAS	89
	ANEXO A – Produção Intelectual Durante o Curso de Doutorado	91

1 INTRODUÇÃO

A Odontologia estética vem experimentando uma crescente evolução nos últimos anos com o surgimento de novas técnicas e novos materiais restauradores diretos e indiretos. Parte disso é incentivada pela busca maior dos pacientes por trabalhos mais estéticos e apoiada pelo desenvolvimento constante de tecnologias relacionadas a adesão de materiais sintéticos aos tecidos dentários. Um bom exemplo disso são as cerâmicas que não apresentam infraestrutura metálica que hoje são indicadas para muitas situações clínicas de reabilitação de esmalte e dentina perdidos (Sakrana; Ozcan, 2017).

Neste sentido, as cerâmicas vítreas são consideradas como um dos principais materiais de escolha para restaurações estéticas indiretas, cumprindo requisitos ópticos e mecânicos adequados como substitutos dos tecidos dentários (Sakrana; Ozcan, 2017). A cerâmica vítrea de dissilicato de lítio tem apresentado uma excelente performance clínica em restaurações parciais e totais, sendo atualmente uma alternativa popular entre os cirurgiões dentistas aos sistemas metalocerâmicos convencionais. Além disso a cerâmica vítrea a base de dissilicato de lítio apresenta a possibilidade de ser utilizada através do sistema CAD/CAM, tornando mais rápido o processo de fabricação das restaurações e minimizando possíveis erros inerentes ao processo convencional de fabricação destas, como alterações nos processos de inclusão e cocção (Murillo; De Goes, 2017).

Diferentemente das próteses parciais fixas metalocerâmicas, onde o principal tipo de cimento utilizado é a base de fosfato de zinco e a permanência da restauração na boca está diretamente relacionada a retenção friccional do preparo cavitário; o desempenho clínico de próteses parciais fixas sem metal produzidas em cerâmicas vítreas, depende substancialmente da adesão dos cimentos resinosos a estes materiais restauradores e tecidos dentários durante o processo de cimentação adesiva. Para estes procedimentos, as superfícies de esmalte e dentina, bem como a superfície de cerâmica, devem ser condicionadas e sistemas adesivos devem ser empregados (Brente *et al.*, 2007; Okuda *et al.*, 2002).

O processo de cimentação adesiva está diretamente interligado a interface de união entre a cerâmica e a estrutura dentária e, tem como principal agente de escolha os cimentos resinosos que apresentam capacidade de se unirem química e/ou mecanicamente às superfícies da restauração e do dente. É visto que vários fatores

interferem na qualidade dessa adesão, tais como, as rugosidades superficiais internas das cerâmicas, que são capazes de promover maior retenção micromecânica para os agentes cimentantes resinosos (Monteiro *et al.*, 2018; Sudré *et al.*, 2020). Neste sentido, os tratamentos de superfície interna das cerâmicas mais aceitos são o jateamento interno com óxido de Alumínio, o condicionamento com ácido fluorídrico (HF) e a silanização, embora as diferenças na composição dos materiais tornem os protocolos de adesão muito diferentes e inespecíficos (Murillo; De Goes, 2017).

As cerâmicas odontológicas são classificadas de acordo com sua susceptibilidade ao ataque do ácido fluorídrico (HF), em ácido-sensíveis e ácido resistentes. As cerâmicas ácido-sensíveis (cerâmicas feldspáticas, de leucita e de dissilicato de lítio), quando em contato com o ácido fluorídrico, sofrem degradação superficial por gel de ácido fluorídrico (HF), resultando na exposição de sua estrutura cristalina, produzindo um padrão topográfico superficial que favorece a ligação micromecânica (Brentel *et al.*, 2007). Estas modificações estruturais permitem um aumento de energia de superfície e conseqüente molhabilidade das cerâmicas, promovendo uma melhor interação com os materiais adesivos (Borges *et al.*, 2003; Matinlinna; Vallittu, 2007; Valandro *et al.*, 2005).

A interação química entre a superfície condicionada das cerâmicas ácido-sensíveis e os materiais restauradores resinosos acontece através dos silanos, que são monômeros bifuncionais, importantes para a união entre a estrutura inorgânica da cerâmica (Si – silício) e o material resinoso. Os grupamentos silanos empregadas na odontologia contêm dois grupos funcionais: um reagindo com metacrilatos polimerizáveis, o outro reativo com a sílica em estruturas vítreas. Os grupos alcoxi desta molécula devem ser ativados por um processo de hidrolização (SiO-R-SiOH), podendo então sofrer uma reação de condensação quando em contato com a superfície cerâmica, liberando água como subproduto (Lung; Matinlinna, 2012). O grupo metacrilato reage com o lado polimerizável do cimento resinoso para obter uma rede reticulada tridimensional entre a cerâmica e o cimento resinoso. Este processo químico, é atualmente o procedimento mais aceito para a melhoria da interação mecânica entre o cimento resinoso e a cerâmica vítrea (Lung; Matinlinna, 2013).

Diante do exposto, o objetivo do presente estudo foi de avaliar *in vitro* o efeito de diferentes materiais resinosos cimentantes e os diferentes tempos de condicionamento ácido fluorídrico a 10% (0, 5, 10 e 20 segundos) na resistência ao cisalhamento de uma cerâmica de dissilicato de lítio cimentada. A hipótese nula deste

estudo é que o conjunto de materiais cimentantes e/ou os diferentes tempos de aplicação do HF não influencia a resistência ao cisalhamento entre cerâmica de dissilicato de lítio e material resinoso.

2 REFERENCIAL TEÓRICO

2.1 Cerâmicas odontológicas

As cerâmicas odontológicas são constituídas por um composto de materiais cristalinos (feldspato, sílica e alumina) em uma matriz vítrea. Esta matriz vítrea apresenta aproximadamente 65% SiO_2 , 15% Al_2O_3 e uma combinação Na_2O , Li_2O , B_2O_3 , etc. As propriedades das cerâmicas são ajustadas para as aplicações odontológicas pela seleção e controle dos diversos componentes utilizados na sua produção. A maior parte das cerâmicas apresentam excelente biocompatibilidade, estética duradoura, alta dureza, friabilidade e baixa tenacidade a fratura (Annusavice, 2013).

A cerâmica foi introduzida na odontologia por volta de 1774, quando um dentista, parisiense, Nicholas Dubois de Chemant, substituiu com sucesso suas dentaduras de marfim por porcelana. As restaurações cerâmicas em próteses fixas (inlays, onlays e coroas) foram introduzidos por Charles Land em 1886, criando restaurações estéticas, no entanto, a porcelana dental original continha um alto teor de vidro feldspático sendo extremamente frágil e fraca (60 MPa), não sendo aplicadas amplamente na odontologia (Zhang; Kelly, 2017).

Uma estratégia para fortalecer a cerâmica odontológica foi adicionar partículas de carga uniformemente dispersas à matriz de vidro, uma técnica conhecida como reforço por dispersão. Uma das partículas de carga de maior sucesso usadas em cerâmicas odontológicas é a leucita, um mineral cristalino que possui um índice de refração semelhante ao dos vidros feldspáticos. O fortalecimento das partículas também pode ser alcançado pelo tratamento térmico do vidro para facilitar a precipitação e o subsequente crescimento de cristais dentro deste, um processo denominado ceramização. As cerâmicas odontológicas produzidas pelo processo de ceramização são chamadas de cerâmicas vítreas (Denry, 1996).

As cerâmicas odontológicas podem ser divididas em 4 categorias, dependendo da composição do sistema principal: (1) sistemas à base de vidro (principalmente sílica); (2) sistemas à base de vidro (principalmente sílica) com cargas geralmente cristalinas (por exemplo, leucita ou dissilicato de lítio); (3) sistemas de base cristalina com cargas de vidro (principalmente alumina); (4) sólidos policristalinos (alumina e zircônia) (Galante; Figueiredo-Pina; Serro, 2019).

Cotes *et al.* (2013) avaliaram o efeito de diferentes tempos de condicionamento do ácido fluorídrico e limpeza ultrassônica da superfície da cerâmica feldspática na resistência a microtração. As superfícies de cimentação foram duplicadas em resina composta, e os seis grupos estudados foram: G1: condicionamento com 10% HF (30s) + Silano; G2: 10% HF (1 min) + Silano; G3: 10% HF (2 min) + Silano; G4: 10% HF (30s) + limpeza ultrassônica (4 min) em água destilada + Silano; G5: 10% HF (1 min) + limpeza ultrassônica + Silano; G6: 10% HF (2 min) limpeza ultrassônica + Silano. Os blocos cimentados foram seccionados para o teste de microtração. Os autores concluíram que a resistência de união entre a cerâmica feldspática e o cimento resinoso não é afetada por diferentes tempos de ataque com HF; e que a limpeza ultrassônica aumentou a força de adesão entre superfície cerâmica e cimento resinoso, independentemente do tempo de condicionamento.

2.2 Dissilicato de Lítio

Os sistemas cerâmicos à base de vidro com cargas apresentam uma ampla variedade de dimensões e tipos de cristal. A composição do vidro é bem semelhante aos sistemas cerâmicos a base de vidro sem carga, sendo que a diferença está na quantidade de diferentes tipos de cristais que podem ser adicionados ou cultivados na matriz vítrea. Atualmente, os tipos de cristais primários são leucita, dissilicato de lítio ou fluoroapatita (Galante; Figueiredo-Pina; Serro, 2019).

O dissilicato de lítio ($2\text{SiO}_2\text{eLi}_2\text{O}$), classificado como uma cerâmica vítrea, foi introduzido no mercado por volta da década de 90 com a formulação comercial denominada "IPS Empress 2" (Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein), sendo composto por 70% de carga de dissilicato de lítio em pequenos cristais em forma de agulha ($3\text{--}6\ \mu\text{m} \times 0,8\ \mu\text{m}$) imersos em uma matriz vítrea (Willard; Shu, 2018). Esta composição apresentava boas propriedades mecânicas (resistência à flexão: 350 MPa; tenacidade à fratura (KIC): $3,3\ \text{MPa}\sqrt{\text{m}}$; coeficiente de expansão térmica (CTE): $10,6 + 0,25\ \text{ppm}/^\circ\text{C}$). A princípio, esse material era disponibilizado comercialmente na forma de lingotes, para serem utilizados segundo o procedimento de fabricação "heat prensagem", semelhante à clássica técnica de "cera perdida". Com o objetivo de se alcançar uma melhoria das suas propriedades estéticas foi posteriormente adicionado na matriz vítrea uma cerâmica de fluorapatita muito translúcida, contendo 19-23% de cristais de fluorapatita ($\text{Ca}_5(\text{PO}_4)_3\text{F}$) (Zarone Fernando *et al.*, 2019).

Devido a uma evolução no processamento, através da utilização de cristais menores e mais uniformemente distribuídos, em 2005 uma nova formulação do dissilicato de lítio foi desenvolvida como “IPS e.max Press” (IvoclarVivadent, Schaan, Liechtenstein), exibindo propriedades mecânicas e características ópticas aprimoradas (resistência à flexão: 370–460 MPa; tenacidade à fratura (KIC): 2,8–3,5 MPaVm). O alto desempenho mecânico deste material se deve, por um lado, a uma distribuição em camadas fortemente entrelaçadas dos cristais de dissilicato alongados, impedindo a propagação de trincas nos planos e, por outro lado, a uma incompatibilidade entre os coeficientes de expansão térmica destes e a matriz vítrea, gerando uma tensão tangencial e compressiva ao redor dos cristais (Zarone *et al.*, 2019).

Com o advento da odontologia digital, o IPS e.Max CAD foi introduzido no mercado odontológico em 2006, como uma cerâmica vítrea de dissilicato de lítio, especificamente preparada para utilização no sistema CAD/CAM. O material apresenta-se em “bluestate”, onde é composto principalmente por metassilicato de lítio (Li_2SiO_3), que é em um material mais fácil de fresar e resulta em menor desgaste da broca (Li; Chow; Matinlinna, 2014). Após a fresagem, o material é tratado termicamente passando por um processo de “glazeamento” em uma única etapa, formando a restauração final de dissilicato de lítio (Zarone *et al.*, 2016). Devido à sua natureza estética, propriedades mecânicas satisfatórias e facilidade de uso, o IPS e.Max CAD tem apresentado um aumento crescente em sua utilização ao longo dos anos (Willard; Shu, 2018).

Colombo, Murillo-Gomez e De Goes (2019) avaliaram o efeito de diferentes tratamentos de superfície na morfologia da superfície de cerâmicas CAD/CAM na resistência de união ao cimento resinoso. Para tanto utilizaram sessenta seções cúbicas dos seguintes materiais (cerâmica vítrea de dissilicato de lítio [DL], cerâmica vítrea à base de leucita [LC], compósito cerâmico de matriz resinosa [RMCC]) que foram tratados da seguinte forma (n = 10): 1. sem tratamento (Controle); 2. Ácido fluorídrico a 5% aplicado por 20 s mais silano (HF5% 20 s); 3. Ácido fluorídrico a 5% aplicado por 60 s mais silano (HF5% 60 s); 4. Ácido fluorídrico a 10% aplicado por 20 s mais silano (HF10% 20 s); 5. Ácido fluorídrico a 10% aplicado por 60 s mais silano (HF10% 60 s); 6. Primer cerâmico autocondicionante (MBEP). Cubos de cerâmica foram colados a cubos de resina composta pré-polimerizada com o cimento resinoso

Variolink N (IvoclarVivadent). Os autores concluíram que todos os tratamentos com ácido fluorídrico testados mostraram eficácia de união cimento-cerâmica semelhante. O primer cerâmico autocondicionante produziu menos alterações na superfície e eficácia de adesão comparável em comparação com a aplicação separada do primer de ácido fluorídrico/silano.

2.3 Silano

Os silanos são monômeros bifuncionais, importantes para a união entre a estrutura inorgânica da cerâmica (Si – silício) e o cimento resinoso, sendo utilizados em procedimentos adesivos na odontologia desde 1977 (Murillo-Gomez; Rueggeberg; De Goes, 2017). O silano MPTS (γ - metacrilioxipropiltrimetoxisilano) é amplamente utilizado nas formulações comerciais, podendo ser encontrado em frasco único, estabelecido como pré-hidrolisado, ou em dois frascos, onde apresenta-se separado do agente ativador, neste caso, do ácido (Matinlinna; Lung; Tsoi, 2017).

A formulação química do silano é caracterizada por $L-(CH_2)_k-Si-(OH)_3$: grupos hidrolisáveis representados por $(-OH)_3$; Si, o silício; L, o grupo organo-funcional, geralmente grupo metacrilato, o qual irá reagir à matriz orgânica do material resinoso e $(CH_2)_k$, o grupo ligante (Lung; Matinlinna, 2013). Assim, os grupos funcionais hidrolisáveis do silano (grupos hidroxila: $-OH$) unem-se à cerâmica por meio de ligações covalentes, liberando moléculas de água, causando hidrólise. Neste caso, a união entre cimento resinoso e a cerâmica silanizada, é dependente do nível de hidrólise do silano (Aoki *et al.*, 2014). Finalmente, o outro grupo funcional desse monômero, geralmente o metacrilato, copolimeriza-se com o material resinoso (Nihei, 2016).

Outros métodos também podem ser utilizados para melhorar a ligação cerâmica-material resinoso, como a abrasão de partículas de óxido de alumínio de 50 μm e o emprego de primers contendo silano associado a monômeros ácidos como o 10-metacrilóiloxidecil dihidrogeno fosfato (MDP). Estes monômeros ácidos possuem capacidade de ligação quelante com cátions metálicos presentes em algumas cerâmicas (principalmente as cerâmicas policristalinas), bem como na hidroxiapatita, tendo a capacidade de ligação covalente com grupos metacrilatos presentes em agentes cimentantes resinosos. Assim a união entre o silano e um monômero de ácido fosfato, origina um "primer de cerâmica universal" que apresenta potencial de se ligar

quimicamente a um grande número de substratos restauradores e dentários (Murillo-Gomez; Rueggeberg; De Goes, 2017).

A incorporação do silano a estes adesivos, criou uma classe de materiais chamada “adesivos universais”, indicados para utilização em substratos dentários (esmalte e dentina), cerâmicas e metais. Como o silano e o 10metacrilóiloxidecil dihidrogeno fosfato (MDP) são incorporados nestes adesivos, estes produtos também podem ser indicados para melhorar a união entre cimentos resinosos, cerâmicas vítreas e não vítreas. Portanto, esses sistemas universais têm um grande potencial para fornecer adesão a uma ampla variedade de substratos e simplificar procedimentos odontológicos adesivos por meio do uso de um único produto para muitas finalidades clínicas (Van Meerbeek *et al.*, 2003).

Murillo-Gomez e De Goes (2017) avaliaram a resistência de união entre uma cerâmica vítrea e um cimento resinoso, utilizando diferentes tratamentos com silanos, sem condicionamento prévio com ácido fluorídrico (HF) na superfície da cerâmica, após curto e longo prazo de armazenamento. Cento e oitenta placas de cerâmica vítrea (IPS e.max CAD®) foram polidas e divididas em seis grupos (n=30) para receber diferentes tratamentos com silano: (1) RCP-RelyX Ceramic Primer® (silano), (2) RCP+SB-RelyX Ceramic Primer e Adper Singlebond2® (silano mais adesivo separado), (3) SBU-Scotchbond Universal® (adesivo universal contendo silano), (4) CP-Clearfil Ceramic Primer® (silano/MDP primer), (5) NC-no-silane (controle negativo) e (6) PC-condicionamento HF (5%, 20s) mais RelyX Ceramic Primer® (controle positivo). Dois cilindros de cimento resinoso (RelyX Ultimate®) foram construídos em cada placa. Os corpos de prova foram submetidos ao teste de microcisalhamento. O modo de falha foi analisado utilizando microscopia eletrônica de varredura (MEV). Os autores concluíram que nenhum dos primers de silano disponíveis comercialmente testados melhoram a união de cerâmica/cimento a longo prazo sem realizar condicionamento com HF na superfície de cerâmica. A combinação de HF e silano permanece como um tratamento padrão ouro para as cerâmicas vítreas.

2.4 Agentes cimentantes resinosos

Com os avanços da odontologia estética livre de metal, em muitos casos tornando os preparos minimamente invasivos, cada vez mais, a retenção das restaurações estéticas indiretas depende da cimentação adesiva. Portanto, a qualidade da união é de importância crescente e é um fator determinante para o sucesso a longo prazo destas restaurações. Em comparação com os cimentos tradicionais, como o policarboxilato ou o cimento de ionômero de vidro, os agentes cimentantes resinosos, conhecidos como cimentos resinosos, foram introduzidos no mercado odontológico para auxiliar na retenção das restaurações livres de metal (Tian Tian *et al.*, 2014).

Os cimentos resinosos assemelham-se as resinas compostas possuindo fases orgânica e inorgânica. A fase orgânica é constituída por uma matriz resinosa a base de bisfenolglicidil metacrilato (BIS-GMA), uretano di-metacrilato (UDMA) ou trietileno glicol dimetacrilato (TEGDMA). A adoção de grupamentos funcionais hidrófilos, nos quais estão incluídos os sistemas organofosfatados, hidroxietilmetacrilato (HEMA) e 4-META (4- metacriloxietiltrimelitano anidro), modificou a composição orgânica do cimento resinoso em relação as resinas compostas e, ainda, propiciou a possibilidade de união com a superfície da dentina, que frequentemente fica exposta na maioria dos dentes preparados. A fase inorgânica é constituída por partículas de vidro e sílica coloidal, que apresentam quantidade de carga capaz de propiciar fluidez no ato da cimentação. Os cimentos resinosos podem ser classificados de acordo sua viscosidade; carga, se com micropartículas, macropartículas ou híbrido; relacionado a composição formada por monômeros adesivos ou não e voltado para a maneira com que ocorre sua ativação, se sob forma química, por meio de luz (fotoativado) ou dual, onde pode-se obter ativação química e/ou com uso de luz (Spezzia, 2020).

Uma outra classificação para os cimentos resinosos está baseada no pré tratamento necessário do substrato dentário previamente a cimentação e pode ser dividido em: 1- cimentos resinosos convencionais (necessitam de condicionamento prévio da estrutura dentária e aplicação de sistema adesivo); 2- cimentos resinosos auto-condicionantes (não necessitam de condicionamento prévio da estrutura dentária, sendo necessária a aplicação de sistema adesivo); 3- cimentos resinosos autoadesivos (não necessitam de condicionamento prévio da estrutura dentária, nem da aplicação de sistema adesivo) (Saar *et al.*, 2009).

A maioria dos procedimentos clínicos envolvendo cimentos resinosos ocorre em circunstâncias desfavoráveis, como dentina alterada e/ou profunda, preparos subgingivais e, às vezes, com isolamento de campo desafiador. Combinados, todos estes fatores limitantes podem ter um impacto significativo na aplicação do adesivo e no desempenho subsequente quando cimentos resinosos convencionais ou autocondicionantes são utilizados (Mansoa; Carvalho, 2017).

Com o objetivo de avaliar a resistência de união de dois cimentos resinosos distintos à cerâmica de dissilicato de lítio, Mazioliet *al.* (2017) selecionaram dois grupos experimentais sendo: cimento resinoso convencional (Grupo CRC - RelyX ARC) e cimento resinoso autoadesivo (Grupo CRA - RelyX U200). Para tanto, dez discos de cerâmica de dissilicato de lítio (10 mm) foram pré-fabricados, e submetidos ao seguinte tratamento de superfície: jateamento de óxido de alumínio (Al_2O_3 , 50 μm , por 13 segundos a 1 cm de distância), lavagem por três minutos e secagem com jato de ar; condicionamento com ácido hidrofúorídrico a 10% por 20 segundos, lavagem por 60 segundos, seguida por aplicação de agente silano por, no mínimo, três minutos, sobre a superfície seca. No grupo CRC, o sistema adesivo utilizado foi o Adper Single Bond 2 (3M ESPE, St. Paul, MN, USA). No grupo CRA, o sistema adesivo utilizado foi o Single Bond Universal (3M ESPE, St. Paul, MN, USA), sem a utilização do agente silano, visto que este componente faz parte da composição deste sistema adesivo. As amostras foram submetidas ao teste de microcisalhamento para avaliar a resistência de união entre o cimento e a cerâmica. Posteriormente, o modo de falha foi analisado em microscópio ótico. Foi observado que o grupo CRC apresentou maiores valores de resistência de união (15,29 MPa) em relação ao grupo CRA (12,41 MPa). Na análise do modo de falha, nenhuma amostra obteve fratura do tipo adesiva. Em ambos os grupos, CRC (75%) e CRA (65%), obtiveram-se mais falhas do tipo mista, seguidas pela falha coesiva.

3 HIPÓTESES

A hipótese nula é de que não existe diferenças estatisticamente significante entre os diferentes tempos de condicionamento. Adicionalmente, não há diferenças estatisticamente significantes se o agente silano é usado ou não antes da aplicação do sistema adesivo.

4 OBJETIVOS

4.1 Objetivo geral

Avaliar a resistência ao cisalhamento entre os materiais resinosos – adesivo e cimento - e a superfície de cerâmica de dissilicato de lítio tratadas com ácido fluorídrico 10% com diferentes tempos de aplicação.

4.2 Objetivos específicos

- a) avaliar o efeito do condicionamento com ácido fluorídrico 10% em diferentes tempos (controle, 5, 10 e 20 segundos) sobre a cerâmica de dissilicato de lítio cimentada com o sistema adesivo Single Bond Universal e o cimento resinoso RelyX Ultimate;
- b) avaliar o efeito do condicionamento com ácido fluorídrico 10% em diferentes tempos (controle, 5, 10 e 20 segundos) sobre a cerâmica de dissilicato de lítio cimentada com o sistema adesivo Scotch Bond MP e o cimento resinoso RelyX ARC;
- c) avaliar o efeito do condicionamento com ácido fluorídrico 10% em diferentes tempos (controle, 5, 10 e 20 segundos) sobre a cerâmica de dissilicato de lítio cimentada com o sistema adesivo Single Bond 2 e o cimento resinoso RelyX ARC;
- d) avaliar o efeito do uso do silano previamente ao uso do adesivo Single Bond universal mais o cimento Ultimate da 3M ESPE sob diferentes tempos de aplicação de ácido fluorídrico;
- e) avaliar o efeito do uso do silano previamente ao uso do adesivo Scotch Bond Universal mais o cimento resinoso RelyX Universal da 3M ESPE sob diferentes tempos de aplicação de ácido fluorídrico;

5 MATERIAL E MÉTODOS

Por se tratar de um estudo “*in vitro*”, este não foi submetido ao comitê de ética em pesquisa. Na primeira parte, a metodologia usada foi a seguinte. Para a execução da metodologia experimental, foi utilizada uma resina composta para restauração direta, dois cimentos resinosos, três sistemas de união, um agente silano e placas cerâmicas, seccionadas a partir de blocos de dissilicato de lítio (IPS e.max® CAD, IvoclarVivadent, Schann, Liechtenstein, Alemanha). Os nomes comerciais, fabricantes e composição estão descritos no quadro abaixo (Quadro 1 e Fig. 1).

Quadro 1: Materiais a serem usados com suas formulações químicas descritas na coluna ao lado

Material / Fabricante	Composição
3M ESPE Z100	Bisfenol-A glicildimetacrilato (Bis-GMA) Trietilenoglicoldimetacrilato (TEGDMA) Zircônia / sílica.
Cimento resinos RelyX™ ARC / 3M ESPE	partículas inorgânicas de Zircônia/Sílica, com 67,5% em peso e tamanho médio das partículas de 1,5µm, BIS-GMA, TEGDMA, pigmentos, amina terciária, peróxido de benzoíla.
Cimento Resinoso Adesivo 3M™ RelyX™ Ultimatev Clicker™ 3M ESPE	Monômeros de metacrilato, radiopacificadores, partículas de carga silanizadas, componentes iniciadores, estabilizadores e aditivos de reologia.
Cimento Resinoso Adesivo 3M™ RelyX™ Universal Clicker™ 3M ESPE	Monômeros de metacrilatos, incluindo monômeros funcionais como o MDP (fosfato de metacriloxietila), partículas de carga (vidro, bário).
Adesivo Adper™ Single Bond 2 / 3M ESPE	carga nanoparticulada (10% em peso) e solvente de água e álcool.
Adesivo Adper™ Single Bond Universal / 3M ESPE	Silano, água, iniciadores, etanol, copolímero do ácido polialcenóico modificado por metacrilato, HEMA, resina dimetacrilato, MDP e partículas de carga.
Adesivo Adper™ Scotchbond™ Multiuso / 3M ESPE	Bisfenol A diglicidil éter dimetacrilato(BisGMA) Hidroxietilmetacrilato (HEMA).
Adesivo Adper™ Scotchbond™ Universal / 3M ESPE	Não possui derivados de BPA, como BisGMA. Monômero 10-MDP, HEMA, Silanos otimizados, etanol, água.
RelyX™ Agente Silano / 3M ESPE	Álcooletílico, água, 3-METACRILOXIPROPILTRIMETOXISILANO
IPS e.max® CAD IvoclarVivadent	% em peso: SiO ₂ (57-80), Li ₂ O (11-19), K ₂ O (0-13), P ₂ O ₅ (0-11), ZrO ₂ (0-8), ZnO (0-8), Al ₂ O ₃ (0-5), MgO (0-5), óxidos corantes (0-8)

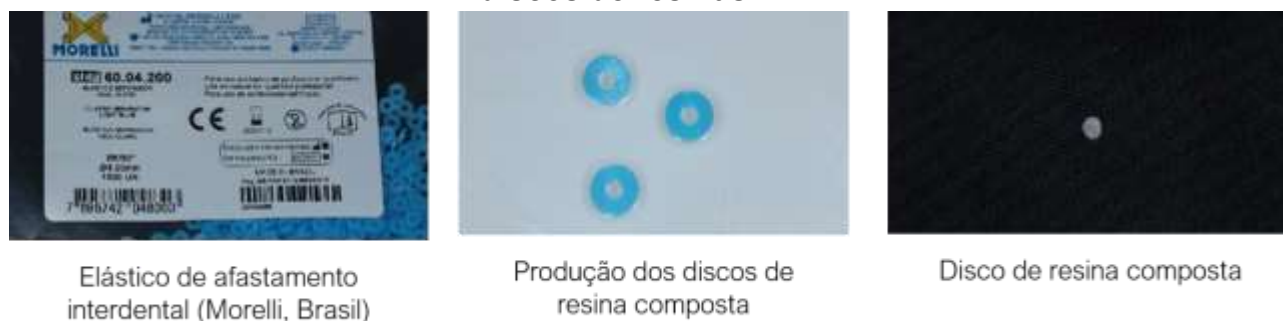
Fonte: Elaborado pelo autor

Figura 1: Materiais restauradores usados



Fonte: Elaborado pelo autor

Figura 2: Elásticos de afastamento usados como moldes para produção dos discos de resinas



Fonte: Elaborado pelo autor

Foram produzidas 12 placas cerâmicas, seccionadas a partir de blocos de dissilicato de lítio (IPS e.maxCAD, IvoclarVivadent, Schann, Liechtenstein, Alemanha), nas dimensões 10 mm x 10 mm x 2 mm, correspondendo, respectivamente, à largura, comprimento e espessura. Essas foram cortadas com disco de corte diamantado, de granulação média (ODEME, Joaçaba, Santa Catarina, Brasil), em cortador de alta precisão (ODEME, Joaçaba, Santa Catarina, Brasil) sob intensa irrigação com água. As placas foram sinterizadas em forno cerâmico específico (Programat CS; IvoclarVivadent, Schann, Liechtenstein, Alemanha), conforme as orientações do fabricante, com temperatura de 840-850°C (1544-1562°F), com velocidade de

aquecimento de 20°C por minuto, em ambiente de vácuo, para adquirir as propriedades morfológicas e mecânicas finais próprias do material vitro cerâmico. As placas cerâmicas sinterizadas foram embutidas em resina acrílica autopolimerizável (JET Artigos Odontológicos Clássico LTDA, Brasil) em um molde de junta de pvc de meia polegada (Tigre, Brasil). Após a presa da resina acrílica, cada cerâmica de dissilicato de lítio recebeu um polimento com lixas de carbetto de silício 280, 400, 600 e 1200(3M, EUA) sucessivamente, sob refrigeração de água em Lixadeira/Politriz Metalográfica Arotec Aropol 2V (Arotec, Brasil). Após este procedimento as amostras foram limpas com água corrente.

Foram construídos discos de resina Z100 (3M ESPE, EUA), na cor A3, com auxílio de elástico de afastamento interdental (Morelli, Brasil), de 1,6 mm de diâmetro e 1,2 mm de altura; fotoativados por 40 segundos com o Valo (Ultradent, EUA) na intensidade luminosa de 1000 mW/cm² (Fig. 2). Os discos de resina foram lixados apenas com lixa 211Q grão 600 (3M, EUA), limpos com spray de ar/água, para serem cimentados nas placas cerâmicas nas etapas seguintes.

Foram formados 3 grupos em função do sistema adesivo e cimento que utilizado e estes divididos em 4 subgrupos de acordo com o tempo de aplicação do ácido fluorídrico (HF) utilizado no tratamento de superfície das cerâmicas (0, 5, 10 e 20 segundos, usado como controle). Os quadros 2, 3 e 4 apresentam as condições experimentais avaliadas considerando o uso do material resinoso de cimentação, aplicação do silano e tempo de aplicação do ácido fluorídrico. Nessa superfície, duas camadas de silano foram aplicadas com auxílio de um microbrush, com um intervalo de 60 segundos entre elas e secagem com jatos de ar levemente acionados por 10 segundos.

Em G1 (Quadro 2), o adesivo Adesivo Adper™ Scotchbond™ Multiuso (3M ESPE, EUA) foi aplicado com auxílio de um microbrush produzindo uma cobertura sobre a superfície silanizada de aproximadamente 2 mm². Esta camada foi fotoativada por 20 segundos com o Valo (Ultradent, EUA) na potência de 1000 mW/cm². Essa aplicação do material adesivo repetiu-se por 20 vezes. Em seguida, o cimento RelyX™ ARC (3M ESPE, EUA) foi manipulado sobre o bloco de espatulação por 20 segundos (mistura da pasta base e catalisadora), e levado na superfície da cerâmica com o auxílio de sonda exploradora número 5 na região em que o adesivo foi aplicado (Fig. 3).

A cimentação foi feita com uma pinça clínica prendendo o disco de Z100. O uso da pinça permitiu posicionar o disco de Z100 sobre a região da cerâmica previamente coberta com a camada do adesivo e o cimento (Fig. 3). Na sequência o conjunto disco de resina/cimento foi polimerizado por 40 segundos com o Valo (Ultradent, EUA) na potência de 1000 mW/cm². Assim, cada placa cerâmica recebeu 20 cilindros de resina composta Z100, formando assim um subgrupo, n=20.

Quadro 2: Divisão de G1, grupo que usará o adesivo Adper ScotchBond MP

Grupo	Agente Silano	Sistema adesivo	Cimento	Tratamento de superfície com HF
G1.1	RelyX™ Agente Silano / 3M ESPE	Adesivo Adper™ Scotchbond™ Multiuso / 3M ESPE	Cimento RelyX™ ARC / 3M ESPE	Ausente
G1.2	RelyX™ Agente Silano / 3M ESPE	Adesivo Adper™ Scotchbond™ Multiuso / 3M ESPE	Cimento RelyX™ ARC / 3M ESPE	HF 10% 5 segundos
G1.3	RelyX™ Agente Silano / 3M ESPE	Adesivo Adper™ Scotchbond™ Multiuso / 3M ESPE	Cimento RelyX™ ARC / 3M ESPE	HF 10% 10 segundos
G1.4	RelyX™ Agente Silano / 3M ESPE	Adesivo Adper™ Scotchbond™ Multiuso / 3M ESPE	Cimento RelyX™ ARC / 3M ESPE	HF 10% 20 segundos (controle)

Fonte: Elaborado pelo autor

Nos subgrupos em que é descrito o uso do ácido fluorídrico em diferentes tempos de aplicação (5, 10 e 20 segundos), seu conteúdo foi dispensado com seringa própria sobre a cerâmica, permanecendo pelo tempo determinado antes das etapas de uso do silano, adesivo e cimento. Após a aplicação do ácido na cerâmica, esta foi lavada em água corrente por 20 segundos. Nos subgrupos 2, 3 e 4 as aplicações de silano, adesivo e cimento seguiu o mesmo protocolo descrito anteriormente.

O grupo chamado de G2 é mostrado no quadro 3. Nele foi utilizado o adesivo Adper™ Single Bond 2 (3M ESPE, EUA) combinado com o cimento RelyX™ ARC (3M ESPE, EUA). O modo de utilização dos materiais, tempos de fotoativação, divisões do grupo, sequência dos produtos foi a mesmo descrito para G1.

Quadro 3: Divisão de G2, grupo que usará o adesivo Adper Single Bond 2

Grupo	Agente Silano	Sistema adesivo	Cimento	Tratamento de superfície
G2.1	RelyX™ Agente Silano / 3M ESPE	Adesivo Fotopolimerizável Adper™ Single Bond 2 / 3M ESPE	Cimento RelyX™ ARC / 3M ESPE	Ausente
G2.2	RelyX™ Agente Silano / 3M ESPE	Adesivo Fotopolimerizável Adper™ Single Bond 2 / 3M ESPE	Cimento RelyX™ ARC / 3M ESPE	HF 10% 5 segundos
G2.3	RelyX™ Agente Silano / 3M ESPE	Adesivo Fotopolimerizável Adper™ Single Bond 2 / 3M ESPE	Cimento RelyX™ ARC / 3M ESPE	HF 10% 10 segundos
G2.4	RelyX™ Agente Silano / 3M ESPE	Adesivo Fotopolimerizável Adper™ Single Bond 2 / 3M ESPE	Cimento RelyX™ ARC / 3M ESPE	HF 10% 20 segundos (controle)

Fonte: Elaborado pelo autor

No grupo G3 (Quadro 4) não foi realizado tratamento prévio com agente silano, pois o sistema adesivo utilizado contém silano em sua composição (Single Bond Universal, 3M ESPE) e o cimento utilizado foi o Cimento Resinoso Adesivo 3M™ RelyX™ UltimateClicker™ 3M ESPE, indicado para a utilização com o sistema adesivo citado. O cimento RelyX™ UltimateClicker™ 3M ESPE foi utilizado da mesma maneira que o cimento RelyX™ ARC descrito nos grupos anteriores.

Quadro 4: Divisão de G3, grupo que usará o adesivo Single Bond Universal e o cimento RelyX™ Ultimate

Grupo	Agente Silano	Sistema adesivo	Cimento	Tratamento de superfície
G3.1	Não se aplica	Single Bond Universal / 3M ESPE	Cimento Resinoso Adesivo 3M™ RelyX™ UltimateClicker™ 3M ESPE	Ausente
G3.2	Não se aplica	Single Bond Universal / 3M ESPE	Cimento Resinoso Adesivo 3M™ RelyX™ UltimateClicker™ 3M ESPE	HF 10% 5 segundos
G3.3	Não se aplica	Single Bond Universal / 3M ESPE	Cimento Resinoso Adesivo 3M™ RelyX™ UltimateClicker™ 3M ESPE	HF 10% 10 segundos
G3.4	Não se aplica	Single Bond Universal / 3M ESPE	Cimento Resinoso Adesivo 3M™ RelyX™ UltimateClicker™ 3M ESPE	HF 10% 20 segundos (controle)

Legenda: Nesta divisão o agente silano não será usado

Fonte: Elaborado pelo autor

Após os procedimentos de cimentação, cada placa de cerâmica contendo as cimentações foi armazenada em água destilada a 37°C por 72 horas. Após o breve período de armazenamento, foi realizado o ensaio mecânico utilizando o teste de resistência ao cisalhamento, em que cada conjunto cerâmica e resina compostas será fixado em um dispositivo para ensaios de cisalhamento (Odeme; Luzerna, Santa Catarina, Brasil) adaptado à máquina de ensaios universais Emic 500 (Emic Model 500; São José dos Pinhais, Brasil). A velocidade do teste foi de 0,5 mm por minuto. A força em Newtons (N) da quebra dos corpos de prova foi posteriormente convertida em MegaPascal (MPa) em função da área de contato de cada cimento com a cerâmica (1,23 mm²).

Figura 3: Procedimento de cimento sobre a placa cerâmica de dissilicato de lítio



Fonte: Elaborado pelo autor

Os resultados foram submetidos a análise estatística com o software Jamovi (The jamovi project (2023). *jamovi*. (Version 2.4) [Computer Software]. Retrieved from <https://www.jamovi.org>). Primeiro os dados foram submetidos ao teste de normalidade *Shapiro-Wilk* e, em seguida, ao teste não paramétrico Kruskal-Wallis e regressão linear para análise do efeito do tempo de condicionamento e sistema adesivo/cimento na resistência de união pelo ensaio de resistência ao cisalhamento.

Para o segundo artigo, a metodologia aplicada é descrita a seguir.

Os materiais utilizados na pesquisa estão descritos no quadro 1.

5.1 Confeção dos corpos de prova

Para realizar esta pesquisa, vinte corpos de prova foram preparados para cada grupo (n=20). Doze blocos de cerâmica a base de dissilicato de lítio (IPS – E.max IvoclarVivadent, Schaan, Liechtenstein), sinterizados a 840-850°C (1544-1562°F) foram colocados sobre uma placa de vidro, delimitados por um tubo de PVC de 1/2 polegada. Em seguida, as cerâmicas foram fixadas dentro desses tubos utilizando resina acrílica autopolimerizável (JET Artigos Odontológicos Clássico LTDA, Brasil), até a sua completa polimerização.

Depois polimerização da resina acrílica, cada cerâmica de dissilicato de lítio recebeu um polimento com lixas de carbetto de silício 280, 400, 600 e 1200 sucessivamente, sob refrigeração de água em Lixadeira/Politriz Metalográfica Arotec Aropol 2V (Arotec, Brasil). Após este procedimento as amostras foram limpas com água corrente.

Discos de resina composta Z100 (3M ESPE, St. Paul, MN, EUA) foram produzidos com um molde de elásticos de silicone para afastamento interdental (Morelli, Brasil) com 1,0 mm de altura e orifício interno de 1,5 mm de diâmetro. A borracha de silicone foi posicionada sobre uma placa de vidro e a resina composta Z 100 inserida no seu orifício, sendo fotoativado por 20 segundos com fotopolimerizador Valo, Ultradent. Em seguida, os discos de resina foram lixados em lixas de gramatura 600, para que fossem removidas todas as irregularidades da resina e limpos com spray de ar/água para depois serem destinados ao procedimento de cimentação.

A figura 4 mostra os sistemas adesivos e cimentos resinosos empregados no estudo. Estes foram o adesivo Universal (ambos da 3M ESPE, EUA) juntamente com o cimento RelyX Ultimate e o adesivo Scotch Bond Universal Plus e o cimento RelyX Universal (ambos da 3M ESPE, EUA). Os dois sistemas adesivos foram aplicados da seguinte forma: com o auxílio de um microbrush, uma camada fina e homogênea do adesivo foi aplicada de modo a recobrir uma área aproximada de 2 mm² da superfície cerâmica, previamente silanizada ou não, de acordo com o grupo experimental. Essa camada adesiva foi fotoativada por 20 segundos utilizando uma unidade fotoativadora LED (Valo, Ultradent, EUA), com irradiância de 1000 mW/cm².

Esse procedimento de aplicação e fotoativação do adesivo foi repetido 20 vezes em cada bloco cerâmico, resultando na formação de múltiplas áreas adesivadas por espécime. Em seguida, o respectivo cimento resinoso foi manipulado sobre bloco de espatulação por 20 segundos, por meio da mistura das pastas base e catalisadora, e aplicado sobre a superfície cerâmica nas áreas previamente adesivadas, utilizando uma sonda exploradora nº 5. No caso do cimento resinoso RelyX Universal, a etapa de manipulação não foi necessária, uma vez que o material foi dispensado diretamente por meio de seringa automisturadora com ponta aplicadora, conforme as recomendações do fabricante. A cimentação foi realizada com o auxílio de uma pinça clínica, utilizada para segurar o disco de resina composta Z100. O uso da pinça permitiu o posicionamento preciso do disco de Z100 sobre a região da cerâmica previamente recoberta pelo sistema adesivo e pelo cimento resinoso (Fig. 3). Na

sequência, o conjunto disco de resina/cimento foi fotoativado por 40 segundos utilizando uma unidade fotoativadora LED (Valo, Ultradent, EUA), com irradiância de 1000 mW/cm². Dessa forma, cada placa cerâmica recebeu 20 cilindros de resina composta Z100, constituindo um subgrupo experimental (n = 20).

5.2 Divisão de grupos experimentais

Doze grupos experimentais foram conduzidos para receberem a cimentação dos discos de resina (n=20) com auxílio de pinça clínica e sonda exploradora. Os grupos são detalhados na figura 4, bem como os materiais resinosos de cimentação usado em cada um.

Figura 4. Divisão dos grupos experimentais, protocolo de cimentação para cada grupo, divisão dos grupos para protocolo de envelhecimento



Fonte: Elaborado pelo autor

5.3 Testes de cisalhamento

Após 72 horas de armazenamento em água destilada a 37°C, os corpos de prova foram posicionados em um dispositivo específico para ensaio de cisalhamento

(ODEME, Brasil), o qual foi acoplado a uma máquina de ensaios universal (Emic DL 500, São José dos Pinhais, PR, Brasil), com célula de carga de 500 N. O cinzel permaneceu fixo à máquina de ensaio universal e foi posicionado de modo a atuar tangencialmente ao cilindro de resina composta, o mais próximo possível da linha de cimentação do corpo de prova. O ensaio foi realizado com velocidade constante de 0,5 mm/min até o deslocamento completo e fratura do disco de resina composta cimentado à superfície cerâmica. A força máxima de ruptura, expressa em Newtons (N), foi registrada no momento da falha e posteriormente convertida em megapascal (MPa), considerando a área de adesão previamente padronizada de 1,76 mm².

A análise estatística foi conduzida utilizando os softwares BioEstat (versão 5.0, Brasil) e Jamovi (Jamovi Software, Amsterdã, Holanda). Inicialmente, os dados foram submetidos ao teste de normalidade de Kolmogorov–Smirnov no BioEstat. Em seguida, foi realizada Análise de Variância (ANOVA) de três fatores, seguida pelo teste post hoc de Tukey no Jamovi, com o objetivo de identificar diferenças estatisticamente significativas entre os grupos experimentais ($\alpha = 0,05$).

6 ARTIGO CIENTÍFICO 1

Tempo de condicionamento ácido e silanização: impacto na resistência de união de sistemas adesivos e cimentos resinosos ao dissilicato de lítio

Artigo formatado dentro das normas do periódico **Dental Materials**.

As normas para submissão de artigos podem ser visualizadas no endereço eletrônico: <https://www.sciencedirect.com/journal/dental-materials/publish/guide-forauthors>

TEMPO DE CONDICIONAMENTO ÁCIDO E SILANIZAÇÃO: impacto na resistência de união de sistemas adesivos e cimentos resinosos ao dissilicato de lítio

Luciano de Oliveira Martins Junior¹; Alberto Nogueira da Gama Antunes²

¹Doutorando no Programa de Pós Graduação em Odontologia, Pontifícia Universidade Católica de Minas Gerais, Belo Horizonte, Minas Gerais, Brasil.

²Professor Adjunto, Departamento de Odontologia, Programa de Pós Graduação em Odontologia, Pontifícia Universidade Católica de Minas Gerais, Belo Horizonte, Minas Gerais, Brasil.

Autor correspondente: Dr. Alberto Nogueira da Gama Antunes, Programa de Pós-Graduação em Odontologia - PUC Minas, Av. Dom José Gaspar, 500, Prédio 46/Sala 101 – Coração Eucarístico, CEP: 30535-901 – Belo Horizonte/MG, Brasil, Telefone: +55 31 99587-5312, E-mail: antunes1978@gmail.com.

RESUMO

Objetivo: Avaliar a influência do tempo de condicionamento com ácido fluorídrico (HF) e da silanização na resistência ao cisalhamento de sistemas adesivos ao dissilicato de lítio.

Métodos: Placas de cerâmica de dissilicato de lítio (IPS e.max CAD) foram condicionadas com HF a 10% por 0, 5, 10 ou 20 s e cimentadas com sistemas adesivos universais associados aos respectivos cimentos resinosos. Os corpos de prova foram armazenados em água destilada por 72 h e submetidos ao ensaio de resistência ao cisalhamento. Os dados foram analisados por testes não paramétricos e regressão linear ($\alpha = 0,05$).

Resultados: O condicionamento com HF aumentou significativamente a resistência de união, com estabilização dos valores entre 5 e 10 s. A silanização promoveu maior resistência e menor variabilidade. Tempos mais longos de ataque ácido aumentaram a dispersão dos dados.

Conclusão: O condicionamento por 20 segundos aumentou os valores de resistência, especialmente para os sistemas Scotchbond MP + ARC e Universal + Ultimate, porém com maior dispersão dos resultados, indicando menor previsibilidade. O sistema Single Bond 2 + ARC apresentou desempenho inferior e menor sensibilidade ao tempo de condicionamento. De modo geral, tempos intermediários de condicionamento (5–10 s) mostraram melhor equilíbrio entre resistência e variabilidade, configurando-se como o protocolo mais estável.

Palavras-chave: Dissilicato de lítio; Ácido fluorídrico; Silano; Sistemas universais; Cimentação resinosa.

1. Introdução

A Odontologia estética tem apresentado expressiva evolução nas últimas décadas, impulsionada tanto pela crescente demanda dos pacientes por reabilitações mais estéticas quanto pelo avanço das tecnologias relacionadas à adesão de materiais restauradores aos tecidos dentários. Nesse contexto, as cerâmicas livres de infraestrutura metálica tornaram-se amplamente indicadas para a reabilitação de esmalte e dentina perdidos, em virtude de suas propriedades estéticas e funcionais favoráveis [1]. As cerâmicas vítreas destacam-se como materiais de escolha para restaurações indiretas estéticas, por atenderem adequadamente aos requisitos ópticos e mecânicos exigidos como substitutos dos tecidos dentários [1]. Entre elas, a cerâmica vítrea à base de dissilicato de lítio apresenta excelente desempenho clínico em restaurações parciais e totais, consolidando-se como alternativa aos sistemas metalocerâmicos convencionais. Além disso, sua compatibilidade com sistemas CAD/CAM permite maior previsibilidade e rapidez na fabricação das restaurações, reduzindo falhas inerentes aos processos convencionais de inclusão e cocção [2].

Diferentemente das próteses metalocerâmicas, cuja retenção está majoritariamente relacionada à retenção friccional e ao uso de cimentos à base de fosfato de zinco, o sucesso clínico das restaurações cerâmicas livres de metal depende essencialmente da qualidade da adesão promovida pelos cimentos resinosos durante a cimentação adesiva. Para tanto, as superfícies de esmalte, dentina e cerâmica devem ser adequadamente condicionadas e associadas ao uso de sistemas adesivos [3,4]. A qualidade da interface adesiva é influenciada por múltiplos fatores, destacando-se a rugosidade superficial interna da cerâmica, que favorece a retenção micromecânica dos agentes cimentantes resinosos [5,6]. Os tratamentos de superfície mais empregados incluem o jateamento com óxido de alumínio, o condicionamento com ácido fluorídrico (HF) e a silanização, embora diferenças na composição das cerâmicas exijam protocolos específicos [2].

As cerâmicas odontológicas podem ser classificadas quanto à sua suscetibilidade ao HF em ácido-sensíveis e ácido-resistentes. As cerâmicas ácido-sensíveis, como as feldspáticas, à base de leucita e de dissilicato de lítio, sofrem degradação seletiva da fase vítrea após o condicionamento ácido, expondo a estrutura cristalina e gerando uma topografia favorável à adesão micromecânica [3]. Essas

modificações aumentam a energia superficial e a molhabilidade da cerâmica, favorecendo a interação com materiais adesivos [7-9]. A interação química entre a superfície cerâmica condicionada e os materiais resinosos ocorre por meio do silano, um monômero bifuncional que promove a ligação entre a fase inorgânica da cerâmica e a matriz orgânica do cimento resinoso. Após a hidrólise dos grupos alcoxi, ocorre a formação de ligações siloxânicas com a sílica da cerâmica, enquanto o grupo metacrilato copolimeriza-se com o cimento resinoso, formando uma rede tridimensional estável [10,11].

Diante desse contexto, o presente estudo teve como objetivo avaliar, *in vitro*, o efeito de diferentes materiais resinosos cimentantes e de distintos tempos de condicionamento com ácido fluorídrico a 10% (0, 5, 10 e 20 segundos) na resistência ao cisalhamento de uma cerâmica de dissilicato de lítio. A hipótese nula testada foi a de que o conjunto de materiais cimentantes e/ou os diferentes tempos de aplicação do HF não influenciam a resistência ao cisalhamento entre a cerâmica de dissilicato de lítio e o material resinoso.

2. Material e Métodos

Para a execução da metodologia experimental, foi utilizada uma resina composta para restauração direta, dois cimentos resinosos, três sistemas de união, um agente silano e placas cerâmicas, seccionadas a partir de blocos de dissilicato de lítio (IPS e.max® CAD, IvoclarVivadent, Schann, Liechtenstein, Alemanha). Os nomes comerciais, fabricantes e composição estão descritos no quadro abaixo (Quadro 1 e Fig. 1).

Foram produzidas 12 placas cerâmicas, seccionadas a partir de blocos de dissilicato de lítio (IPS e.maxCAD, IvoclarVivadent, Schann, Liechtenstein, Alemanha), nas dimensões 10 mm x 10 mm x 2 mm, correspondendo, respectivamente, à largura, comprimento e espessura. Essas foram cortadas com disco de corte diamantado, de granulação média (ODEME, Joaçaba, Santa Catarina, Brasil), em cortador de alta precisão (ODEME, Joaçaba, Santa Catarina, Brasil) sob intensa irrigação com água. As placas foram sinterizadas em forno cerâmico específico (Programat CS; IvoclarVivadent, Schann, Liechtenstein, Alemanha), conforme as orientações do fabricante, com temperatura inicial de 403°C até 730°C, com velocidade de aquecimento de 20°C por minuto, em ambiente de vácuo, para adquirir as

propriedades morfológicas e mecânicas finais próprias do material vitrocerâmico. As placas cerâmicas sinterizadas foram embutidas em resina acrílica autopolimerizável (JET Artigos Odontológicos Clássico LTDA, Brasil) em um molde de junta de pvc de meia polegada (Tigre, Brasil). Após a presa da resina acrílica, cada cerâmica de dissilicato de lítio recebeu um polimento com lixas de carbeto de silício 280, 400, 600 e 1200 (3M, EUA) sucessivamente, sob refrigeração de água em Lixadeira/Politriz Metalográfica Arotec Aropol 2V (Arotec, Brasil). Após este procedimento as amostras foram limpas com água corrente.

Foram construídos discos de resina Z100 (3M ESPE, EUA), na cor A3, com auxílio de elástico de afastamento interdental (Morelli, Brasil), de 1,6 mm de diâmetro e 1,2 mm de altura; fotoativados por 40 segundos com o Valo (Ultradent, EUA) na intensidade luminosa de 1000 mW/cm² (Fig. 2). Os discos de resina foram lixados apenas com lixa 211Q grão 600 (3M, EUA), limpos com spray de ar/água, para serem cimentados nas placas cerâmicas nas etapas seguintes.

Foram formados 3 grupos em função do sistema adesivo e cimento que utilizado e estes divididos em 4 subgrupos de acordo com o tempo de aplicação do ácido fluorídrico (HF) utilizado no tratamento de superfície das cerâmicas (0, 5, 10 e 20 segundos, usado como controle). Os quadros 2, 3 e 4 apresentam as condições experimentais avaliadas considerando o uso do material resinoso de cimentação, aplicação do silano e tempo de aplicação do ácido fluorídrico. Na superfície da cerâmica vítrea, duas camadas de silano foram aplicadas com auxílio de um microbrush, com um intervalo de 60 segundos entre elas e secagem com jatos de ar levemente acionados por 10 segundos.

Em G1 (Quadro 2), o adesivo Adesivo Adper™ Scotchbond™ Multiuso (3M ESPE, EUA) foi aplicado com auxílio de um microbrush produzindo uma cobertura sobre a superfície silanizada de aproximadamente 2 mm². Esta camada foi fotoativada por 20 segundos com o Valo (Ultradent, EUA) na potência de 1000 mW/cm². Essa aplicação do material adesivo repetiu-se por 20 vezes. Em seguida, o cimento RelyX™ ARC (3M ESPE, EUA) foi manipulado sobre o bloco de espatulação por 20 segundos (mistura da pasta base e catalisadora), e levado na superfície da cerâmica com o auxílio de sonda exploradora número 5 na região em que o adesivo foi aplicado (Fig. 3).

A cimentação foi feita com uma pinça clínica prendendo o disco da resina composta Z100. O uso da pinça permitiu posicionar o disco da resina composta Z100

sobre a região da cerâmica previamente coberta com a camada do adesivo e o cimento (Fig. 3). Na sequência o conjunto disco de resina/cimento foi polimerizado por 40 segundos com o Valo (Ultradent, EUA) na potência de 1000 mW/cm². Assim, cada placa cerâmica recebeu 20 cilindros de resina composta Z100, formando assim um subgrupo, n=20.

Nos subgrupos em que é descrito o uso do ácido fluorídrico em diferentes tempos de aplicação (5, 10 e 20 segundos), seu conteúdo foi dispensado com seringa própria sobre a cerâmica, permanecendo pelo tempo determinado antes das etapas de uso do silano, adesivo e cimento. Após a aplicação do ácido na cerâmica, esta foi lavada em água corrente por 20 segundos. Nos subgrupos 2, 3 e 4 as aplicações de silano, adesivo e cimento seguiu o mesmo protocolo descrito anteriormente.

O grupo chamado de G2 é mostrado no quadro 3. Nele foi utilizado o adesivo Adper™ Single Bond 2 (3M ESPE, EUA) com o cimento resinoso RelyX™ ARC (3M ESPE, EUA). O modo de utilização dos materiais, tempos de fotoativação, divisões do grupo, sequência dos produtos foi a mesmo descrito para G1.

No grupo G3 (Quadro 4) não foi realizado tratamento prévio com agente silano, pois o sistema adesivo utilizado contém silano em sua composição (Single Bond Universal, 3M ESPE) e o cimento utilizado foi o Cimento Resinoso Adesivo 3M™ RelyX™ Ultimate Clicker™ 3M ESPE, indicado para a utilização com o sistema adesivo citado. O cimento RelyX™ Ultimate Clicker™ 3M ESPE foi utilizado da mesma maneira que o cimento RelyX™ ARC descrito nos grupos anteriores.

Após os procedimentos de cimentação, cada placa de cerâmica contendo as cimentações foi armazenada em água destilada a 37°C por 72 horas. Após o breve período de armazenamento, foi realizado o ensaio mecânico utilizando o teste de resistência ao cisalhamento, em que cada conjunto, cerâmica e resina compostas, será fixado em um dispositivo para ensaios de cisalhamento (Odeme; Luzerna, Santa Catarina, Brasil) adaptado à máquina de ensaios universais Emic 500 (Emic Model 500; São José dos Pinhais, Brasil). A velocidade do teste foi de 0,5 mm por minuto. A força em Newtons (N) da quebra dos corpos de prova foi posteriormente convertida em MegaPascal (MPa) em função da área de contato de cada cimento com a cerâmica (1,23 mm²).

Os resultados foram submetidos a análise estatística com o software open Source Jamovi (Thejamovi project (2023). *jamovi*. (Version 2.4) [Computer Software]. Retrieved from <https://www.jamovi.org>). Primeiro os dados foram submetidos ao teste

de normalidade *Shapiro-Wilk* e, em seguida, ao teste não paramétrico Kruskal-Wallis e regressão linear para análise do efeito do tempo de condicionamento e sistema adesivo/cimento na resistência de união pelo ensaio de resistência ao cisalhamento.

3. Resultados

A Tabela 1 apresenta os resultados descritivos de resistência ao cisalhamento (MPa) obtidos para os diferentes grupos experimentais, considerando os sistemas adesivos avaliados (Adper™Single Bond Universal + RelyX™ Ultimate, Adper™Scotchbond MP + RelyX™ ARC e Adper™Single Bond 2 + RelyX™ ARC) e os tempos de condicionamento com ácido fluorídrico (0, 5, 10 e 20 segundos).

Foram calculadas a média, mediana, desvio-padrão, valores mínimo e máximo, e os percentis 25, 50 e 75. De maneira geral, observou-se que o aumento do tempo de condicionamento resultou em incremento progressivo da resistência ao cisalhamento para todos os sistemas adesivos. O grupo Universal/20 s apresentou média de $30,3 \pm 12,4$ MPa (P75 = 37,1 MPa), enquanto o Adper™Scotchbond MP/20 s atingiu $37,5 \pm 24,0$ MPa (P75 = 48,6 MPa). O Adper™Single Bond 2/20 s, por outro lado, manteve valores inferiores ($19,7 \pm 11,8$ MPa; P75 = 22,9 MPa), sugerindo menor eficiência adesiva neste sistema.

A análise dos percentis evidencia que os valores de P75 se elevaram com o tempo de condicionamento, especialmente nos grupos Adper™Single Bond Universal e Adper™ScotchBond MP, o que sugere ganho de desempenho nas amostras de maior qualidade adesiva. Por outro lado, os P25 mantiveram-se relativamente estáveis ou até reduzidos, evidenciando maior dispersão e comportamento menos previsível, principalmente nos grupos condicionados por 20 s — fenômeno que pode refletir heterogeneidade superficial ou falhas localizadas na adesão.

3.1 Análise inferencial: teste de Kruskal–Wallis

O teste de Kruskal–Wallis, seguido do pós-teste de Dunn (Tabela 2 e Fig. 4), foi aplicado para avaliar as diferenças entre sistemas adesivos em cada tempo de condicionamento e entre tempos dentro de cada sistema. Diferenças estatisticamente

significantes ($p < 0,05$) foram identificadas nas comparações de 0 s, 5 s e 20 s, tanto entre adesivos quanto ao longo do tempo de condicionamento.

Aos 0 s (sem condicionamento), o Adper™Single Bond Universal + RelyX™ Ultimate apresentou resistência semelhante ao Adper™ScotchBond MP + RelyX™ ARC, porém superior ao Single Bond 2 + ARC ($p = 0,0246$). Com 5 s de condicionamento, todos os grupos mostraram aumento substancial de resistência, com destaque para o Universal e o Adper™ScotchBond MP, ambos significativamente superior ao SB2 ($p = 0,0064$). Aos 10 s, as diferenças não foram estatisticamente significantes ($p = 0,2342$), sugerindo estabilização do efeito do HF. Contudo, aos 20 s, o Adper™ScotchBond MP + RelyX™ ARC exibiu desempenho máximo (37,5 MPa), significativamente superior ao Adper™ Single Bond 2 + RelyX™ ARC ($p = 0,0016$).

As análises dentro de cada adesivo também revelaram variações temporais expressivas ($p < 0,0001$ para Adper™Single Bond Universal e Adper™ScotchBond MP), confirmando a influência do tempo de condicionamento na resistência de união. No caso do Adper™SingleBond 2, as diferenças internas não atingiram significância estatística, reforçando a hipótese de menor sensibilidade desse sistema ao tratamento da superfície cerâmica.

3.2 Modelos de regressão linear

Os modelos de regressão linear (Tabelas 3 a 7) foram empregados para investigar a relação entre o tempo de condicionamento e a resistência ao cisalhamento em cada sistema adesivo de forma separada.

3.3 Universal + Ultimate

O modelo apresentou $R^2 = 0,422$ ($p < 0,001$), indicando que aproximadamente 42% da variabilidade dos resultados é explicada pelo tempo de condicionamento. O coeficiente negativo entre 0 s e 20 s ($-24,33$ MPa; $p < 0,001$) confirma o aumento substancial da resistência após o condicionamento, enquanto as comparações entre 5–20 s e 10–20 s não foram significantes, sugerindo saturação do efeito após 5 s.

3.4 Scotchbond MP + ARC

O modelo também foi significativo ($p < 0,001$; $R^2 = 0,293$), com aumento progressivo da resistência até 20 s. O contraste 0–20 s ($-29,36$ MPa; $p < 0,001$) reforça a importância do condicionamento ácido. A diferença entre 5 s e 20 s ($-11,61$ MPa; $p = 0,045$) indica que tempos mais longos ainda proporcionam ganho adicional, embora modesto, enquanto 10 s–20 s não se distinguiu estatisticamente.

3.5 Single Bond 2 + ARC

O modelo revelou $R^2 = 0,322$ ($p < 0,001$), demonstrando sensibilidade intermediária ao tempo de condicionamento. A diferença 0–20 s ($-14,21$ MPa; $p < 0,001$) foi significativa, mas as demais comparações não foram indicando que o SB2 responde positivamente ao condicionamento inicial, sem ganho para os tempos intermediários (5 e 10 s).

Os resultados confirmam que o condicionamento com HF é determinante para a resistência de união entre cimento resinoso e cerâmica de dissilicato de lítio, corroborando a literatura que descreve a criação de microrretenções e aumento da energia superficial após a dissolução da fase vítrea. Os valores mais elevados de resistência observados para o Scotchbond MP + ARC e o Universal + Ultimate refletem sistemas adesivos com maior potencial químico e micromecânico de união, em consonância com estudos prévios que destacam a importância da etapa de silanização eficiente e da compatibilidade entre adesivo e cimento.

A ampla dispersão dos dados, especialmente nos grupos condicionados por 20 s, indica que o ganho máximo de adesão pode vir acompanhado de aumento da variabilidade, possivelmente devido à formação irregular da topografia superficial e à maior susceptibilidade a defeitos locais. Esse comportamento reforça a necessidade de análises complementares por percentis isolados (P25, P50, P75), que podem revelar nuances mascaradas pela média ou pela mediana, conforme discutido no capítulo de análise avançada.

4. Discussão

A fase de cimentação das restaurações indiretas é uma etapa crítica das reabilitações orais. Trata-se de um processo composto por diversas etapas clínicas, em que cada uma delas representa um potencial ponto de falha capaz de comprometer a adaptação da peça protética e sua longevidade clínica. Diante dos resultados encontrados, a hipótese nula foi rejeitada. O condicionamento com ácido fluorídrico (HF) mostrou-se determinante para a união entre a cerâmica de dissilicato de lítio e os materiais resinosos, corroborando a literatura que associa a dissolução parcial da fase vítrea à formação de microrretenções e ao aumento da energia superficial do substrato [3, 7-9]. Essa modificação topográfica cria condições ideais para a ancoragem micromecânica dos cimentos e, associada à silanização, potencializa o acoplamento químico entre a matriz inorgânica da cerâmica e a fase orgânica dos monômeros metacrilatos [10,11].

O aumento da resistência ao cisalhamento observado entre 0 e 10 segundos de condicionamento reflete a otimização da microtextura superficial e o consequente aumento da área de contato entre substrato e cimento. Esse comportamento está de acordo com achados prévios [12].

Cotes et al. [13], que relataram ganhos significativos até certo ponto de saturação, além do qual o prolongamento do ataque não resulta em benefícios adicionais. No presente estudo, os modelos de regressão linear mostraram estabilização do ganho de resistência após 5 a 10 segundos de condicionamento — tempo que parece representar o equilíbrio entre remoção controlada da fase vítrea e preservação estrutural da matriz cerâmica. Condicionamentos mais prolongados, como 20 segundos, levaram a maior dispersão dos resultados, possivelmente devido à formação de irregularidades amplas, microtrincas e heterogeneidade topográfica [14,15].

Entre os sistemas avaliados, o Scotchbond MP + ARC apresentou os maiores valores de resistência, seguido pelo Universal + Ultimate e, por último, pelo Single Bond 2 + ARC. O desempenho superior do primeiro grupo reflete a eficácia da aplicação separada de silano e do sistema adesivo convencional de três passos, confirmando o padrão-ouro descrito por Murillo-Gómez e De Goes [2]. Já o desempenho intermediário do Universal + Ultimate demonstra que adesivos universais podem simplificar o protocolo clínico, embora a incorporação do silano em

formulações ácidas possa comprometer sua estabilidade química [16]. O comportamento inferior do Single Bond 2 confirma a importância de monômeros funcionais, como o MDP presente no adesivo universal, e de como a silanização ativa e independente contribui para os seus valores de resistência de união [17].

A análise dos percentis mostrou que o aumento da resistência média não é acompanhado por uma melhoria uniforme da distribuição dos valores. Os percentis superiores (P75) indicam ganhos expressivos em amostras de melhor desempenho, enquanto os percentis inferiores (P25) mantêm-se baixos, revelando variação significativa entre as amostras. Assim, tempos intermediários de condicionamento (5 a 10 s) parecem oferecer o melhor equilíbrio entre resistência e previsibilidade clínica.

O comportamento observado pode ser explicado pela cinética da ação química do ácido. Estudos de Deany [18] e Zhang & Kelly [19] relataram que o HF remove rapidamente a fase vítrea nas primeiras exposições, expondo os cristais de dissilicato e aumentando a energia superficial; após alguns segundos, a taxa de dissolução diminui, tornando a erosão mais localizada e irregular. Esse padrão é coerente com o platô observado entre 10 e 20 segundos, indicando que o ganho de resistência atinge um limite físico controlado pela estrutura da cerâmica.

Algumas limitações devem ser consideradas. O delineamento in vitro, embora permita controle rigoroso das variáveis experimentais, não reproduz integralmente o ambiente clínico, em que umidade, variações térmicas e tensões mastigatórias interagem simultaneamente. Ao contrário, nele é possível isolar fatores e testar hipótese que muito embora sejam limitadas podem permitir um pouco mais de controle das variáveis. Ainda assim, o ensaio de cisalhamento, apesar de amplamente utilizado, pode gerar tensões não homogêneas na interface, superestimando ou subestimando os valores de adesão. Constitui numa limitação metodológica, uma característica do ensaio que pelo menos aconteceu para todos os grupos. Além disso, o estudo avaliou apenas uma cerâmica vítrea (dissilicato de lítio) e uma concentração de HF, o que restringe a generalização dos resultados.

A dispersão observada reflete a natureza multifatorial do processo adesivo, em que variáveis como evaporação de solvente, espessura do filme adesivo e homogeneidade do silano influenciam o desempenho final [14,20]. Durante um processo de envelhecimento artificial, essas diferenças iniciais tendem a se amplificar por meio da hidrólise das ligações siloxânicas, absorção de água e plasticização da matriz resinosa [10,21]. Esse processo evidencia o papel do envelhecimento como

desafio da interface adesiva, permitindo avaliar a durabilidade química e micromecânica da união frente às condições adversas de umidade e variação térmica [19].

Em síntese, o aumento do tempo de condicionamento com HF eleva a resistência de união até um ponto de saturação, mas também amplia a variabilidade dos resultados. O intervalo de 5 a 10 segundos de condicionamento com HF a 10%, seguido de silanização ativa e aplicação de adesivo compatível com cimento de polimerização dual, mostrou-se o protocolo mais equilibrado, conciliando resistência e previsibilidade clínica.

5. Conclusão

Com base nos resultados obtidos, conclui-se que o tempo de condicionamento com ácido fluorídrico influencia diretamente a resistência de união entre o cimento resinoso e a cerâmica vítrea de dissilicato de lítio. O aumento do tempo de ataque até 20 segundos elevou significativamente os valores de resistência, especialmente para os sistemas Scotchbond MP + ARC e Universal + Ultimate, embora tenha sido acompanhado por maior dispersão dos resultados, indicando redução da previsibilidade da adesão. O Single Bond 2 + ARC apresentou desempenho inferior e menor sensibilidade ao tempo de condicionamento, refletindo sua limitação química na interação com a superfície cerâmica. De forma geral, tempos intermediários de condicionamento (5-10s) mostraram-se mais equilibrados, proporcionando bons níveis de resistência e menor variabilidade, configurando-se como o protocolo mais estável para a união ao dissilicato de lítio.

Referências

- [1] Sakrana AA, Özcan M. Effect of chemical etching solutions versus air abrasion on the adhesion of self-adhesive resin cement to IPS e.max ZirCAD with and without aging. *Int J Esthet Dent*. 2017;12(1):72-85.
- [2] Murillo-Gómez F, De Goes MF. Effect of different silane treatments on long-term bonding between non-etched glass-ceramic and resin cement. *ODOVTOS Int J Dent Sci*. 2017;19(2):33-46.
- [3] Brentel AS, Ozcan M, Valandro LF, Alarça LG, Amaral R, Bottino MA. Microtensile bond strength of a resin cement to feldspathic ceramic after different etching and silanization regimens in dry and aged conditions. *Dent Mater*. 2007 Nov;23(11):1323-31. doi: 10.1016/j.dental.2006.11.011.
- [4] Okuda M, Pereira PN, Nakajima M, Tagami J, Pashley DH. Long-term durability of resin dentin interface: nanoleakage vs microtensile bond strength. *Oper Dent*. 2002 May-Jun;27(3):289-96.
- [5] Monteiro JB, Riquieri H, Prochnow C, Guilardi LF, Pereira GKR, Borges ALS, Fatigue failure load of two resin-bonded zirconia-reinforced lithium silicate glass-ceramics: Effect of ceramic thickness. *Dent Mater*. 2018 Jun;34(6):891-900. doi: 10.1016/j.dental.2018.03.004.
- [6] Sudré JP, Salvio LA, Baroudi K, Sotto-Maior BS, Melo-Silva CL, Souza Picorelli Assis NM. Influence of surface treatment of lithium disilicate on roughness and bond strength. *Int J Prosthodont*. 2020 Mar/Apr;33(2):212-216. doi: 10.11607/ijp.6453.
- [7] Valandro LF, Della Bona A, Antonio Bottino M, Neisser MP. The effect of ceramic surface treatment on bonding to densely sintered alumina ceramic. *J Prosthet Dent*. 2005 Mar;93(3):253-9. doi: 10.1016/j.prosdent.2004.12.002.
- [8] Borges GA, Sophr AM, de Goes MF, Sobrinho LC, Chan DC. Effect of etching and airborne particle abrasion on the microstructure of different dental ceramics. *J Prosthet Dent*. 2003 May;89(5):479-88. doi: 10.1016/s0022-3913(02)52704-9.
- [9] 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 Aug;34(8):622-30. doi: 10.1111/j.1365-2842.2005.01569.x.

- [10] Lung CY, Matinlinna JP. Aspects of silane coupling agents and surface conditioning in dentistry: An overview. *Dent Mater*. 2012 May;28(5):467-77. doi: 10.1016/j.dental.2012.02.009.
- [11] Lung CY, Kukk E, Matinlinna JP. The effect of silica-coating by sol-gel process on resin-zirconia bonding. *Dent Mater J*. 2013;32(1):165-72. doi: 10.4012/dmj.2012-100.
- [12] Colombo LDA, Murillo-Gómez F, De Goes MF. Bond strenght of CAD/CAM Restorative materials treated of different surface etching protocols. *J Adhes Dent*. 2019;21(4):307-317. doi: 10.3290/j.jad.a42931.
- [13] Cotes C, de Carvalho RF, Kimpara ET, Leite FP, Ozcan M. Can heat treatment procedures of pre-hydrolyzed silane replace hydrofluric acid in the adhesion of resin cement to feldspathic ceramic. *J Adhes Dent*. 2013 Dec;15(6):569-74. doi: 10.3290/j.jad.a30896.
- [14] Galante R, Figueiredo-Pina CG, Serro AP. Additive manufacturing of ceramics for dental applications: A review. *Dent Mater*. 2019 Jun;35(6):825-846. doi: 10.1016/j.dental.2019.02.026.
- [15] Zarone F, Di Mauro MI, Ausiello P, Ruggiero G, Sorrentino R. Current status on lithium disilicate and zirconia: a narrative review. *BMC Oral Health*. 2019 Jul 4;19(1):134. doi: 10.1186/s12903-019-0838-x.
- [16] Matinlinna JP, Lung CYK, Tsoi JKH. Silane adhesion mechanism in dental application sand surface treatments: A review. *Dent Mater*. 2018 Jan;34(1):13-28. doi: 10.1016/j.dental.2017.09.002.
- [17] Mazioli CG, Peçanha MM, Daroz LGD, Araújo Siqueira C, Fraga MAA. Shear bond strenght between diferente resinous cement sand lithium disilicate ceramic. *Rev Odontol UNESP*. 2017 May-June;46(3):174-78.
- [18] Deany IL. Recent advances in ceramics for dentistry. *Crit Rev Oral Biol Med*. 1996;7(2):134-43. doi: 10.1177/10454411960070020201.
- [19] Zhang Y, Kelly JR. Dental ceramics for restoration and metal veneering. *Dent Clin North Am*. 2017 Oct;61(4):797-819. doi: 10.1016/j.cden.2017.06.005.
- [20] Murillo-Gómez F, Rueggeberg FA, De Goes MF. Short- and long-term bond streng the between resin cement and glass-ceramic using a silane- containing universal adhesive. *Oper Dent*. 2017 Sep/Oct;42(5):514-525. doi: 10.2341/16-211-L.

- [21] Manso AP, Carvalho RM. Dental cements for luting and bonding restorations self-adhesive resin cements. *Dent Clin North Am.* 2017 Oct;61(4):821-834. doi: 10.1016/j.cden.2017.06.006.

Tabelas

Tabela 1. Estatística descritiva dos grupos (valores em Mpa)

Adesivo	Tempo (s)	Média	Mediana	DP	Min	Máx	Q1	Q2	Q3
Universal	0	5.97	1.79	9.20	0.00	33.0	0.00	1.79	8.24
	5	27.17	24.14	11.80	9.60	50.7	21.16	24.14	33.74
	10	27.34	24.65	13.51	11.06	54.2	16.20	24.65	35.78
	20	30.30	28.63	12.40	14.70	61.3	21.97	28.63	37.06
	0	8.12	7.48	5.31	1.02	17.3	4.00	7.48	12.24
Scotchbond MP	5	25.86	21.25	14.72	13.60	76.0	18.34	21.25	25.75
	10	32.66	30.77	20.71	6.38	72.3	13.26	30.77	47.86
	20	37.47	28.02	23.96	11.70	80.1	22.31	28.02	48.60
	0	5.47	3.01	6.76	0.68	20.8	1.10	3.01	5.70
Single Bond 2	5	17.70	16.12	5.54	11.22	20.4	13.39	16.12	21.29
	10	21.03	19.38	11.17	4.76	41.3	12.07	19.38	27.71
	20	16.68	16.98	11.75	7.68	50.8	11.45	16.98	22.91

Tabela 2. Comparação entre as medianas e Q1-Q3 dos adesivos dentro de cada tempo de Condicionamento com o teste Kruskal-Wallis

	Universal + Ultimate	Scotch Bond MP + ARC	Single Bond 2 + ARC	Valor de p (linha)
0 segundos	1,70 (0-8,24) ABb	7,48 (4-12,24) Ab	3,91 (1,1-5,7) Bb	0,0246
5 segundos	24,14 (21,16-22,74) Aa	21,25 (18,34-25,75) ABa	16,12 (13,39-21,29) Ba	0,0064
10 segundos	24,65 (16,2-35,78) Aa	30,77 (13,26-47,86) Aa	19,38 (12,07-27,71) Aa	0,2342
20 segundos	28,63 (21,97-37,05) Aa	28,02 (22,31-48,6) Aa	16,68 (11,45-22,91) Ba	0.0016
Valor de p (coluna)	<0,0001	<0,0001		

Legenda: Letras maiúsculas distintas indicam diferenças estatisticamente significantes nas linhas pelo teste de Dunn ($p > 0.050$), o valor de p é também mostrado na linha correspondente. Letras minúsculas indicam diferenças estatisticamente significantes nas colunas pelo teste de Dunn ($p > 0.050$), o valor de p é também mostrado na coluna correspondente.

Tabela 3. Medidas de ajustamento do modelo de regressão linear dos grupos que usaram o adesivo universal + Ultimate

Teste ao Modelo Global						
Modelo	R	R ²	F	gl1	gl2	p
1	0.650	0.422	18.0	3	74	< .001

Tabela 4. Coeficientes do Modelo dos grupos que usaram o adesivo universal + Ultimate

Preditor	Estimativas	Erro-padrão	Intervalo de Confiança a 95%			t	p
			Limite				
			Inferior	Superior			
Intercepto ^a	30.30	2.64	25.0	35.56	11.475	< .001	
Tempo de Condicionamento							
0 – 20	-24.33	3.73	-31.8	-16.89	-6.516	< .001	
5 – 20	-3.13	3.78	-10.7	4.41	-0.827	0.411	
10 – 20	-2.96	3.78	-10.5	4.58	-0.783	0.436	

Legenda: ^a Representa o nível de referência

Tabela 5. Medidas de Ajustamento do Modelo de regressão linear dos grupos que usaram o adesivo Scotch Bond MP + ARC

Teste ao Modelo Global						
Modelo	R	R ²	F	gl1	gl2	p
1	0.541	0.293	10.1	3	73	< .001

Tabela 6. Coeficientes do Modelo dos grupos que usaram o adesivo Scotchbond MP + ARC

Preditor	Estimativas	Erro-padrão	t	p
Intercepto ^a	37.47	3.97	9.433	< .001
Tempo de Condicionamento				
0 – 20seg	-29.36	5.69	-5.158	< .001
5seg – 20seg	-11.61	5.69	-2.040	0.045
10seg – 20seg	-4.81	5.69	-0.845	0.401

Legenda: ^a Representa o nível de referência

Tabela 7. Medidas de Ajustamento do Modelo de regressão linear dos grupos que usaram o adesivo Single Bond + ARC

Teste ao Modelo Global						
Modelo	R	R²	F	gl1	gl2	p
1	0.568	0.322	11.4	3	72	< .001

Tabela 8. Coeficientes do Modelo dos grupos que usaram o adesivo Single Bond + ARC

Preditor	Estimativas	Erro-padrão	t	p
Tempo de Condicionamento				
0 – 20seg	-14.21	2.93	-4.848	< .001
5seg – 20seg	-1.98	2.89	-0.684	0.496
10seg – 20seg	1.35	3.02	0.448	0.655

Legenda: ^a Representa o nível de referência

Quadros

Quadro 1. Materiais a serem usados com suas formulações químicas descritas na coluna ao lado

Material / Fabricante	Composição
3M ESPE Z100	Bisfenol-Aglicildimetacrilato (Bis-GMA) Trietilenoglicoldimetacrilato (TEGDMA) Zircônia / sílica.
Cimento resinoso RelyX™ ARC / 3M ESPE	partículas inorgânicas de Zircônia/Sílica, com 67,5% em peso e tamanho médio das partículas de 1,5µm, BIS-GMA, TEGDMA, pigmentos, amina terciária, peróxido de benzoíla.
Cimento Resinoso Adesivo 3M™ RelyX™ UltimateClicker™ 3M ESPE	Monômeros de metacrilato, radiopacificadores, partículas de carga silanizadas, componentes iniciadores, estabilizadores e aditivos de reologia.
Adesivo Adper™ Single Bond 2 / 3M ESPE	carga nanoparticulada (10% em peso) e solvente de água e álcool
Single Bond Universal / 3M ESPE	Silano, água, iniciadores, etanol, copolímero do ácido poliacrílico modificado por metacrilato, HEMA, resina dimetacrilato, MDP e partículas de carga.
Adesivo Adper™ Scotchbond™ Multiuso / 3M ESPE	Bisfenol A diglicidil éter dimetacrilato (BisGMA) Hidroxietilmetacrilato (HEMA)
RelyX™ Agente Silano/3M ESPE	Álcooletílico, água, 3-METACRILOXIPROPILTRIMETOXISILANO
IPS e.max® CAD Ivoclar Vivadent	% em peso: SiO ₂ (57-80), Li ₂ O (11-19), K ₂ O (0-13), P ₂ O ₅ (0-11), ZrO ₂ (0-8), ZnO (0-8), Al ₂ O ₃ (0-5), MgO (0-5), óxidos corantes (0-8)

Quadro 2. Divisão de G1, grupo que usará o adesivo Adper Scotchbond MP

Grupo	Agente Silano	Sistema adesivo	Cimento	Tratamento de superfície com HF
G1.1	RelyX™ Agente Silano / 3M ESPE	Adesivo Adper™ Scotchbond™ Multiuso / 3M ESPE	Cimento RelyX™ ARC / 3M ESPE	Ausente
G1.2	RelyX™ Agente Silano / 3M ESPE	Adesivo Adper™ Scotchbond™ Multiuso / 3M ESPE	Cimento RelyX™ ARC / 3M ESPE	HF 10% 5 segundos
G1.3	RelyX™ Agente Silano / 3M ESPE	Adesivo Adper™ Scotchbond™ Multiuso / 3M ESPE	Cimento RelyX™ ARC / 3M ESPE	HF 10% 10 segundos
G1.4	RelyX™ Agente Silano / 3M ESPE	Adesivo Adper™ Scotchbond™ Multiuso / 3M ESPE	Cimento RelyX™ ARC/3M ESPE	HF 10% 20 segundos (controle)

Quadro 3. Divisão de G2, grupo que usará o adesivo Adper Single Bond 2

Grupo	Agente Silano	Sistema adesivo	Cimento	Tratamento de superfície
G2.1	RelyX™ Agente Silano / 3M ESPE	Adesivo Fotopolimerizável Adper™ Single Bond 2 / 3M ESPE	Cimento RelyX™ ARC / 3M ESPE	Ausente
G2.2	RelyX™ Agente Silano / 3M ESPE	Adesivo Fotopolimerizável Adper™ Single Bond 2 / 3M ESPE	Cimento RelyX™ ARC / 3M ESPE	HF 10% 5 segundos
G2.3	RelyX™ Agente Silano / 3M ESPE	Adesivo Fotopolimerizável Adper™ Single Bond 2 / 3M ESPE	Cimento RelyX™ ARC / 3M ESPE	HF 10% 10 segundos
G2.4	RelyX™ Agente Silano / 3M ESPE	Adesivo Fotopolimerizável Adper™ Single Bond 2 / 3M ESPE	Cimento RelyX™ ARC / 3M ESPE	HF 10% 20 segundos (controle)

Quadro 4. Divisão de G3, grupo que usará o adesivo Single Bond Universal e o cimento RelyX™ Ultimate

Grupo	Agente Silano	Sistema adesivo	Cimento	Tratamento de superfície
G3.1	Não se aplica	Fotopolimerizável Adper™ Single Bond Universal / 3M ESPE	Cimento Resinoso RelyX™ Ultimate Clicker™ 3M ESPE	Ausente
G3.2	Não se aplica	Fotopolimerizável Adper™ Single Bond Universal / 3M ESPE	Cimento Resinoso RelyX™ Ultimate Clicker™ 3M ESPE	HF 10% 5 segundos
G3.3	Não se aplica	Fotopolimerizável Adper™ Single Bond Universal / 3M ESPE	Cimento Resinoso RelyX™ Ultimate Clicker™ 3M ESPE	HF 10% 10 segundos
G3.4	Não se aplica	Fotopolimerizável Adper™ Single Bond Universal / 3M ESPE	Cimento Resinoso RelyX™ Ultimate Clicker™ 3M ESPE	HF 10% 20 segundos (controle)

Legenda: Nesta divisão o agente silano não será usado

Figuras



Fig. 1. Materiais restauradores usados



Fig. 2. Elásticos de afastamento usados como moldes para produção dos discos de resinas



Fig. 3. Procedimento de cimento sobre a placa cerâmica de dissilicato de lítio

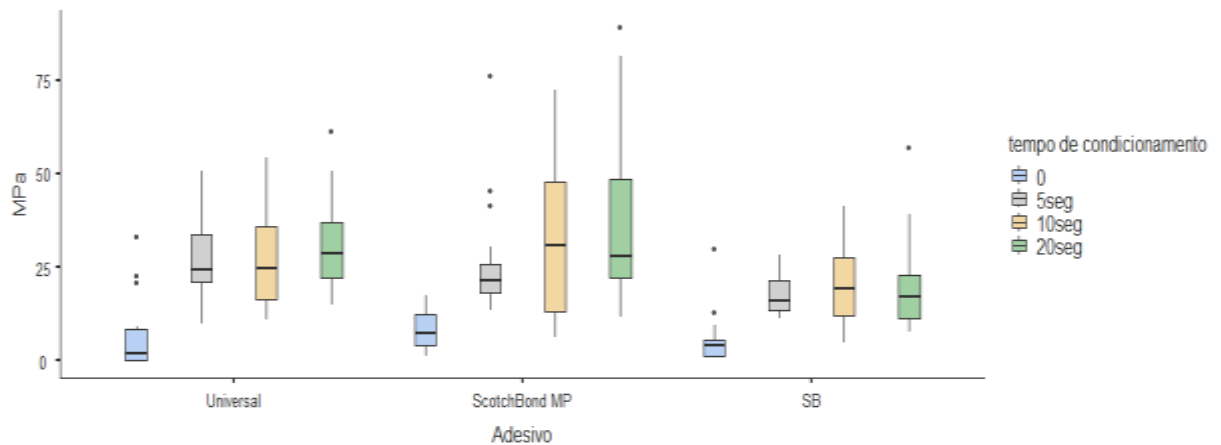


Fig. 4. Gráfico box-plot dos grupos avaliados de acordo com o tempo de condicionamento e o tipo de sistema adesivo/cimento resinoso

7 ARTIGO CIENTÍFICO 2

Influência do tempo de condicionamento com ácido fluorídrico e da silanização na resistência de união de sistemas universais ao dissilicato de lítio

Artigo formatado dentro das normas do periódico **International Journal of Dentistry**.

As normas para submissão dos artigos podem ser visualizadas no seguinte endereço eletrônico:

<https://onlinelibrary.wiley.com/page/journal/6164/homepage/author-guidelines>

Influência do tempo de condicionamento com ácido fluorídrico e da silanização na resistência de união de sistemas universais ao dissilicato de lítio

Luciano de Oliveira Martins Junior¹; Alberto Nogueira da Gama Antunes²

¹Doutorando no Programa de Pós Graduação em Odontologia, Pontifícia Universidade Católica de Minas Gerais, Belo Horizonte, Minas Gerais, Brasil.

²Professor Adjunto, Departamento de Odontologia, Programa de Pós Graduação em Odontologia, Pontifícia Universidade Católica de Minas Gerais, Belo Horizonte, Minas Gerais, Brasil.

Autor correspondente: Dr. Alberto Nogueira da Gama Antunes, Programa de Pós-graduação em Odontologia - PUC Minas, Av. Dom José Gaspar, 500, Prédio 46/Sala 101 – Coração Eucarístico, CEP: 30535-901 – Belo Horizonte/MG, Brasil, Telefone: +55 38 99829-3260, E-mail: antunes1978@gmail.com.

RESUMO

Este estudo teve como objetivo avaliar a influência do tempo de condicionamento com ácido fluorídrico (HF) a 10%, uso do silano e do sistema adesivo/cimento resinoso na resistência ao cisalhamento de uma cerâmica de dissilicato de lítio. Placas cerâmicas foram condicionadas por 5, 10 ou 20 segundos e cimentadas com diferentes combinações de sistemas adesivos e cimentos resinosos (Adper™Single Bond Universal/ cimento RelyX™ UltimateClicker™ (3M ESPE) e Adper™ Scotch Bond Universal/Cimento RelyX™ Universal, 3M ESPE). Após armazenamento em água destilada por 72 horas, os corpos de prova foram submetidos ao ensaio de resistência ao cisalhamento e os dados analisados. A análise de variância de três fatores e o teste Tukey demonstrou que o uso do silano e o tempo de condicionamento com ácido fluorídrico (HF) influenciaram significativamente a resistência ao cisalhamento ao dissilicato de lítio ($p < 0,05$), enquanto o tipo de adesivo isoladamente não apresentou efeito significativo. Interações significativas entre adesivo \times tempo de HF e silano \times tempo de HF indicaram que o efeito do condicionamento ácido depende do protocolo adesivo e da presença do silano. No condicionamento com HF a 10% por 20 s, os maiores valores de resistência ao cisalhamento foram observados nos grupos cimentados com o sistema Scotchbond Universal associado ao cimento resinoso universal, tanto sem silano ($41,5 \pm 17,8$ MPa) quanto com silano ($40,8 \pm 14,9$ MPa), sem diferença estatisticamente significativa entre essas condições e com valores superiores ao sistema Adper™Single Bond Universal/Ultimate sem silano ($30,3 \pm 20,4$ MPa). Nesse mesmo tempo, o grupo Adper™Single Bond Universal/Ultimate com silano apresentou valores intermediários ($37,2 \pm 12,4$ MPa). Aos 10 s, houve redução geral da resistência, com o grupo Adper™Single Bond Universal/Ultimate com silano apresentando $31,9 \pm 19,9$ MPa e desempenho superior aos grupos sem silano, enquanto o Adper™ Scotch Bond Universal sem silano apresentou $26,7 \pm 13,8$ MPa. No tempo de 5 s, observou-se maior variabilidade, sendo o maior valor registrado para o grupo Adper™Single Bond Universal/Ultimate com silano ($43,1 \pm 18,6$ MPa) e o menor para o grupo Adper™ Scotch Bond Universal sem silano ($14,3 \pm 11,7$ MPa), com diferenças estatisticamente significativas.

Palavras-chave: Dissilicato de lítio. Tratamento de superfície. Adesão. Adesivo odontológico.

1. Introdução

As cerâmicas odontológicas têm evoluído de forma expressiva em termos de composição e processamento, o que ampliou significativamente suas indicações clínicas nas reabilitações estéticas. Esse avanço está associado à combinação de propriedades favoráveis, como estabilidade de cor, biocompatibilidade, desempenho mecânico adequado e excelentes características ópticas, que justificam sua ampla aceitação na odontologia restauradora contemporânea [1,2]. Dentre esses materiais, as cerâmicas à base de dissilicato de lítio destacam-se por apresentar equilíbrio entre resistência mecânica e estética, sendo amplamente investigadas quanto às suas propriedades físico-químicas, aplicações clínicas e limitações [3-5].

O sucesso clínico das restaurações cerâmicas indiretas, entretanto, não depende exclusivamente das propriedades intrínsecas do material restaurador, mas também da obtenção de uma união adesiva eficaz e durável entre a cerâmica, os materiais resinosos e os tecidos dentários. A longevidade dessas restaurações está diretamente relacionada à qualidade da interface adesiva e à integridade marginal, as quais são sustentadas pela associação entre mecanismos de retenção micromecânica e interações químicas estáveis entre a superfície cerâmica e os agentes cimentantes resinosos [6,7].

A resistência de união cerâmica–cimento é um fenômeno multifatorial, influenciado por aspectos como o tratamento de superfície do material restaurador, o sistema adesivo utilizado, o protocolo de cimentação e a execução clínica das etapas envolvidas [2,8]. Nesse contexto, o tratamento de superfície da cerâmica assume papel central, pois determina a topografia, a energia superficial e a molhabilidade do substrato, fatores diretamente relacionados à infiltração dos monômeros resinosos e à formação de uma interface adesiva contínua e estável.

O método mais amplamente empregado para o condicionamento de cerâmicas vítreas consiste na aplicação de ácido fluorídrico (HF), geralmente em concentrações entre 5% e 10% [9,10]. O HF promove a dissolução seletiva da fase vítrea rica em sílica, expondo a estrutura cristalina do material e criando microrretenções que favorecem a ancoragem micromecânica dos cimentos resinosos [11]. Apesar de sua eficácia, o uso do HF apresenta limitações clínicas relevantes, incluindo seu caráter agressivo e tóxico, além da necessidade de uma etapa adicional no protocolo de cimentação, o que aumenta o tempo clínico e a sensibilidade técnica do procedimento [12,13].

Após o condicionamento ácido, a aplicação do agente silano é considerada etapa fundamental para promover a ligação química entre a matriz vítrea da cerâmica e a fase orgânica

dos materiais resinosos. O silano atua como um agente de acoplamento bifuncional, capaz de formar ligações siloxânicas estáveis com a superfície cerâmica e, simultaneamente, copolimerizar com os monômeros metacrilatos do cimento resinoso, contribuindo para o aumento da resistência de união e da estabilidade da interface adesiva [14-17]. Evidências consistentes indicam que a associação entre HF e silano permanece como o protocolo padrão-ouro para a adesão a cerâmicas vítreas [12,16].

Com o avanço dos materiais adesivos, foram introduzidos os chamados sistemas universais, desenvolvidos com o objetivo de simplificar os procedimentos clínicos por meio da incorporação de monômeros funcionais e, em alguns casos, do próprio silano em sua formulação. Esses sistemas têm demonstrado desempenho promissor em diferentes substratos restauradores; contudo, ainda existem controvérsias quanto à estabilidade química do silano incorporado, especialmente em ambientes com pH ácido, e quanto à sua capacidade de substituir a silanização convencional aplicada separadamente [3,18,19,22]. Revisões sistemáticas recentes indicam que o desempenho adesivo desses sistemas pode variar de acordo com o protocolo de tratamento de superfície adotado [7].

Além disso, embora o condicionamento com HF seja amplamente recomendado, a influência do tempo de aplicação do ácido fluorídrico sobre a resistência de união em sistemas universais ainda não está completamente estabelecida. Tempos excessivamente curtos podem resultar em microtextura insuficiente, enquanto tempos prolongados podem gerar superfícies excessivamente irregulares e heterogêneas, potencialmente comprometendo a previsibilidade da adesão [10,11]. Dessa forma, compreender a relação entre tempo de condicionamento ácido, uso do silano e desempenho de sistemas universais torna-se essencial para o refinamento dos protocolos de cimentação adesiva em cerâmicas de dissilicato de lítio. Diante desse cenário, o objetivo do presente estudo foi avaliar a influência do tempo de condicionamento com ácido fluorídrico e da silanização na resistência de união de sistemas universais à cerâmica de dissilicato de lítio, imediatamente após a cimentação.

2. Material e Métodos

2.1 Confeção dos corpos de prova

Para realizar esta pesquisa, vinte corpos de prova foram preparados para cada grupo (n=20). Doze blocos de cerâmica a base de dissilicato de lítio (IPS-Emax IvoclarVivadent, Schaan, Liechtenstein), sinterizados a 840-850°C (1544-1562°F) foram colocados sobre uma

placa de vidro, delimitados por um tubo de PVC de 1/2 polegada. Em seguida, as cerâmicas foram fixadas dentro desses tubos utilizando resina acrílica autopolimerizável (JET Artigos Odontológicos Clássico LTDA, Brasil), até a sua completa polimerização.

Depois polimerização da resina acrílica, cada cerâmica de dissilicato de lítio recebeu um polimento com lixas de carvão de silício 280, 400, 600 e 1200 sucessivamente, sob refrigeração de água em Lixadeira/Politriz Metalográfica ArotecAropol 2V (Arotec, Brasil). Após este procedimento as amostras foram limpas com água corrente.

Discos de resina composta Z100 (3M ESPE, St. Paul, MN, EUA) foram produzidos com um molde de elásticos de silicone para afastamento interdental (Morelli, Brasil) com 1,0 mm de altura e orifício interno de 1,5 mm de diâmetro. A borracha de silicone foi posicionada sobre uma placa de vidro e a resina composta Z 100 inserida no seu orifício, sendo fotoativado por 20 segundos com fotopolimerizador Valo, Ultradent. Em seguida, os discos de resina foram lixados em lixas de gramatura 600, para que fossem removidas todas as irregularidades da resina e limpos com spray de ar/água para depois serem destinados ao procedimento de cimentação.

A figura 1 mostra os sistemas adesivos e cimentos resinosos empregados no estudo. Estes foram o adesivo Universal (ambos da 3M ESPE, EUA) juntamente com o cimento RelyXUltimate e o adesivo Scotch Bond Universal Plus e o cimento RelyXUniversal (ambos da 3M ESPE, EUA). Os dois sistemas adesivos foram aplicados da seguinte forma: com o auxílio de um microbrush, uma camada fina e homogênea do adesivo foi aplicada de modo a recobrir uma área aproximada de 2 mm² da superfície cerâmica, previamente silanizada ou não, de acordo com o grupo experimental. Essa camada adesiva foi fotoativada por 20 segundos utilizando uma unidade fotoativadora LED (Valo, Ultradent, EUA), com irradiância de 1000 mW/cm².

Esse procedimento de aplicação e fotoativação do adesivo foi repetido 20 vezes em cada bloco cerâmico, resultando na formação de múltiplas áreas adesivadas por espécime. Em seguida, o respectivo cimento resinoso foi manipulado sobre bloco de espatulação por 20 segundos, por meio da mistura das pastas base e catalisadora, e aplicado sobre a superfície cerâmica nas áreas previamente adesivadas, utilizando uma sonda exploradora nº 5. No caso do cimento resinoso RelyX Universal, a etapa de manipulação não foi necessária, uma vez que o material foi dispensado diretamente por meio de seringa automisturadora com ponta aplicadora, conforme as recomendações do fabricante. A cimentação foi realizada com o auxílio de uma pinça clínica, utilizada para segurar o disco de resina composta Z100. O uso da pinça permitiu o posicionamento preciso do disco de Z100 sobre a região da cerâmica previamente recoberta

pelo sistema adesivo e pelo cimento resinoso (Figura 3). Na sequência, o conjunto disco de resina/cimento foi fotoativado por 40 segundos utilizando uma unidade fotoativadora LED (Valo, Ultradent, EUA), com irradiância de 1000 mW/cm². Dessa forma, cada placa cerâmica recebeu 20 cilindros de resina composta Z100, constituindo um subgrupo experimental (n = 20).

2.2 Divisão de grupos experimentais

Doze grupos experimentais foram conduzidos para receberem a cimentação dos discos de resina (n=20) com auxílio de pinça clínica e sonda exploradora. Os grupos são detalhados na figura 1, bem como os materiais resinosos de cimentação usado em cada um.

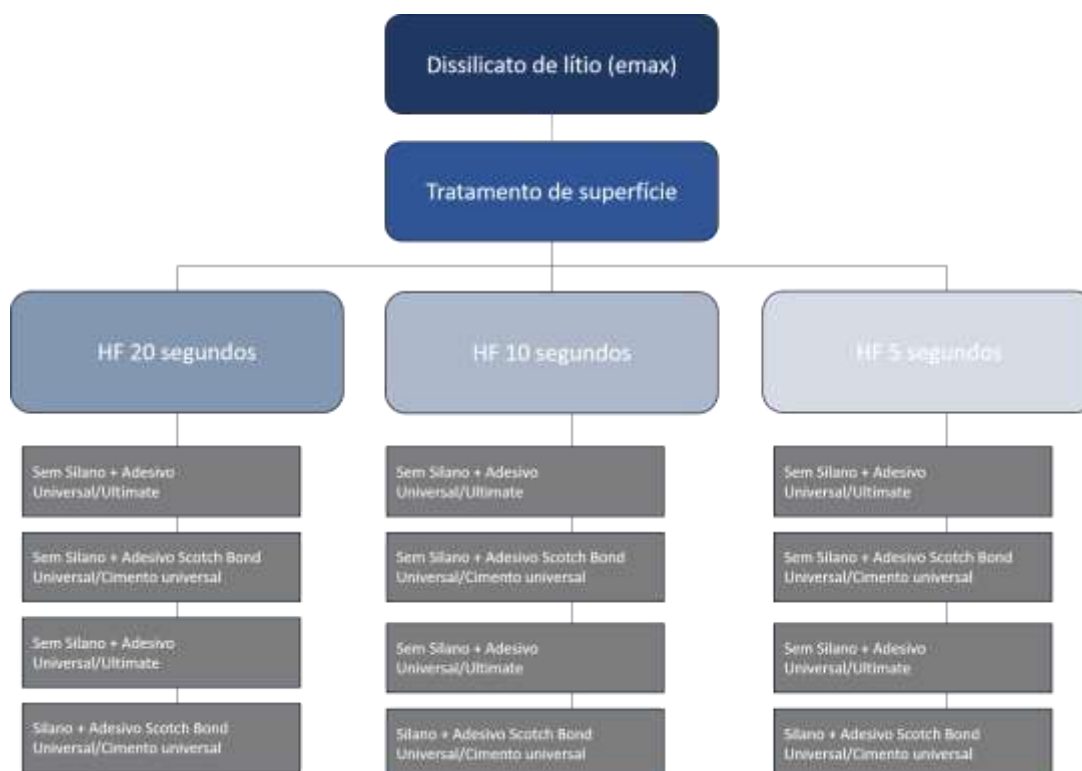


Figura 1. Divisão dos grupos experimentais, protocolo de cimentação para cada grupo, divisão dos grupos para protocolo de envelhecimento

2.3 Testes de cisalhamento

Após 72 horas de armazenamento em água destilada a 37°C, os corpos de prova foram posicionados em um dispositivo específico para ensaio de cisalhamento (ODEME, Brasil), o qual foi acoplado a uma máquina de ensaios universal (Emic DL 500, São José dos Pinhais,

PR, Brasil), com célula de carga de 500N. O cinzel permaneceu fixo à máquina de ensaio universal e foi posicionado de modo a atuar tangencialmente ao cilindro de resina composta, o mais próximo possível da linha de cimentação do corpo de prova. O ensaio foi realizado com velocidade constante de 0,5 mm/min até o deslocamento completo e fratura do disco de resina composta cimentado à superfície cerâmica. A força máxima de ruptura, expressa em Newtons (N), foi registrada no momento da falha e posteriormente convertida em megapascal (MPa), considerando a área de adesão previamente padronizada de 1,76 mm².

A análise estatística foi conduzida utilizando os softwares BioEstat (versão 5.0, Brasil) e Jamovi (Jamovi Software, Amsterdã, Holanda). Inicialmente, os dados foram submetidos ao teste de normalidade de Kolmogorov–Smirnov no BioEstat. Em seguida, foi realizada Análise de Variância (ANOVA) de três fatores, seguida pelo teste post hoc de Tukey no Jamovi, com o objetivo de identificar diferenças estatisticamente significativas entre os grupos experimentais ($\alpha = 0,05$).

3. Resultados

A Tabela 1 apresenta os resultados da análise de variância 3 fatores, considerando os fatores tipo de adesivo, uso de silano e tempo de condicionamento com ácido fluorídrico (HF). Observou-se que o fator silano exerceu influência estatisticamente significativa sobre a resistência ao cisalhamento ($p < 0,001$), assim como o fator tempo de HF ($p = 0,002$). Além disso, foram detectadas interações estatisticamente significativas entre adesivo e tempo de HF ($p < 0,001$) e entre silano e tempo de HF ($p = 0,010$). Por outro lado, o fator adesivo, quando avaliado isoladamente, não apresentou efeito estatisticamente significativo ($p = 0,309$), assim como as interações adesivo \times silano ($p = 0,287$) e adesivo \times silano \times tempo de HF ($p = 0,861$), sugerindo que o desempenho dos sistemas adesivos é fortemente modulado pela combinação com o tratamento de superfície adotado.

Após a identificação dos efeitos principais e das interações significativas, procedeu-se ao teste post hoc de Tukey, cujos valores médios de resistência ao cisalhamento (MPa), acompanhados dos respectivos desvios-padrão, estão apresentados na Tabela 2. A comparação entre os grupos evidenciou diferenças estatisticamente significativas tanto em função do tempo de condicionamento quanto do uso do silano, dentro de cada sistema adesivo avaliado.

TABELA 1. Análise de variância 3-fatores dos grupos

	Soma de Quadrados	gl	Quadrado Médio	F	p
Adesivo	259.0	1	259.0	1.041	0.309
Silano	3424.5	1	3424.5	13.768	<.001
Tempo de HF	3295.5	2	1647.7	6.625	0.002
Adesivo * Silano	282.9	1	282.9	1.137	0.287
Adesivo * Tempo de HF	3626.7	2	1813.3	7.291	<.001
Silano * Tempo de HF	2340.5	2	1170.3	4.705	0.010
Adesivo * Silano * Tempo de HF	74.3	2	37.1	0.149	0.861
Resíduos	54470.1	219	248.7		

TABELA 2. Valores em MPa de todos os grupos do estudo

	HF 20seg	HF10seg	HF5seg
Sem Silano + Adesivo Universal/Ultimate	30.3 (20.4) Ab	27.3 (13.5) Aa	27.2 (11.7) Aab
Silano + Adesivo Universal/Ultimate	37.2 (12.4) ABab	31.9 (19.9) Ba	43.1 (18.6) Aa
Sem Silano + Adesivo Scotch Bond Universal/cimento universal	41.5 (17.8) Aa	26.7 (13.8) Aa	14.3 (11.7) Bc
Silano + Adesivo Scotch Bond Universal/Cimento universal	40.8 (14.9) Aa	28.9 (14.3) Ba	25.7 (18.6) Bbc

^{A, B} Letras maiúsculas diferentes indicam diferenças estatisticamente significante de acordo com teste *post hoc* de Tukey ($p < 0,05$). ^{a, b} Letras minúsculas diferentes indicam diferenças estatisticamente significante de acordo com teste *post hoc* de Tukey ($p < 0,05$).

No tempo de condicionamento de 20 segundos com HF a 10%, os maiores valores médios de resistência ao cisalhamento foram observados nos grupos cimentados com o adesivo Scotchbond Universal associado ao cimento resinoso universal, tanto na ausência ($41,5 \pm 17,8$ MPa) quanto na presença do silano ($40,8 \pm 14,9$ MPa), não havendo diferença estatisticamente significativa entre essas duas condições. Esses grupos apresentaram valores significativamente superior aos obtidos com o sistema Universal/Ultimate sem silano ($30,3 \pm 20,4$ MPa). Ainda para o tempo de 20 segundos, o grupo Silano + Adesivo Universal/Ultimate apresentou valor intermediário de resistência ($37,2 \pm 12,4$ MPa), estatisticamente semelhante tanto aos maiores quanto aos menores valores, conforme indicado pelas letras de comparação múltipla.

Quando analisado o tempo de 10 segundos de condicionamento, observou-se redução geral nos valores de resistência ao cisalhamento em relação ao tempo de 20 segundos. O grupo Silano + Adesivo Universal/Ultimate apresentou média de $31,9 \pm 19,9$ MPa, sendo estatisticamente superior aos grupos condicionados com 10 segundos sem silano e cimentados com o sistema Scotchbond Universal. O grupo Sem Silano + Adesivo Scotchbond Universal apresentou um dos menores valores nesse tempo ($26,7 \pm 13,8$ MPa), diferindo estatisticamente dos grupos com silano.

No tempo de 5 segundos de condicionamento, os resultados demonstraram maior variabilidade entre os grupos. O maior valor médio foi observado no grupo Silano + Adesivo Universal/Ultimate ($43,1 \pm 18,6$ MPa), significativamente superior aos demais grupos nesse tempo de condicionamento. Em contraste, o grupo Sem Silano + Adesivo Scotchbond Universal apresentou o menor valor médio de resistência ao cisalhamento ($14,3 \pm 11,7$ MPa), diferindo estatisticamente de todos os demais grupos avaliados nesse tempo.

A análise intra-grupo, considerando o efeito do tempo de condicionamento para cada sistema adesivo, evidenciou que o aumento do tempo de HF resultou em incremento significativo da resistência ao cisalhamento principalmente nos grupos em que o silano foi utilizado, enquanto os grupos sem silano apresentaram comportamento mais dependente do tipo de adesivo empregado. De modo geral, os tempos de 10 e 20 segundos produziram valores mais consistentes de resistência quando comparados ao tempo de 5 segundos, especialmente nos grupos cimentados com o sistema Universal/Ultimate associado ao silano. Os resultados também evidenciaram elevada dispersão dos valores em diversos grupos, conforme indicado pelos desvios-padrão, particularmente nos tempos de condicionamento mais longos. Essa variabilidade foi observada independentemente do sistema adesivo, sugerindo comportamento heterogêneo da interface adesiva sob diferentes condições experimentais.

4. Discussão

A cimentação resinosa representa uma das etapas mais críticas e tecnicamente sensíveis das restaurações cerâmicas indiretas, sendo frequentemente determinante para o sucesso clínico em longo prazo. Diferentemente das fases laboratoriais, realizadas sob condições controladas, o procedimento de cimentação ocorre em ambiente clínico dinâmico, sujeito a variáveis como controle de umidade, adaptação da peça, acesso limitado, tempo operatório e manipulação dos materiais adesivos. Pequenas variações nesses fatores podem comprometer a formação de uma interface adesiva contínua e estável, impactando diretamente a resistência de união e a

integridade marginal da restauração [1,2,6,7,16]. Dessa forma, compreender como o tratamento de superfície da cerâmica, o uso do silano e o tempo de condicionamento ácido influenciam o desempenho adesivo é essencial para a previsibilidade clínica dos protocolos de cimentação resinosa.

A resistência de união entre cerâmicas vítreas e cimentos resinosos depende fundamentalmente da qualidade da interface formada após o tratamento de superfície e da compatibilidade química e reológica entre o substrato cerâmico e o sistema adesivo empregado. Os resultados do presente estudo demonstram que o tempo de condicionamento com ácido fluorídrico (HF) e o uso do silano exercem influência significativa sobre a resistência ao cisalhamento, enquanto o tipo de sistema universal, quando analisado isoladamente, apresenta comportamento dependente da estratégia de interação química e da combinação com o tratamento de superfície. Esses achados estão em consonância com evidências de que a adesão a cerâmicas vítreas é governada pela associação entre retenção micromecânica e ligação química estável [6-9,16].

O aumento da resistência de união observado com a ampliação do tempo de condicionamento ácido, especialmente entre 5 e 10 segundos, pode ser explicado pelo mecanismo clássico de ação do HF sobre cerâmicas à base de dissilicato de lítio. O ataque ácido promove a dissolução seletiva da fase vítrea rica em sílica, expondo os cristais de dissilicato e criando uma microtopografia favorável à ancoragem micromecânica dos cimentos resinosos [10,11]. Esse processo resulta em aumento da energia superficial e melhora da molhabilidade, fatores essenciais para a infiltração dos monômeros resinosos e para a formação de uma interface adesiva contínua [8,10,13].

Entretanto, o prolongamento do condicionamento para 20 segundos não resultou em ganhos proporcionais e consistentes de resistência de união. Embora valores elevados tenham sido observados em alguns grupos, a maior dispersão associada a esse tempo sugere que o sobrecondicionamento pode gerar uma superfície excessivamente irregular e heterogênea. Estudos morfológicos demonstram que ataques prolongados com HF podem levar à erosão localizada da matriz vítrea, formação de poros coalescentes e redução da uniformidade topográfica, comprometendo a coesão superficial e aumentando a susceptibilidade a falhas localizadas [5,10,11,13]. Esse comportamento é compatível com a noção de que existe um intervalo ótimo de condicionamento, no qual se maximiza a retenção micromecânica sem comprometer a integridade estrutural da cerâmica [8,10].

O efeito significativo do silano aplicado separadamente observado neste estudo confirma seu papel fundamental na união entre cerâmicas vítreas e cimentos resinosos. O silano

atua como um agente de acoplamento bifuncional, capaz de estabelecer ligações siloxânicas estáveis com a superfície cerâmica e, simultaneamente, copolimerizar com os monômeros metacrilatos da matriz resinosa [14-17]. Evidências laboratoriais e revisões sistemáticas indicam que a associação entre HF e silano permanece como o protocolo padrão-ouro para a adesão a cerâmicas vítreas, superando abordagens que utilizam apenas primers autocondicionantes ou adesivos universais sem silanização dedicada [12-14, 16,22].

Ao comparar os dois sistemas universais avaliados, observou-se que tanto o Single Bond Universal associado ao RelyX Ultimate quanto o Scotchbond Universal associado ao RelyX Universal apresentaram desempenho dependente do protocolo de condicionamento e da presença do silano. Embora ambos sejam classificados como sistemas universais, diferenças sutis em composição química, pH e concentração de monômeros funcionais podem influenciar a estabilidade do silano incorporado e a eficiência da interação com a superfície cerâmica [3,18,19]. Estudos demonstram que o ambiente ácido desses adesivos pode comprometer a hidrólise e a condensação do silano, justificando a melhoria de desempenho observada quando o silano é aplicado separadamente [17,18,22].

Outro achado relevante do presente estudo foi a variabilidade dos valores de resistência, especialmente nos tempos mais longos de condicionamento. Essa dispersão reflete a natureza multifatorial do processo adesivo, no qual pequenas variações operatórias — como espessura do filme adesivo, infiltração do cimento e adaptação à microtopografia gerada — podem impactar significativamente o desempenho final da interface [7,9,29,30]. Além disso, a interação entre a rugosidade superficial e o comportamento reológico dos cimentos resinosos pode favorecer ou dificultar o preenchimento das microirregularidades, aspecto ainda pouco explorado na literatura e que pode explicar parte da heterogeneidade observada [6,8,9].

Do ponto de vista clínico, os resultados indicam que tempos intermediários de condicionamento (5–10 segundos), associados à silanização ativa, oferecem o melhor equilíbrio entre resistência de união e previsibilidade, independentemente do sistema universal utilizado. Protocolos mais agressivos podem gerar valores elevados em condições ideais, porém à custa de maior variabilidade, o que reduz a confiabilidade clínica do procedimento [8,10,12]. Esses achados estão em consonância com revisões recentes que enfatizam a necessidade de individualizar o protocolo de cimentação em função do substrato cerâmico e do sistema adesivo empregado [7,9].

5. Conclusão

Com base nos resultados obtidos, conclui-se que o tempo de condicionamento com ácido fluorídrico e a silanização exercem influência significativa sobre a resistência de união de sistemas universais ao dissilicato de lítio. O aumento do tempo de condicionamento promoveu elevação da resistência ao cisalhamento até um intervalo ótimo, situado entre 5 e 10 segundos, a partir do qual não foram observados ganhos consistentes, sendo acompanhado por maior variabilidade dos valores. A aplicação do silano de forma independente mostrou-se determinante para a obtenção de uma interface adesiva mais estável e previsível. Embora ambos os sistemas universais avaliados tenham apresentado desempenho satisfatório, seus resultados foram fortemente dependentes do protocolo de tratamento de superfície com o ácido fluorídrico adotado.

Referências

- [1] Guimarães HAB, Cardoso PC, Decurcio RA, Monteiro LJE, Almeida LN, Martins WF, et al. Simplified surface treatments for ceramic cementation: use of universal adhesive and self-etching ceramic Primer. *Int J Biomater*. 2018; 2018: 2598073.
- [2] Bacchi A, Cesar PF. Advances in ceramics for dental applications. *Dent Clin North Am*. 2022;66:591-602. doi: 10.1016/j.cden.2022.05.007.
- [3] Koko M, Takagaki T, Abdou A, Inokoshi M, Ikeda M, Wada T, et al. Effects of the ratio of silane to 10-methacryloyloxydecyl dihydrogenphosphate (MDP) in primer on bonding performance of silica-based and zirconia ceramics. *J Mech Behav Biomed Mater*. 2020;112:104026. doi: 10.1016/j.jmbbm.2020.104026.
- [4] Cardenas AFM, Quintero-Calderon AS, Siqueira FSF, Campos VS, Wendlinger M, Pulido-Mora CA, et al. Do diferente application modes improve the bonding performace of self-etching ceramic primer to lithium disilicate and feldspathic ceramics?. *J Adhes Dent*. 2019;21:319-327. doi: 10.3290/j.jad.a42929.
- [5] Zarone F, Di Mauro MI, Ausiello P, Ruggiero G, Sorrentino R. Current status on lithium disilicate and zirconia: a narrative review. *BMC Oral Health*. 2019;19:134. doi: 10.1186/s12903-019-0838-x.
- [6] Lima RBW, Barreto SC, Alfrisany NM, Porto TS, De Souza GM, De Goes MF. Effect of silane and MDP-based primers on physico-chemical properties of zirconia and its bond

- strength to resin cement. *Dent Mater.* 2019;35:1557-1567. doi: 10.1016/j.dental.2019.07.008.
- [7] Lima RBW, Muniz IAF, Campos DES, Murillo-Gómez F, Andrade AKM, Duarte RM, et al. Effect of universal adhesives and self-etch ceramic primers on bond strength to glass ceramics: A systematic review and meta-analysis of in vitro studies. *J Prosthet Dent.* 2024;131: 392-402. doi: 10.1016/j.prosdent.2022.01.011.
- [8] Yu P, Wang XY. Effects of surface treatment procedures on bond strength of lithium disilicate glass ceramic. *Chin J Dent Res.* 2021; 24:119-124. doi: 10.3290/j.cjdr.b1530491.
- [9] da Rosa LS, Dapieve KS, Dalla-Nora F, Rippe MP, Valandro LF, Sarkis-Onofre R, et al. Does adhesive luting reinforce the mechanical properties of dental ceramics used as restorative materials? A systematic review and meta-analysis. *J Adhes Dent.* 2022;24:209-222. doi: 10.3290/j.jad.b2916469.
- [10] Prochnow C, Pereira GKR, Venturini AB, Scherer MM, Rippe MP, Bottino MC, et al. How does hydrofluoric acid etching affect the cyclic load-to-failure of lithium disilicate restorations?. *J MechBehavBiomed Mater.* 2018;87: 306-311. doi: 10.1016/j.jmbbm.2018.07.040.
- [11] Murillo-Gómez F, Palma-Dibb RG, De Goes MF. Effect of acid etching on threedimensional microstructure of etchable CAD / CAM materials. *Dent Mater.* 2018;34: 944-955. doi: 10.1016/j.dental.2018.03.013.
- [12] Wille S, Lehmann F, Kern M. Durability of resin bonding to lithium disilicate and zirconia ceramic using a self-etching primer. *J Adhes Dent.* 2017;19: 491-496. doi: 10.3290/j.jad.a39545.
- [13] El-Damanhoury HM, Gaintantzopoulou MD. Self-etching ceramic primer versus hydrofluoric acid etching: Etching efficacy and bonding performance. *J Prosthodont Res.* 2018;62: 75-83. doi: 10.1016/j.jpor.2017.06.002.
- [14] Meadow M, Prochnow Ç, Marchionatti LOVE, Baldissara FOR, Valandro LF, Wandscher VF. Ceramic surface treatment with a single-component primer: resin adhesion to glass ceramics. *J Adhes Dent.* 2018; 20: 99-105. doi: 10.1590/0103-644020246233. eCollection 2024.
- [15] Zarone F, Di Mauro MI, Ausiello P, Ruggiero G, Sorrentino R. Current status on lithium disilicate and zirconia: a narrative review. *BMC Oral Health.* 2019;19:134. doi: 10.1186/s12903-019-0838-x.

- [16] Blatz M, Sadan A, Kern M. Resin-ceramic bonding: A review of the literature. *J Prosthet Dent.* 2003;89: 268-74. doi: 10.1067/mpr.2003.50.
- [17] Warring SL, Beattie DA, McQuillan AJ. Surficial siloxane-to-silanol inter conversion during room-temperature hydration/dehydration of amorphous silica films observed by ATR-IR and TIR-Raman spectroscopy. *Langmuir.* 2016;32: 1568-76. doi: 10.1021/acs.langmuir.5b04506.
- [18] Maier E, Bordihn V, Belli R, Taschner M, Petschelt A, Lohbauer U, et al. New approaches in bonding to glass-ceramic: Self-etch glass-ceramic primer and universal adhesives. *J Adhes Dent.* 2019;21: 209-17. doi: 10.3290/j.jad.a42546.
- [19] Peumans M, Valjakova EB, De Munck J, Mishevskaja CB, Van Meerbeek B. Bonding effectiveness of luting composites to different CAD/CAM materials. *J Adhes Dent.* 2016;18(4): 289-302. doi: 10.3290/j.jad.a36155.
- [20] Llerena-Icochea AE, Costa RM, Borges A, Bombonatti J, Furuse AY. Bonding polycrystalline zirconia with 10-MDP-containing adhesives. *Oper Dent.* 2017;42:335-341. doi: 10.2341/16-156-L.
- [21] Le M, Larsson C, Papia E. Bond strength between MDP-based cement and translucent zirconia. *Dent Mater J.* 2019;38: 480-489. doi: 10.4012/dmj.2018-194.
- [22] Yao C, Yang H, Yu J, Zhang L, Zhu Y, Huang C. High bond durability of universal adhesives on glass ceramics facilitated by silane pretreatment. *Oper Dent.* 2018;43: 602-12. doi: 10.2341/17-227-L.
- [23] Gale MS, Darvell BW. Thermal cycling procedures for laboratory testing of dental restorations. *J Dent.* 1999;27: 89-99. doi: 10.1016/s0300-5712(98)00037-2.
- [24] Dieckmann P, Baur A, Dalvai V, Wiedemeier DB, Attin T, Tauböck TT. Effect of composite age on the repair bond strength after different mechanical surface pretreatments. *J Adhes Dent.* 2020;22: 365-372. doi: 10.3290/j.jad.a44867.
- [25] Ortengren U, Wellendorf H, Karlsson S, Ruyter IE. Water sorption and solubility of dental composites and identification of monomers released in an aqueous environment. *J Oral Rehabil.* 2001;28(12): 1106-15. doi: 10.1046/j.1365-2842.2001.00802.x.
- [26] Yesilyurt C, Kusgoz A, Bayram M, Ulker M. Initial repair bond strength of a nano-filled hybrid resin: Effect of surface treatments and bonding agents. *J EsthetRestor Dent.* 2009;21: 251-60. doi: 10.1111/j.1708-8240.2009.00271.x.
- [27] Rinastiti M, Özcan M, Siswomihardjo W, Busscher HJ. Effects of surface conditioning on repair bond strengths of non-aged and aged microhybrid, nano hybrid, and nanofilled composite resins. *Clin Oral Investig.* 2011;15: 625-33. doi: 10.1007/s00784-010-0426-6.

- [28] Braga RR, Meira JBC, Boaro LCC, Xavier TA. Adhesion to tooth structure: A critical review of “macro” test methods. *Dent Mater.* 2010;26: e38-49. doi: 10.1016/j.dental.2009.11.150.
- [29] Placido E, Meira JBC, Lima RG, Muench A, Souza RM de, Ballester RY. Shear versus micro-shear bond strength test: A finite element stress analysis. *Dent Mater.* 2007;23: 1086-92. doi: 10.1016/j.dental.2006.10.002.

8 CONSIDERAÇÕES FINAIS

Com base na literatura científica relacionada às cerâmicas odontológicas livres de metal pode-se constatar o grande desafio que tem sido estabelecer um protocolo de cimentação destas restaurações que seja longo, de aplicação simplificada pelo cirurgião dentista e ao mesmo tempo confortável para o paciente no trans operatório. Por esta razão decidimos pesquisar a influência do tempo de aplicação do ácido fluorídrico 10% (HF) no condicionamento interno da cerâmica vítrea e sua relação com o sistema adesivo/silano/cimento resinoso nas resistências ao cisalhamento. A utilização do HF como escolha para o tratamento de superfície interna da cerâmica se deu pela maior facilidade de aplicação deste pelo cirurgião dentista no ambiente operatório em relação ao tratamento interno com óxido de alumínio. Além deste fator almejamos estabelecer um protocolo adesivo que seja cientificamente confiável visando a simplificação do processo de cimentação.

Pelos resultados por nós alcançados, este estudo deve ser ampliado em sequência de modo a estabelecer a análise dos padrões de fraturas, além de estabelecer um grupo que seja submetido ao envelhecimento amostral visando um maior entendimento sobre o processo da cimentação adesiva nas cerâmicas vítreas.

REFERÊNCIAS

- ANNUSAVICE, K. J. **Phillips materiais dentários**. 12. ed. Rio de Janeiro: Elsevier, 2013.
- BACCHI, A.; CESAR, P. F. Advances in ceramics for dental applications. **Dental Clinics of North America**, v. 66, p. 591–602, 2022. doi: 10.1016/j.cden.2022.05.007.
- BLATZ, M.; SADAN, A.; KERN, M. Resin-ceramic bonding: A review of the literature. **Journal of Prosthetic Dentistry**, v. 89, p. 268–274, 2003. doi: 10.1067/mpr.2003.50.
- BORGES, G. A. *et al.* Effect of etching and airborne particle abrasion on the microstructure of different dental ceramics. **Journal of Prosthetic Dentistry**, v. 89, p. 479–488, 2003.
- BRAGA, R. R. *et al.* Adhesion to tooth structure: A critical review of “macro” test methods. **Dental Materials**, v. 26, p. e38–e49, 2010. doi: 10.1016/j.dental.2009.11.150.
- BRENTEL, A. S. *et al.* Microtensile bond strength of a resin cement to feldspathic ceramic after different etching and silanization regimens in dry and aged conditions. **Dental Materials**, v. 23, p. 1323–1331, 2007.
- CARDENAS, A. F. M. *et al.* Do different application modes improve the bonding performance of self-etching ceramic primer to lithium disilicate and feldspathic ceramics? **Journal of Adhesive Dentistry**, v. 21, p. 319–327, 2019. doi: 10.3290/j.jad.a42929.
- COLOMBO, L. A.; MURILLO-GÓMEZ, F.; DE GOES, M. F. Bond strength of CAD/CAM restorative materials treated with different surface etching protocols. **Journal of Adhesive Dentistry**, v. 21, n. 4, p. 307–316, 2019.
- COTES, C. *et al.* Can heat treatment procedures of pre-hydrolysed silane replace hydrofluoric acid in the adhesion of resin cement to feldspathic ceramic? **Journal of Adhesive Dentistry**, v. 15, p. 193–200, 2013.
- DENRY, I. L. Recent advances in ceramics for dentistry. **Critical Reviews in Oral Biology & Medicine**, v. 7, n. 2, p. 134–143, 1996.
- EL-DAMANHOURY, H. M.; GAINANTZOPOULOU, M. D. Self-etching ceramic primer versus hydrofluoric acid etching: Etching efficacy and bonding performance. **Journal of Prosthodontic Research**, v. 62, p. 75–83, 2018.
- GALANTE, R.; FIGUEIREDO-PINA, C. G.; SERRO, A. P. Additive manufacturing of ceramics for dental applications: A review. **Dental Materials**, v. 35, p. 825–846, 2019.

GALE, M. S.; DARVELL, B. W. Thermal cycling procedures for laboratory testing of dental restorations. **Journal of Dentistry**, v. 27, p. 89–99, 1999. doi: 10.1016/S0300-5712(98)00037-2.

GUIMARÃES, H. A. B. *et al.* Simplified surface treatments for ceramic cementation: Use of universal adhesive and self-etching ceramic primer. **International Journal of Biomaterials**, v. 2018, art. 2598073, 2018.

KOKO, M. *et al.* Effects of the ratio of silane to MDP in primer on bonding performance of silica-based and zirconia ceramics. **Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials**, v. 112, 2020. doi:10.1016/j.jmbbm.2020.104026.

LIMA, R. B. W. *et al.* Effect of silane and MDP-based primers on physicochemical properties of zirconia and its bond strength to resin cement. **Dental Materials**, v. 35, p. 1557–1567, 2019.

LIMA, R. B. W. *et al.* Effect of universal adhesives and self-etch ceramic primers on bond strength to glass ceramics: A systematic review and meta-analysis. **Journal of Prosthetic Dentistry**, v. 131, p. 392–402, 2024.

LUNG, C. Y. K.; MATINLINNA, J. P. Aspects of silane coupling agents and surface conditioning in dentistry. **Dental Materials**, v. 28, p. 467-477, 2012.

LUNG, C. Y. K.; MATINLINNA, J. P. The effect of silica-coating by sol-gel process on resin-zirconia bonding. **Dental Materials Journal**, v. 32, p. 165-172, 2013.

MAZIOLI, C. G. *et al.* Shear bond strength between different resinous cements and lithium disilicate ceramic. **Revista de Odontologia da UNESP**, v. 46, n. 3, p. 162–168, 2017.

MATINLINNA, J. P.; LUNG, C. Y. K.; TSOI, J. K. H. Silane adhesion mechanism in dental applications and surface treatments: A review. **Dental Materials**, v. 33, p. 527–536, 2017.

MANSO, A. P.; CARVALHO, R. M. Dental cements for luting and bonding restorations. **Dental Clinics of North America**, v. 61, p. 721-737, 2017.

MURILLO-GÓMEZ, F.; RUEGGERBERG, F. A.; DE GOES, M. F. Short- and long-term bond strength between resin cement and glass-ceramic using a silane-containing universal adhesive. **Operative Dentistry**, v. 42, n. 5, p. 514-525, 2017.

SAKRANA, A. A.; ÖZCAN, M. Effect of chemical etching solutions versus air abrasion on the adhesion of self-adhesive resin cement to IPS e.max ZirCAD with and without aging. **International Journal of Esthetic Dentistry**, v. 12, n. 1, 2017.

TIAN, T. *et al.* Aspects of bonding between resin luting cements and glass ceramic materials. **Dental Materials**, v. 30, p. e147-e162, 2014.

ZARONE, F. *et al.* Current status on lithium disilicate and zirconia: A narrative review. **BMC Oral Health**, v. 19, art. 134, 2019. doi: 10.1186/s12903-019-0838-x.

ANEXO A – Produção Intelectual Durante o Curso de Doutorado



ZIRCÔNIA NA ODONTOLOGIA RESTAURADORA: Classificação e indicações clínicas

Programa de pós-graduação em Odontologia da PUC Minas (PPGO PUC Minas)

Leandro Medeiros dos Santos (1)

Luciano de Oliveira Martins Junior (2)

Gabriela Pitanga de Andrade (3)

Alberto Nogueira da Gama Antunes (4)

(1) Mestre em Odontologia em Odontologia, área de concentração Materiais Odontológicos (FO UFMG)

(2) Doutorando pelo Programa de Pós-Graduação em Odontologia (PPGO) da PUC Minas

(3) Discente do Curso Graduação do Departamento de Odontologia da PUC Minas

(4) Docente do Programa de Pós-Graduação em Odontologia (PPGO) da PUC Minas

A zircônia (ZrO_2) tem sido utilizada na composição química das cerâmicas odontológicas há várias décadas. No passado esteve presente em pequenas proporções, misturada a óxidos raros, para obtenção de pigmentos em massas cerâmicas (POGONCHEFF e DUFF, 2010). Entretanto, durante as décadas de 1970 e 1980 o ZrO_2 começou a ser utilizado como material de infraestrutura para coroas em substituição às estruturas me-

<https://blogodontologiapucminas.wordpress.com/2025/09/02/zirconia-naodontologia-restauradora-classificacao-e-indicacoes-clinicas/>



CIMENTOS RESINOSOS: classificação e uso clínico

Programa de pós-graduação em Odontologia da PUC Minas (PPGO PUC Minas)

Luciano de Oliveira Martins Junior (1)

Douglas Visconte Gonçalves (2)

Gabriela Pitanga de Andrade (3)

Alberto Nogueira da Gama Antunes (4)

(1) Doutorando do PPGO PUC Minas

(2) Mestre pelo PPGO PUC Minas

(3) Discente do Curso Graduação do Departamento de Odontologia da PUC Minas

(4) Docente do PPGO PUC Minas

A cimentação em odontologia desempenha um papel crucial na fixação de restaurações indiretas. Esse processo consiste na aplicação de um agente cimentante entre as estruturas dentárias preparadas e as restau

<https://blogodontologiapucminas.wordpress.com/2024/09/13/cimentosresinosos-classificacao-e-uso-clinico/>