



ALTERNATIVAS DE ADESÃO À CERÂMICA DE DISSILICATO DE LÍTIO

Palavras-Chave: Cerâmica, Dissilicato de lítio, Adesivo Universal

Autores(as):

ISABELA BIANCHIM MONTAGNER, [FOP- UNICAMP]

VITALIANO GOMES DE ARAÚJO NETO, [FOP- UNICAMP]

Prof. Dr. MARCELO GIANNINI (orientador), [FOP- UNICAMP]

INTRODUÇÃO:

As cerâmicas vítreas odontológicas são atualmente muito utilizadas para restaurar dentes de forma adesiva devido à crescente demanda dos pacientes por estética e aos sistemas aprimorados de fabricação por computador (CAD/CAM). Os materiais cerâmicos mais novos, especialmente o dissilicato de lítio e a zircônia, têm resistência e propriedades físicas aprimoradas que podem igualar e até superar as das ligas metálicas. Portanto, seu uso aumentou consideravelmente ao longo dos anos (Yoshihara et al., 2016; Johnson et al., 2018).

Os mecanismos envolvidos na união do cimento resinoso às cerâmicas são as microretenções mecânicas e a adesão química promovida pelo silano. As retenções micromecânicas podem ser obtidas tanto pelo condicionamento com ácido fluorídrico quanto por jateamento. Após o condicionamento, a ligação química adicional é obtida através do processo de silanização usando *primers* cerâmicos. Um monômero funcional silano, como o monômero silano metacrilato (metacrilolioxipropiltrimetoxisilano ou MTPS) mais comumente utilizado em Odontologia, possui numa extremidade o radical para unir aos metacrilatos e copolimerizar com o adesivo e/ou cimento composto e o grupo silano para se unir covalentemente na fase vítrea da cerâmica (Yoshihara et al., 2016; Yoshihara et al., 2020).

Com o surgimento dos adesivos universais contendo silano foi possível reduzir o número de etapas clínicas para preparação das cerâmicas, sem a necessidade de um passo para aplicação do silano na cerâmica condicionada (Makishi et al., 2016, Yoshihara et al., 2016; Giannini et al., 2022). Porém, é reportado na literatura que a acidez dos sistemas adesivos universais apresenta pH menores que o silano convencional e podem ocasionar a hidrólise antes mesmo de entrar em contato com a superfície da cerâmica, diminuindo a sua efetividade de adesão (Murillo-Gómez et al., 2019; Murillo-Gómez et al., 2017). Portanto, tem sido questionada a estabilidade da união e reatividade do agente de união silano incorporado nos sistemas adesivos universais atuais quando aplicados em cerâmica de dissilicato de lítio.

METODOLOGIA:

Os materiais adquiridos para este estudo foram cinco adesivos universais: Clearfil Universal Quick (CUQ - Kuraray Noritake) (Figura 1.A); Scotchbond Universal Plus (SBU - Solventum) (Figura 1.B); One Coat 7

Universal (OC7 – Coltene) (Figura 1.C); Ambar APS Universal (AAP – FGM) (Figura 1.D); Universal Bond II (TUB - Tokuyama Dental) (Figura 1.E) e um silano “Ceramic Primer” (Figura 1.F) + “Adesivo” convencional (passo 3): Scotchbond Multi-Purpose (Controle - Solventum) (Figura 1.G). Os adesivos estavam dentro do prazo de validade.



Figura 1. Adesivos e silano utilizados

Blocos CAD/CAM de cerâmica à base de dissilicato de lítio (IPS e.max CAD) com 12 mm de comprimento, 6 mm de largura e 2 mm de espessura (Figura 2.A) foram seccionados usando um disco diamantado (Isomet Diamond Wafering Blades, Buehler Ltd.), acoplado a uma máquina de corte de precisão (Buehler Ltd.). As amostras de cerâmica foram sinterizadas e suas superfícies polidas com lixas de carbeto de silício (granulação 600) sob resfriamento por água. As amostras cerâmicas foram então condicionadas com ácido hidrofúorídrico 10% (Figuras 2.B, 2.C e 2.D) por 20 segundos, lavadas, submetidas à limpeza ultrassônica por 5 minutos e secas com jatos de ar.

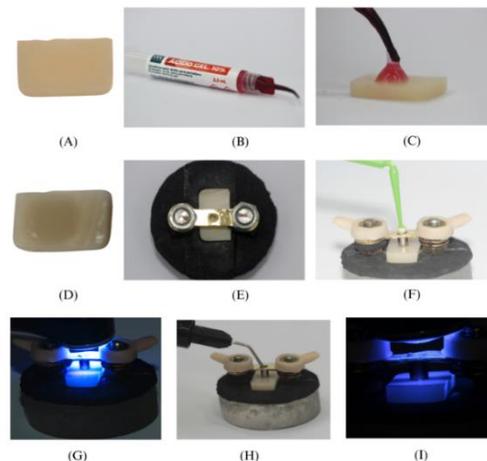


Figura 2. Etapas da confecção das amostras para resistência de união por cisalhamento.

Para o teste de resistência de união por cisalhamento (RUC), cilindros de cobre (diâmetro interno de 2,4 mm) foram fixados à superfície de dissilicato de lítio utilizando um dispositivo customizado (Figura 3) para delimitar a área de adesão, conforme ilustrado na Figura 2.E. Os adesivos universais ou a combinação de silano com resina fluida foram aplicados nessa área (Figura 2.F) e fotoativados por 10 segundos (Valo, Ultradent) (Figura 2.G). Em seguida, o cilindro foi preenchido com uma resina de baixa viscosidade (Clearfil APX Esthetics Flow) (Figura 2.H) e fotoativado por 20 segundos (Figura 2.I) (Sebold et al., 2022; Shimada et al., 2002).

As amostras foram divididas em seis grupos de acordo com o tratamento (n = 15). Os grupos são: 1: Controle: aplicação de silano (Ceramic Primer) + resina fluída (Adesivo) + resina composta fluida (RCF); 2: Aplicação de Adesivo Universal (Clearfil Universal Bond Quick) + RCF; 3: Aplicação de Adesivo Universal (Scotchbond Universal Plus) + RCF; 4: Aplicação de Adesivo Universal (One Coat 7 Universal) + RCF; 5: Aplicação de Adesivo Universal (Ambar APS Universal) + RCF; 6: Aplicação de Adesivo Universal (Universal Bond II) + RCF.

As amostras cerâmicas foram armazenadas em água por 24 horas a 37°C. Cada amostra foi fixada em um dispositivo para o teste de cisalhamento, que estava acoplado a uma máquina de ensaio universal (EZ-Test; Shimadzu). A carga foi aplicada na base do cilindro de cimento resinoso com um fio ortodôntico (2 mm de diâmetro) e velocidade de 1,0 mm/min. Após a fratura, os valores de resistência de união foram calculados dividindo-se a carga máxima para fratura (Newton) pela área de adesão (2,4 mm²), e as médias foram expressas em MegaPascal (MPa). Após RU, a avaliação das fraturas foi realizada com um microscópio digital (KH 8700; Hirox) com aumento de 10x. As fraturas observadas nas amostras foram específicas em diferentes tipos: 1) Falha adesiva entre cerâmica e adesivo; 2) Falha mista. O tipo de fratura não foi considerado como falha quando 70% ou mais da área da fratura apresentou um padrão específico de falha.

Os dados de RUC foram submetidos ao teste de normalidade e avaliados quanto à homogeneidade e à homocedasticidade. Em caso de normalidade, testes paramétricos foram aplicados na análise estatística. Os dados de RU foram analisados por ANOVA um fator e teste de Tukey pos-hoc ($\alpha = 0,05$).

RESULTADOS E DISCUSSÃO:

Os resultados estatísticos gerados estão apresentados na Tabela 1. De acordo com o P-valor, diferenças estatisticamente significativas para os grupos Controle, AAP e SBU ($p > 0,05$), que não houve diferença estatisticamente significativa entre eles. Os grupos TUB e CUQ apresentaram valores intermediários e não diferiram entre si, demonstrando que são estatisticamente semelhantes ($p = 0,977$). O grupo OC7 apresentou os menores valor de resistência de união ($p < 0,001$). Os resultados indicados na tabela 2 mostram que a falha adesiva foi predominante em todos os grupos, sendo mais elevada no grupo AAP, que apresentou 100% desse tipo de falha. Os grupos SBU e TUB tiveram 90% de falha adesiva, seguidos por CUQ% com 80% e CONTROLE com 74%. O grupo OC7 apresentou a menor taxa de falha adesiva (60%), o que indica que foi o grupo com maior ocorrência de falha mista.

Tabela 1. Média e desvio padrão dos grupos analisados.

Grupos	Média	Desvio Padrão	Estatística
CONTROLE	13,0	3,5	a
TUB	6,0	1,3	b
AAP	11,1	2,1	a
OC7	3,6	0,9	c
CUQ	6,5	2,1	b
SBU	10,8	1,8	a

Nota: Letras iguais indicam que não há diferença significativa entre os grupos (Teste de Tukey, $p < 0,05$)

Tabela 2. Distribuição dos modos de falha de fratura, em porcentagem (%), após 24 horas.

Tipo de fratura	CUQ	SBU	OC7	AAP	TUB	CONTROLE
Falha adesiva entre cerâmica e adesivo	80	90	60	100	90	74
Falha mista	20	10	40	0	10	26

DISCUSSÃO

Diversos protocolos têm sido empregados com o intuito de estabelecer uma adesão efetiva, estável e duradoura entre as vitrocerâmicas e os cimentos resinosos (Romani al., 2018). Dentre esses, a combinação de ácido fluorídrico (HF) e silano na superfície interna da cerâmica é o método mais recomendado para aumentar a resistência de união (RU) entre a cerâmica e o substrato dentário quando se utilizam cimentos resinosos. O ácido hidrófluorídrico atua dissolvendo parcialmente a fase vítrea, expondo a estrutura cristalina, o que aumenta a energia de superfície e a quantidade de grupos hidroxila disponíveis para reagir com o silano (Kalavacharla et al., 2015; Yavus, T et al., 2013).

Os adesivos universais contendo silano têm sido escolhidos na prática clínica, uma vez que permitem a simplificação do protocolo. No entanto, alguns estudos apontam que os adesivos universais produzem menor resistência de união cerâmica-cimento em relação ao uso separado do silano e adesivo. (YOSHIHARA et al., 2016; MURILLO-GÓMEZ et al., 2019). Os resultados do presente estudo não corroboram com essa evidência, uma vez que, os grupos AAP e SBU não apresentaram diferenças estatisticamente significativas em relação ao grupo controle (13,0 MPa). No mesmo sentido, o estudo de Costa FV et al. (2017) também apontou que o sistema adesivo Single Bond Universal apresentou resistência de união semelhante ao método de utilizar o silano previamente ao adesivo convencional.

Algumas hipóteses existem para explicar a redução da RUC dos adesivos universais. Uma das principais está relacionada ao seu pH ácido, geralmente em torno de 2,5, que pode comprometer a estabilidade do silano incorporado em sua formulação. Quando exposto a um meio com pH inferior a 4,3, o silano é suscetível à hidrólise, sendo convertido inicialmente em silanol e, posteriormente, em siloxano, o que resulta na perda de sua atividade química. Esse ambiente ácido favorece reações contínuas durante o armazenamento, tornando as moléculas de silano parcialmente inativas antes mesmo de sua aplicação na cerâmica, que pode comprometer a efetividade da adesão. Outra hipótese é a presença de outros componentes nos adesivos universais, que reduzem a quantidade de silano por área da superfície cerâmica (YOSHIHARA et al., 2016; MURILLO-GÓMEZ et al., 2019). No entanto, o presente estudo demonstrou que não houve diferença estatisticamente na RUC ao se comparar a aplicação de silano seguida de um adesivo convencional com o uso de adesivos universais que contém silano em sua composição (SBU e AAP). Ao contrário do adesivo antecessor (Scotchbond Universal), a composição do Scotchbond Universal Plus foi otimizada pela adição de um silano aminofuncional, que estabiliza ainda mais os silanos hidrolisados por meio de ligações de hidrogênios intramoleculares (ISHIDA, H et al., 2023). Assim, ao contrário do seu antecessor que necessitava de aplicação prévia do silano, o Scotchbond Universal Plus apresentou resultados de resistência de união que permite a sua utilização sem prévia aplicação do silano.

Da mesma forma, da Silva PL et al. (2024) também avaliaram a RUC em três grupos experimentais utilizando cerâmica de dissilicato de lítio previamente condicionada com ácido fluorídrico a 5% por 20 segundos. No Grupo 1, foi aplicada apenas o cimento resinoso RelyX Universal; No Grupo 2, o adesivo Scotchbond Universal Plus seguido do cimento RelyX Universal; e no Grupo 3, aplicou-se o Silano, seguido do Scotchbond Universal Plus e RelyX Universal. Os autores observaram que o Grupo 1 não apresentou diferença estatisticamente significativa em relação ao Grupo 3 (31,3 MPa), concluindo que a aplicação prévia de silano não promoveu aumento na resistência da ligação entre o adesivo Scotchbond Universal Plus e a cerâmica de dissilicato de lítio. Esses achados corroboram os resultados observados no presente estudo, que também identificou valores de RU semelhantes entre o grupo controle e os grupos que utilizaram adesivos universais contendo silano (AAP e SBU). Novos estudos são necessários para investigar se a aplicação adicional de silano pode, de fato, influenciar a resistência de união desses sistemas adesivos.

De acordo com este estudo, todos os grupos, incluindo o grupo controle, apresentaram predominância de falhas adesivas, seguidas de fraturas do tipo mista, que corresponde a uma combinação de falha adesiva e falha coesiva dentro do cimento resinoso. O teste de cisalhamento foi realizado de modo que a aplicação da força fosse paralela à interface adesiva, garantindo a orientação correta das forças de cisalhamento. Dessa maneira, a maior prevalência de falhas adesivas indicou que a RUC dos espécimes foi analisada. Este estudo corrobora com o estudo de Costa VF et al, que relatou 91% de ocorrência de falhas adesivas após condicionamento com HF e aplicação de adesivos universais.

CONCLUSÕES:

Os resultados mostraram que apenas os adesivos do tipo “Universal” Scotchbond Universal Plus e Ambar APS Universal igualaram a resistência de união promovida pelo Controle, que é a técnica tradicional de adesão à cerâmica a base de dissilicato de lítio.

BIBLIOGRAFIA

1. Costa, FV, Campos, LM, Ayala, MD *et al.* **Comparação de diferentes técnicas adesivas utilizando um sistema adesivo universal.** *Appl Adhes Sci* 5, 18 (2017).
2. da Silva PL, Bittencourt HR, Burnett LH Júnior, Spohr AM. **Is additional silane application necessary for a new silane-containing universal adhesive to bond to glass ceramics?** *J Esthet Restor Dent.* 2024 Oct;36(10):1452-1458. doi: 10.1111/jerd.13283. Epub 2024.
3. Dimitriadi M, Zinelis S, Zafiropoulou, Silikas N, Eliades G. **Self-etch silane primer: reactivity and bonding with a lithium disilicate ceramic.** *Materials* 2020, 13, 641; 1-16.
4. Giannini M, Vermelho PM, Araujo-Neto VG, Soto-Montero. J. **An Update on Universal Adhesives: Indications and Limitations.** *Current Oral Health Reports*, 2022, 9, 57–65.
5. Ishida H , Navroj S , Tripathy K , Fitzgerald JJ , Koenig JL. **A estrutura de um agente de acoplamento de aminosilano em soluções aquosas e sólidos parcialmente curados .** *J Polym Sci Polym Phys Ed .* 1982 ; 20 : 701-718
6. Johnson GH, Lepe XL, Patterson A, Schafer O. **Simplified cementation of lithium disilicate crowns: Retention with various adhesive resin cement combinations.** *The Journal of Prosthetic Dentistry*, 2018, 119 (5); 826-832.
7. Lung CYK, Matinlinna JP. **Aspects of silane coupling agents and surface conditioning in dentistry: An overview.** *Dental Materials* 2012, 28 (5); 467-477.
8. Matinlinna JP, Lung CYK, Tsoi JKH. **Silane adhesion mechanism in dental applications and surface treatments: A review.** *Dental Materials* 2018, 34; 13-28.
9. Murillo-Gómez F, Wanderley RB, De Goes MF. **Impact of Silane-containing Universal Adhesive on the Biaxial Flexural Strength of a Resin Cement/Glass-ceramic System.** *Oper Dent.* 2019 Mar/Apr;44(2):200-209.
10. Murillo-Gómez F, Rueggeberg FA, De Goes MF. **Short- and Long-Term Bond Strength Between Resin Cement and Glass-Ceramic Using a Silane-Containing Universal Adhesive.** *Oper Dent.* 2017 Sep/Oct;42(5):514-525.
11. Sebold, M, Giannini M, André CB, Sahadi BO, Maravic T, Josic U, Mazzoni A, Breschi L. **Bonding interface and dentin enzymatic activity of two universal adhesives applied following different etching approaches.** *Dent Mater*, 2022 Jun;38(6):907-923.

12. Makishi P, André CB, Lyra e Silva JP, Bacelar-Sá R, Correr-Sobrinho L, Giannini M. **Effect of storage time on bond strength performance of multimode adhesives to indirect resin composite and lithium disilicate glass ceramic.** Operative Dentistry, 2016 Sep-Oct;41(5):541-551.
13. Shimada Y, Yamaguchi S, Tagami J. **Micro-shear bond strength of dual-cured resin cement to glass ceramics.** Dental Materials. 2002, 18; 380-388.
14. Yoshihara K, Nagaoka N, Sonoda A, Maruo Y, Makita Y, Okihara T, Irie M, Yoshida Y, Meerbeek BV. **Effectiveness and stability of silane coupling agent incorporated in ‘universal’ adhesives.** Dental Materials 2016; 32; 1218-1225.
15. Yoshihara K, Nagaoka N, Maruo Y, Nishigawa G, Yoshida Y, Meerbeek BV. **Silane-coupling effect of a silane-containing self-adhesive composite cement.** Dental Materials 2020, 36, 914-926.