



**UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS  
FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE PIRACICABA**

**MARCOS TOMAZELLO FILHO**

**EFEITO DO TEMPO E PROTOCOLOS PÓS-SILANIZAÇÃO  
NA HIDROFOBICIDADE DA SUPERFÍCIE  
VITROCERÂMICA E NA RESISTÊNCIA DE UNIÃO  
DA CERÂMICA/CIMENTO RESINOSO**

PIRACICABA

2021

**MARCOS TOMAZELLO FILHO**

**EFEITO DO TEMPO E PROTOCOLOS PÓS-SILANIZAÇÃO  
NA HIDROFOBICIDADE DA SUPERFÍCIE  
VITROCERÂMICA E NA RESISTÊNCIA DE UNIÃO  
DA CERÂMICA/CIMENTO RESINOSO**

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado à Faculdade de Odontologia de Piracicaba da Universidade Estadual de Campinas como parte dos requisitos exigidos para obtenção do título de Cirurgião Dentista.

Orientador: Prof. Dr. Mario Fernando de Góes.

ESTE EXEMPLAR CORRESPONDE À VERSÃO FINAL DO TRABALHO DE CONCLUSÃO DE CURSO APRESENTADO PELO ALUNO MARCOS TOMAZELLO FILHO E ORIENTADO PELA PROF. DR. MARIO FERNANDO DE GÓES.

PIRACICABA

2021

Ficha catalográfica  
Universidade Estadual de Campinas  
Biblioteca da Faculdade de Odontologia de Piracicaba  
Marilene Girello - CRB 8/6159

T591e Tomazello Filho, Marcos, 1993-  
Efeito do tempo e protocolos pós-silanização na hidrofobicidade da superfície  
vitrocerâmica e na resistência de união da cerâmica/cimento resinoso / Marcos  
Tomazello Filho. – Piracicaba, SP : [s.n.], 2021.

Orientador: Mario Fernando de Goes.  
Trabalho de Conclusão de Curso (graduação) – Universidade Estadual de  
Campinas, Faculdade de Odontologia de Piracicaba.

1. Cerâmica odontológica. 2. Silano. 3. Resistência de união. I. Goes, Mario  
Fernando de, 1954-. II. Universidade Estadual de Campinas. Faculdade de  
Odontologia de Piracicaba. III. Título.

Informações adicionais complementares

**Palavras-chave em inglês:**

Dental ceramics

Silane

Bond strength

**Área de concentração:** Materiais Dentários

**Titulação:** Cirurgião-Dentista

**Data de entrega do trabalho definitivo:** 15-10-2021

## **DEDICATÓRIA**

Dedico este trabalho, minha graduação e todo meu conhecimento adquirido nesses anos de estudo aos meus pais, Marcos Tomazello e Mylene Campos Crystal Tomazello.

## **AGRADECIMENTOS**

Agradeço principalmente a minha família, que me apoiou, me incentivou e me acompanhou seja por toda vida ou parte dela na faculdade, meu pai Marcos, minha mãe Mylene, minhas avós, Dirce e Brígida, meus avôs Luicyr e Mario, meus tios Mario e Maria.

Ao meu orientador, Mario Fernandes de Góes, do Departamento de Materiais Dentários que me orientou, me guiou e me deu a oportunidade de fazer uma iniciação científica na área de materiais dentários.

Aos professores, Americo, Lourenço e Mario Signoretti, aos funcionários Selma e Marcos e aos pós graduandos da área de Departamento de Materiais Dentários.

Ao diretor da faculdade, Professor Francisco Haiter Neto e ao Coordenador de Graduação, Professor Wander José da Silva.

Aos meus amigos que conheço a mais de uma década, Guilherme S, Gustavo S, Luís Otavio e Fernando V pela amizade e pelas aventuras.

Um agradecimento especial a república TalaHouse e aos seus moradores, Kaio, Felipe, Samuel e Caique com quem eu criei um carinho muito especial, uma grande amizade e que me permitiram tornar membro da república.

As republicas da faculdade de odontologia de Piracicaba, SocaBroca e seus moradores, Marcio, Marcos, Gustavo, Guilherme, Tulio, Breno e Lucas, a Trapo, Mateus, Glauber, Caio, Dreyson, Felipe, Muricy, Leonardo, Lucas, Marcelo e Vitor que me acolheram em suas republicas e compartilharam vários momentos especiais juntos.

Aos meus amigos próximos da minha sala da Faculdade de Odontologia de Piracicaba, Karen M, Karen B, Renato T, Neto T, Victoria G, Izabella B, Camila K, Emmanuely O, Ligia A, Antônio R, Isabela E, Gabriel S, Gabriela C, Vitor R, Andre Y, Natalia K e Gustavo P.

Aos meus amigos do Dom Bosco que estudaram a vida inteira comigo.

As republicas da faculdade de odontologia de Piracicaba, Breja Eu, 30 que me acolheram.

A republica Alambique e seus moradores, Ripada, Ferpa, Boiao, pelo acolhimento, carinho, diversão e vários momentos especiais que me proporcionaram.

A Aline D, Beatriz N, Shawn, Isa D, Carol F e Bia L que conheci durante a minha vida em piracicaba.

As republicas Kalabouço, Kangaço, Malok e Barracão e seus moradores que me acolheram.

Ao Neto, Dani e Luquinhas que eu conheci durante esse período de pandemia e que me acolheram.

A todas as pessoas que eu conheci durante meu período na Faculdade de Odontologia de Piracicaba e Esalq.

## RESUMO

O objetivo foi avaliar o efeito dos tempos e protocolos de pós-silanização na hidrofobicidade da superfície cerâmica e resistência de união com o cimento resinoso. Noventa placas (10 x 6 x 2mm) cerâmicas foram obtidas e divididas em 9 grupos: tempo de aplicação do silano (10 s, 30 s e 60 s) e protocolos de pós-silanização (5 s de secagem; lavagem - 10 s e secagem -30s; e, secagem com ar quente por 20 s). A superfície cerâmica foi tratada com ácido fluorídrico (20%, por 5 s). Moldes de silicone com 6 orifícios foram posicionados sobre a placa cerâmica tratadas, inserido o cimento resinoso e fotoativado. Depois de 24 h, os espécimes submetidos ao ensaio de cisalhamento. A falha foi analisada em microscopia eletrônica de varredura. O ângulo de contato mensurado em goniômetro. Testes de Kruskal Wallis e Mann-Whitney ( $\alpha= 0.05$ ) foram usados na análise estatística. Os protocolos de pós-sinalização mostraram diferença estatística nos valores de resistência de união. O silano aplicado por 10 s e secos com ar por 5 s produziu valores inferiores ( $p < 0,05$ ) quando comparado com os protocolos “lavar e secar” e “ar quente”. A aplicação do silano - 30 s, gerou fratura do tipo coesivo no cimento. O silano - 10 s mostrou fratura adesiva e coesiva. Concluimos que o tempo de espera (10,30 e 60 s) após aplicação do silano não alterou a energia livre de superfície e os protocolos de pós-silanização “lavar e secar” ou “ar aquecido” podem efetivar a resistência de união.

**Palavras-chave:** Cerâmica. Silano. Resistência de união. Ângulo de contato.

## ABSTRACT

Abstract The objective was to evaluate the effect of post-silanization times and protocols on the hydrophobicity of the ceramic surface and strength of union with resin cement. Ninety ceramic plates (10 x 6 x 2mm) were obtained and divided into 9 groups: silane application time (10 s, 30 s and 60 s) and post-silanization protocols (5 s drying; washing - 10 s and drying -30s; and, drying with hot air for 20 s). The ceramic surface was treated with hydrofluoric acid (20% for 5 s). Silicone molds with 6 holes were positioned on the treated ceramic plate, inserted the resin cement and photoactivated. After 24 h, the specimens submitted to the shear test. The failure was analyzed by scanning electron microscopy. The contact angle measured in goniometer. Kruskal Wallis and Mann-Whitney tests ( $\alpha= 0.05$ ) were used in statistical analysis. The post-signaling protocols showed statistical difference in the values of union resistance. The silane applied for 10 s and dried with air for 5 s produced lower values ( $p < 0.05$ ) when compared with the protocols "wash and dry" and "hot air". The application of silane - 30 s, generated cohesive fracture in cement. Silane - 10 s showed adhesive and cohesive fracture. We conclude that the waiting time (10.30 and 60 s) after silane application did not alter the surface free energy and the post-silanization protocols "wash and dry" or "hot air" can improve the union resistance.

**Key words:** Ceramics. Silane. Union resistance. Contact angle.

## SUMARIO

|  |    |
|--|----|
| 1 INTRODUÇÃO   | 10 |
| 2 REVISÃO DA LITERATURA                                      | 13 |
| 3 PROPOSIÇÃO   | 15 |
| 4 MATERIAL E MÉTODOS   | 16 |
| 4.1 Preparo das amostras de cerâmica                         | 16 |
| 4.2 Grupos experimentais                                     | 17 |
| 4.3 Procedimentos de cimentação                              | 17 |
| 4.4 Ensaio de Resistência de União ao Cisalhamento           | 18 |
| 4.5 Ângulo de contato com água                               | 19 |
| 4.6 Análise estatística                                      | 19 |
| 5 RESULTADOS   | 20 |
| 6 DISCUSSÃO  | 23 |
| 7 CONCLUSÃO  | 26 |
| REFERÊNCIAS  | 27 |
| ANEXOS   |    |
| Anexo 1 – Verificação de originalidade e prevenção de plágio | 31 |
| Anexo 2 - Iniciação Científica                               | 32 |

## 1 INTRODUÇÃO

Um número cada vez maior de sistemas totalmente cerâmicos com variadas composições está disponível no mercado, fazendo com que o material possa ser indicado em diferentes situações clínicas (Blatz, 2003). Essas cerâmicas odontológicas podem ser classificadas de acordo com o conteúdo vítreo em policristalinas e vítreas (Tian et al., 2004). As vitrocerâmicas (cerâmicas vítreas) possuem em sua composição uma matriz rica em sílica que pode ser reforçada por cristais (Gracis et al., 2015). A popularidade deste tipo de restaurações tem base na estética, propriedades mecânicas, biocompatibilidade e longevidade clínica (Hallmann et al., 2018; Rauch et al., 2018).

A cimentação adesiva das cerâmicas vítreas é feita por meio da utilização um agente resinoso e durabilidade clínica depende de uma efetiva união entre cimento resinoso e cerâmica (Baratto et al., 2015; Matinlinna et al., 2018). Esta união está fundamentada em dois mecanismos principais: retenção micromecânica e ligações químicas (Tian et al., 2014; Gracis et al., 2015). A retenção mecânica pode ser obtida por meio do condicionamento da cerâmica com ácido fluorídrico. Este ácido reage com a sílica ( $\text{SiO}_2$ ), produzindo uma dissolução parcial da matriz vítrea e um aumento da rugosidade na superfície (Brentel et al., 2007; Tian et al., 2014). Por outro lado, a união química pode ser estabelecida através da utilização do silano ( $\gamma$ -methacryloxypropyltrimethoxysilane), molécula com grupos funcionais alcoxi que após hidrolisadas formam radicais silanol (Matinlinna e Vallittu 2007).

As moléculas de silano, após ativação via hidrólise, são capazes de se ligar de um lado às hidroxilas presentes na superfície da cerâmica e na outra extremidade polimerizar-se com os grupamentos metacrilatos do cimento resinoso (Lung e Matinlinna 2012). Os silanos estão disponíveis comercialmente na forma pré-hidrolisada em soluções de frasco único ou em sistemas de dois frascos (Lung e Matinlinna 2012). Os silanos pré-hidrolisados apresentam como principal vantagem a facilidade de aplicação. No entanto, possuem um menor tempo de vida útil, devido a formação de oligômeros inativos, incapazes de formar ligações químicas com a superfície da cerâmica (Alex, 2008; Matinlinna et al., 2018). Já, o sistema de dois frascos apresenta um frasco contendo silano não-hidrolisado dissolvido em etanol e no outro uma solução de ácido acético. O conteúdo dos dois frascos deve ser

misturado antes do uso para permitir a hidrólise do silano, o que aumenta o tempo de validade do produto, além de sua reatividade inicial (Alex, 2008; Matinlinna et al., 2018).

Após aplicação, a solução de silano deve ser deixada em contato com a superfície da cerâmica por um determinado tempo, de modo a permitir a completa evaporação de solventes e subprodutos da reação, favorecendo a formação de maior quantidade de ligações silanóis com a superfície da cerâmica (Pilo et al., 2016). A maior parte dos fabricantes recomenda um tempo de espera pós-silanização de 60 segundos. Também tem sido demonstrado que tempos prolongados de até 5 a 7 minutos não resultam em maiores valores de resistência de união comparado há 1 minuto (Özcan et al., 2004; Pilo et al., 2016). No entanto, estudos avaliando tempos menores que o recomendado pelo fabricante não foram encontrados. Uma redução do tempo de espera pós-silanização seria interessante uma vez que quanto maior a exposição da camada de silano à umidade, maior o risco de contaminação, além de um menor tempo de espera que resultaria em redução do tempo clínico.

Por outro lado, a estrutura da camada de silano aplicada na superfície da cerâmica é influenciada pela composição da solução de silano e pelos protocolos de pós-silanização (Queiroz et al., 2012). Estes protocolos têm como função remover a água, solventes e contaminantes da camada de silano para aumentar os locais acessíveis para união da molécula de silano com a superfície cerâmica, além de aumentar as reações de condensação na solução de silano (Shen et al., 2004). A eficiência de diferentes protocolos pode variar conforme a composição do silano (Baratoo et al., 2015). Usualmente os fabricantes recomendam a aplicação de suaves jatos de ar que parece não ser suficiente para remover efetivamente os solventes (Queiroz et al., 2012; Corazza et al., 2013). A utilização de ar quente também tem sido uma das alternativas avaliadas nesse processo de pós-silanização. No entanto, a efetividade desse protocolo ainda não é um consenso (Monticelli et al., 2006; Carvalho et al., 2011; Queiroz et al., 2012; Yavuz e Eraslan 2016). Um produto que simplifica a técnica de silanização (*self-etching ceramic primer*) indica a lavagem com água após a aplicação do material (Volkel e Braziulis 2015). Sendo assim, a efetividade desses protocolos de pós-silanização ainda é controversa e as informações disponíveis na literatura são escarças. Além disso, é importante estabelecer um tratamento de pós-silanização simplificado e ao mesmo tempo que proporcione na superfície da cerâmica

silanizada a formação de uniões siloxanas duráveis.

Desta forma, o objetivo deste estudo foi avaliar o efeito de diferentes tempos de espera pós-silanização, bem como diferentes protocolos de remoção dos solventes utilizando uma solução de silano contida em frasco único na hidrofobicidade da superfície de uma cerâmica vítrea à base de dissilicato de lítio e na resistência de união cerâmica/cimento resinoso. As hipóteses nulas testadas neste estudo foram: (1) não há diferenças significativas no ângulo de contato da superfície da cerâmica com diferentes tempos de espera e protocolos pós-silanização; (2) os diferentes tempos de espera e protocolos pós-silanização não influenciam na resistência de união.

## 2 REVISÃO DA LITERATURA

As vitrocerâmicas (cerâmicas vítreas) estão sendo muito utilizadas na substituição de elementos dentários perdidos. O destaque entre elas fica para as cerâmicas à base de dissilicato de lítio que apresenta além da qualidade estética, resistência mecânica, química e biocompatibilidade. A composição básica (ex. IPS.emax), é dióxido de silício ( $\text{SiO}_2$ ), óxido de lítio ( $\text{Li}_2\text{O}$ ), óxido de potássio ( $\text{K}_2\text{O}$ ), óxido de fósforo ( $\text{P}_2\text{O}_5$ ), óxido de alumínio ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ), óxido de zinco ( $\text{ZnO}$ ) e dióxido de zircônio ( $\text{ZrO}_2$ ) em proporções variadas. (Gracis et al., 2015; Hallmann et al., 2018). Com indicação para o segmento posterior da boca, as cerâmicas à base de dissilicato de lítio apresentaram apenas uma baixa redução na sua longevidade e nenhum risco de lascas (Rauch et al., 2018). Fatores como tamanho, distribuição, pigmentação, quantidade, formato das partículas afetam a translucidez e a resistência mecânica da Rouch cerâmica (Tian et al., 2014; Hallmann et al., 2018)

O condicionamento com ácido fluorídrico produz alteração na topografia da cerâmica por meio de dissolução parcial da matriz vítrea expondo as estruturas cristalinas, criando uma superfície rugosa na superfície cerâmica. melhorando a resistência mecânica entre a cerâmica e o cimento resinoso (Blatz et al., 2003; Brentel et al; 2007; Tian et al., 2014; Gracis et al., 2015). O uso de ácido fluorídrico 5% por 20 segundos é recomendado pelo fabricante. Pesquisas relacionadas ao aumento da concentração e/ou aumento do tempo do condicionamento ácido, em cerâmicas à base de dissilicato de lítio, não apresentaram melhor resistência de união quando utilizado com silano, mas sem o silano apresentaram um significativo aumento (Kalavacharla et al., 2015; Ramakrishnaiah et al., 2016).

Silanos são capazes de promover uma adesão entre a superfície da cerâmica à base de sílica e o cimento resinoso. Os silanos são moléculas bifuncionais, ou seja, apresenta um grupo funcional silanol em uma extremidade da molécula e na outra o grupo polimerizável metacrilato, a grupo metacrilato se liga ao cimento resinoso, enquanto o grupo silanol se liga quimicamente ao grupo silanol existente na superfície vítrea da cerâmica (Lung e Matinlinna 2012; Yoshida et al., 2015). Os silanos mais utilizados têm como a principal composição o MPS ( $\gamma$ -methacryloxypropyltrimethoxysilane), que é diluído em água e álcool etílico, variando sua concentração. Sua ativação é por meio de diversas reações de hidrólise onde no

final ocorre a formação de uma camada hidrofóbica ramificada onde promove uma maior estabilidade hidrolítica (Blatz et al., 2003; Volkel e Braziulis 2015; Matinlinna et al., 2018; Moreno et al., 2019).

O tratamento de superfície pós-silanização utilizando ar quente pode ser utilizado para obter uma maior resistência de união entre a cerâmica, silano e o cimento resinoso, isso se deve à alta temperatura gerada pelo ar quente que consegue evaporar solventes e volatilizar sub produtos, água e álcool que são gerados pela reação do silano sobre a superfície da cerâmica. A eliminação dos subprodutos gerados pela reação de condensação auxilia na efetivação das ligações covalentes entre a cerâmica vítrea e a camada de silano, reduzindo a espessura da camada de silano formada e melhorando a estabilidade e desempenho da restauração. (Carvalho et al., 2011; Queiroz et al., 2012; Tian et al., 2014; Moreno et al., 2019). Mesmo com alguns artigos publicados, ainda não há um consenso sobre a sua real efetividade sobre a resistência mecânica deste protocolo de pós-silanização sobre a superfície da cerâmica e a camada de silano (Baratto et al., 2015; Moreno et al., 2019).

O tratamento de superfície da cerâmica com ácido fluorídrico seguido pela aplicação do silano produz uma camada hidrofóbica sobre a superfície cerâmica, reduzindo o ângulo de contato e aumentando a energia livre de superfície. Assim, o cimento resinoso, que é hidrófobo, consegue escoar com uma maior facilidade sobre as retenções produzidas pelo ácido na superfície da cerâmica e assim, aumentando a resistência de união entre o cimento resinoso e a cerâmica. Os diferentes métodos de pós-silanização associados a diferentes tipos de silanos, podem alterar a energia de superfície da cerâmica vítrea (El-Damanhoury e Gaintantzopoulou 2018; Moreno et al., 2019).

### 3 PROPOSIÇÃO

O objetivo desta pesquisa científica *in vitro*, foi avaliar o efeito de diferentes tempos de espera pós-silanização, bem como diferentes protocolos de remoção dos solventes utilizando uma solução de silano contida em frasco único na hidrofobicidade da superfície de uma cerâmica vítrea à base de dissilicato de lítio e na resistência de união cerâmica/cimento resinoso.

## 4 MATERIAL E MÉTODOS

### 4.1 Preparo das amostras de cerâmica

Blocos para usinagem (CAD-CAM) de uma cerâmica à base de dissilicato de lítio (IPS emax CAD, Ivoclar Vivadent, Schann Liechtenstein) foram cortados com disco diamantado em cortadeira metalográfica (Isomet 1000, Buehler, Lake Bluff, IL) sob refrigeração abundante com água. Noventa placas (10 x 6 x 2mm) foram obtidas e sinterizadas de acordo com as recomendações do fabricante. As placas de cerâmica foram polidas com lixas de carvão de silício de granulação #600 e #1200 (Norton AS, São Paulo, SP, Brasil) em uma politriz (AL4, Arotec, Cotia, SP, Brasil) sob refrigeração a água, de modo a padronizar a superfície. As placas cerâmicas foram colocadas em água destilada sob ultrassom por 10 minutos. Depois foram secas com jatos de ar por 30 segundos. Em seguida, as placas de cerâmica foram condicionadas com ácido fluorídrico 5% (Condac Porcelana, Brasil) por 20s, lavadas com spray ar/água por 1 minuto e colocadas em água sob ultrassom por 5 minutos. A composição dos materiais utilizados neste experimento está descrita na tabela 1.

Tabela 1 - Composição dos materiais usados no experimento

| Material   | Fabricante                                     | Lot.       | Composition   |
|--|--|------------|---|
| IPS emax CAD - Lithium disilicate reinforced glass ceramic | Ivoclar Vivadent - Schaan, Liechtenstein       | W10792     | SiO <sub>2</sub> (57–80%wt), Li <sub>2</sub> O (11–19%wt), K <sub>2</sub> O (0–13%wt), P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> (0–11%wt), ZrO <sub>2</sub> (0–8%wt), ZnO (0–8%wt), Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (0–5%wt) MgO (0–5%wt), colouring oxides (0–8%wt). |
| Variolink Esthetic LC                                      | Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein        | W87657     | Pretane dimethacrylate and other methacrylate monomers. Oxide trifluoride and mixed spheroid oxides. Initiators, stabilizers, pigments. 38% Inorganic fillers.  |
| RelyX Ceramic Primer                                       | RelyX Ceramic Primer (3M ESPE - St. Paul, USA) | 1703900293 | Ethyl alcohol (70–80%wt), water (20–30%wt), methacryloxypropyltrimethoxysilane (<2%wt).   |

## 4.2 Grupos experimentais

As placas cerâmicas foram distribuídas em 9 grupos (n=10) conforme o tempo de aplicação do silano e os protocolos de pós-silanização. Grupo 1- aplicação do silano por 10 segundos, secagem com jatos de ar por 5 segundos; 2- aplicação do silano por 10 segundos seguido pela lavagem com água por 10 segundos e secagem por 30 segundos; 3- aplicação do silano por 10 segundos, secagem com ar quente por 20 segundos; 4- aplicação do silano por 30 segundos e secagem com jatos de ar por 5 segundos; 5- aplicação do silano por 30 segundos seguido pela lavagem com água por 10 segundos e secagem por 30 segundos; 6- aplicação do silano por 30 segundos, secagem com ar quente por 20 segundos; 7- aplicação do silano por 60 segundos e secagem com jatos de ar por 5 segundos; 8- aplicação do silano por 60 segundos seguido pela lavagem com água por 10 segundos e secagem por 30 segundos; 9- aplicação do silano por 60 segundos, secagem com ar quente por 20 segundos.

## 4.3 Procedimentos de cimentação

Moldes de elastômero contendo 6 orifícios em forma de cilindro (1mm de diâmetro x 1mm de altura) foram colocados na superfície da cerâmica para delimitação da área de união. O cimento resinoso Variolink Esthetic, Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein) foi manipulado seguindo as recomendações do fabricante e inserido nos orifícios de modo a preenche-los totalmente. Uma tira de poliéster e uma lâmina de vidro foram posicionadas sobre o molde preenchido e uma carga vertical de 250g foi aplicada por 1 minuto. A lâmina de vidro foi removida e o cimento fotoativado por 40 segundos com uma fonte de luz (Bluephase N - Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein) com irradiância de 800 mW/cm<sup>2</sup>). Os espécimes foram armazenados em água destilada a 37°C por 24h.

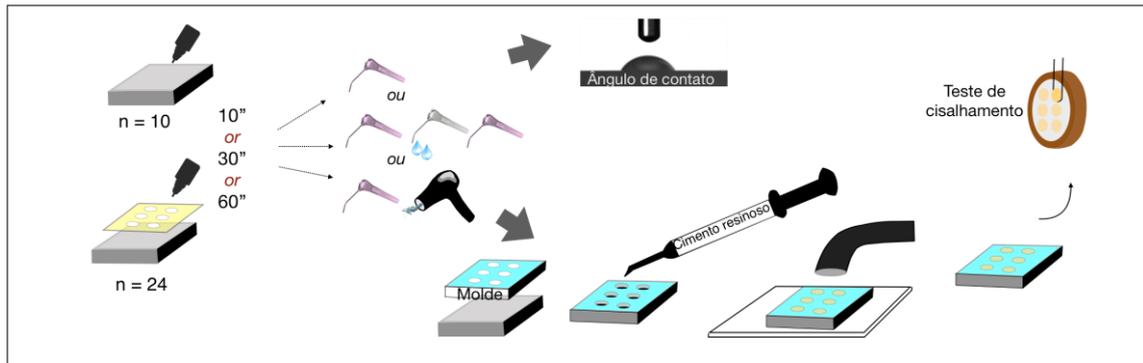


Figura 1 - Desenho esquemático ilustrando o tempo de espera da aplicação do silano, os protocolos de pós-silanzamento, mensuração do ângulo de contato, procedimento de cimentação e o ensaio de cisalhamento.

#### 4.4 Ensaio de Resistência de União ao Cisalhamento

Após armazenamento, os moldes de silicone foram removidos com auxílio de uma lâmina de bisturi. Os cilindros de cimento foram avaliados usando um microscópio óptico (Olympus Cop, Tokyo, Japan) com aumento de 40x, de modo a eliminar aqueles com irregularidades ou poros.

Os espécimes foram posicionados em uma máquina de ensaios universal (Instron 4411, Instron Corporation, Canton, MA, USA) e um fio de aço (0,2mm de diâmetro) foi colocado na base de cada cilindro. O ensaio de resistência de união ao cisalhamento foi realizado com uma célula de carga de 50N a uma velocidade de 0,5mm/min até a falha. Os valores foram registrados e uma média dos 6 cilindros foi calculada por espécime.

As amostras fraturadas foram colocadas em *stubs* de alumínio, cobertas com ouro (SCD 050; Balzers, Schaan, Liechtenstein) e analisadas em microscópio eletrônico de varredura (JSM 5600 LV; JEOL, Tokyo, Japan). O modo de falha foi classificado em: falha adesiva entre cimento e cerâmica (modo 1); coesiva em cerâmica (modo 2); coesiva em cimento resinoso (modo 3) e mista envolvendo cimento resinoso e cerâmica (modo 4).

#### 4.5 Ângulo de contato com água

Outras noventa placas de cerâmica à base de dissilicato de lítio foram obtidas como descrito anteriormente. As placas cerâmicas foram condicionadas com ácido fluorídrico 5% por 20 segundos e tratadas como descrito para os 9 grupos experimentais. Uma gota de água deionizada com um volume de 5 $\mu$ L foi calibrada com o auxílio de uma seringa e dispensada na superfície das placas cerâmicas tratadas. O ângulo de contato estático formado entre a gota de água e a superfície da cerâmica foi medido imediatamente (5 segundos) utilizando um goniômetro acoplado a um software (Digidrop Contact Angle Meter; GBX, Bourg de Peage, France). Foram realizadas 2 medições por placa e 10 placas por grupo. As medidas foram feitas depois da aplicação do silano (Figura 2).

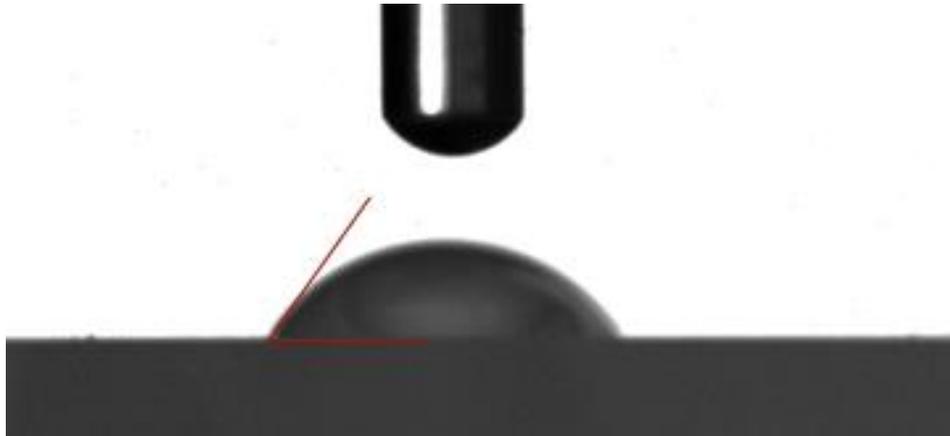


Figura 2 - Imagem mostrando a mensuração do ângulo de contato.

#### 4.6 Análise estatística

Os dados foram analisados estatisticamente pelos testes de Kruskal Wallis e a comparação por pares foi realizada pelo teste de Mann-Whitney com correção de Bonferroni ( $\alpha= 0.05$ ).

## 5 RESULTADOS

O teste estatístico mostrou que o tempo de aplicação e os protocolos de pós-silanização não mostraram diferenças estatísticas entre si ( $p \geq 0,05$ ). Todas médias relativas à comparação entre os tempos de aplicação e as formas de remoção dos solventes da superfície cerâmica estão ilustradas na Figura 3. Como expresso na Figura 3, o ângulo de contato e a energia de superfície não foram diferentes estatisticamente entre si nas diferentes formas experimentais aplicadas. No entanto, os protocolos de pós-sinalização apresentaram diferença estatística nos valores de resistência de união. O silano aplicado por 10 segundos seguido pela secagem com ar comprimido por 5 segundos produziu valores médios estatisticamente inferiores quando comparado com os protocolos “lavar” e “ar quente”. Entretanto, esses valores não foram diferentes estatisticamente ao serem comparados com as superfícies cerâmicas, no mesmo protocolo pós-silanização, na qual foi aplicado o silano por 30 ou 60 segundos. Por outro lado, os valores médios de resistência de união não diferiram estatisticamente entre si ( $p \geq 0,05$ ), nos grupos na qual o silano foi aplicado por 30 ou 60 segundos, independente dos protocolos de pós-silanização aplicados (Figura 4).

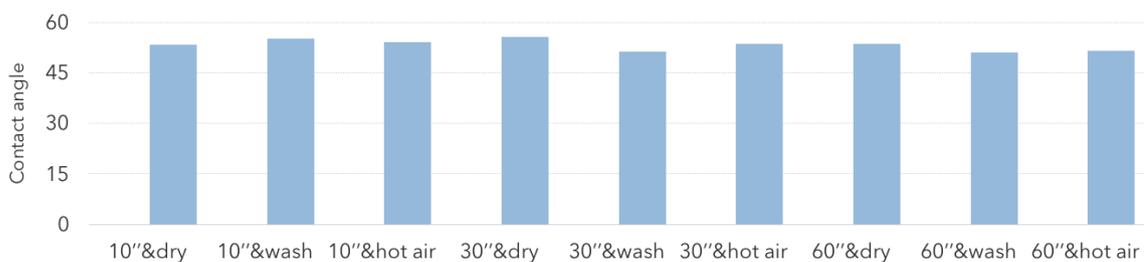


Figura 3 - Angulo de contato de todos os grupos experimentais, não mostrando diferença entre eles.

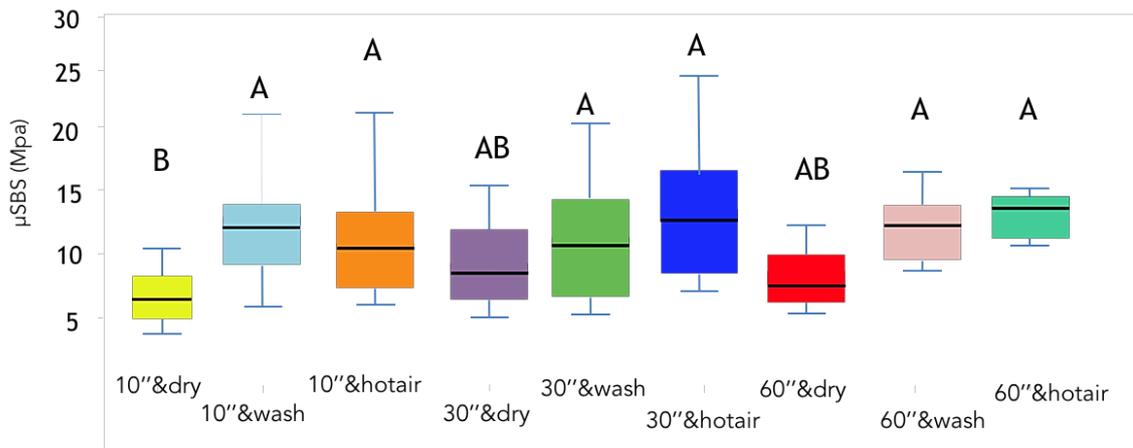


Figure 4 - Valores de resistência de união de todos os grupos experimentais comparados estatisticamente pelo teste de Mann-Whitney com correção de Bonferroni ( $\alpha = 0.05$ ). Letras maiúsculas iguais significam não haver diferenças estatísticas entre os grupos ( $p \geq 0,05$ ).

Conforme a ilustração da Figura 5, foi observado que o tempo de aplicação do silano por 10 segundos seguido pela secagem por 5 segundos produziu praticamente 60% de fratura do tipo adesiva (Figura 6 A) entre o cimento resinoso e a superfície cerâmica. Da mesma forma, mas em menor percentual, aconteceu esse modo de fratura quando foi utilizado os protocolos de “lavar” e “ar quente” para remover os solventes no mesmo tempo de aplicação do silano (10 segundos). Uma situação diferente ocorreu quando da aplicação do silano pelo tempo de 30 ou 60 segundos. Independente do protocolo pós-silanização utilizado gerou em modo de fratura do tipo coesivo no cimento resinoso ou misto, conforme ilustrado na Figura 6 B e C.

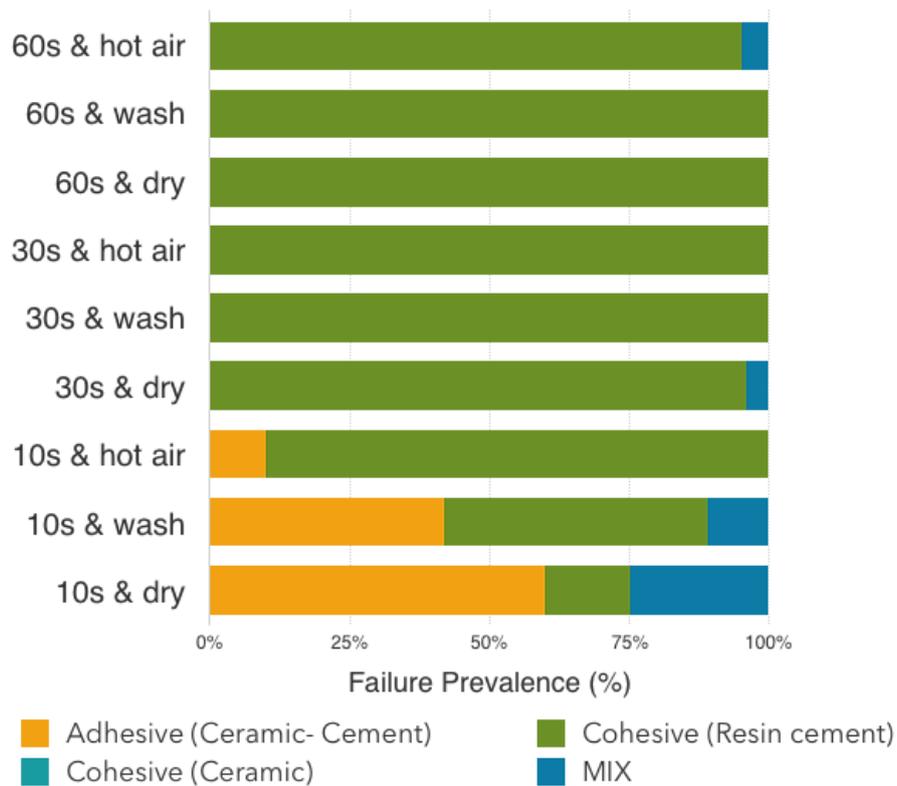


Figura 5 - Prevalência no modo de falha de todos os grupos experimentais

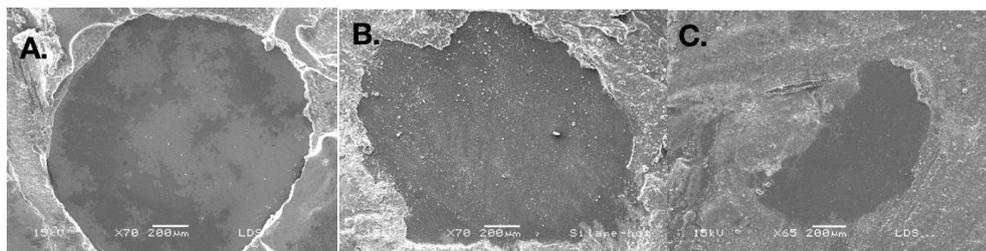


Figura 6 - Imagens representativas de diferentes modos de fratura. A imagem (A) está mostrando a prevalência do padrão de fratura adesivo do grupo “10 segundos e seco com jatos de ar por 5 segundos. Em (B) a imagem mostrando a fratura do tipo coesivo no cimento resinoso, na qual foi prevalente nos grupos de 30 e 60 segundos de espera depois da aplicação do silano. Em (C) a representação da fratura do tipo mista (envolvendo cerâmica e cimento resinoso).

## 6 DISCUSSÃO

Nossos resultados demonstraram que o grau de hidrofília no ângulo de contato não foi alterado em função dos diferentes tempos de aplicação do silano e dos protocolos de pós-silanização. Entretanto, também mostrou que a aplicação do silano por 10 segundos, seguida pela secagem usando jatos de ar comprimido por 5 segundos, apresentou estaticamente o menor valor médio de resistência de união. Desta forma, a primeira hipótese nula foi aceita e a segunda foi rejeitada em função de haver necessidade um tempo de espera maior depois da aplicação do silano (30 ou 60 segundos). Nestas condições os protocolos de pós-silanização não influenciaram a resistência de União.

Uma alta energia de superfície é desejada para favorecer o espalhamento do silano na superfície cerâmica (Inoue et al., 2010). No caso da cerâmica a energia de superfície é alta por causa dos átomos externos que não são igualmente atraídos em todas as direções (Della Bona et al., 2014). Com isso, a capacidade de umedecimento da superfície pelo líquido aumenta o contato e as forças de atração em direção ao substrato. Essa é uma condição importante para a obter uma adesão efetiva. A energia de superfície também depende da rugosidade, composição química e hidrofílicidade/hidrofobicidade do substrato (Chen et al., 2013; Matinlinna e Vallittu 2007), e isso é determinado facilmente pela medida do ângulo de contato e equações matemáticas (Inoue et al., 2010).

A energia de superfície da cerâmica é aumentada após o condicionamento feito com ácido fluorídrico que remove contaminantes de baixa energia, parte da fase vítrea da cerâmica e aumenta a rugosidade da superfície do material (Marshall et al., 2010; Yoshida et al.; 2015; Ramakrishnaiah et al., 2016). Neste estudo, foi utilizado o mesmo silano com diferentes tempos de espera após a silanização (10, 30 e 60 segundos) na superfície cerâmica previamente condicionada. Esses tempos diferentes de espera após a aplicação do silano e o uso de diferentes protocolos de pós-silanização, não produziram valores de energia de superfície diferentes estatisticamente entre si. O silano ao ser aplicado na superfície condicionada, portanto com alta densidade de grupos hidroxil (Lung e Matinlinna 2012), faz com que toda energia de superfície seja direcionada para formar uniões com outros átomos próximos da superfície (Matinlinna, 2014). Assim, a molécula de silano com grupos Si-

OH se une aos grupos silanois (Si-OH) da superfície cerâmica reduzindo a energia de superfície em relação ao momento pós-condicionamento. Neste estudo, essa situação ficou bem evidente porque a reação química não foi dependente do tempo de espera da aplicação do silano ou dos protocolos pós-silanização para remover os solventes decorrentes da reação do silano com a cerâmica e a energia de superfície se manteve equivalente nos diferentes grupos. Essa particularidade de não haver diferença estatística nos valores da energia de superfície pode também ser um indicativo de que as moléculas de silano permaneceram efetivamente unidas aos grupos hidroxila disponíveis na superfície da cerâmica. Além disso, essa característica pode influenciar na capacidade de molhamento do cimento resinoso e também é um indicador de eficácia da solução de silano (Sattabanasuk et al., 2016). A superfície das vitrocerâmicas apresentam características hidrofílicas devido a presença de grupos hidroxil (Brito et al., 2012), na qual pode induzir alta capacidade de molhamento da solução de silano. Este silano reage com grupos hidroxil na superfície da cerâmica rica em sílica e outros oligômeros silanol formam uma camada hidrofóbica ramificada (Matinlinna e Vallittu 2007). A formação dessa estrutura de ligações cruzadas contribui para aumentar a estabilidade hidrolítica dessa camada e auxiliar na penetração do cimento resinoso hidrofóbico nas microporosidades da superfície cerâmica previamente condicionada, facilitando assim a retenção mecânica (Sattabanasuk et al., 2016; El-Damanhoury e Gaintantzopoulou 2018).

Nosso estudo demonstrou que o método de aplicação do silano e os protocolos de pós-silanização foram importantes para assegurar a qualidade da camada de silano formada, provavelmente pelo aumento das ligações cruzadas. Embora, o mesmo tipo de silano tenha sido aplicado com três diferentes tempos de espera (10, 30 e 60 segundos) e a energia livre de superfície não tenha mostrado diferença estatística, independente do tratamento de pós-silanização, o valor da resistência de união foi inferior estatisticamente para a aplicação do silano pelo tempo de 10 segundos e secagem com ar comprimido por 5 segundos, em relação aos protocolos de lavar e secar e a aplicação do ar quente. Estes dados praticamente inviabilizaram a recomendação do fabricante que indica apenas 5 segundos de secagem com ar comprimido. Dessa forma, a lavagem com água ou a aplicação do ar quente mostrou ser mais efetivos na remoção dos resíduos e solventes da superfície da camada de silano, tornando desnecessário qualquer outro tratamento adicional

para efetivar a união do cimento resinoso com o silano. Esta situação mecânica também parece ser um indicativo de que a porção hidrofílica (Si-OH) da molécula de silano formou efetivamente a ligação Si-O-Si com a superfície da cerâmica dissilicato de lítio. Sendo assim, a superfície da cerâmica silanizada tornou-se hidrofóbica (Ramakrishnaiah et al., 2016). Por outro lado, o uso de apenas 5 segundos de jatos de ar comprimido sobre a camada de silano parece não ter sido suficiente para a formação das ligações químicas Si-O-Si entre a cerâmica e as moléculas de silano, como relatado em outros estudos (Chen, 2013; Moreno et al., 2019). Isto provavelmente ocorreu devido à alta concentração de água na solução de silano que, dessa forma, necessita de maior tempo de secagem, como demonstrado neste estudo.

Nossos resultados mostraram que a união efetiva e durável entre a camada de silano e o substrato cerâmico depende de vários de fatores, na qual podemos considerar a necessidade do uso adicional de protocolos de pós-silanização como a simples lavagem da superfície cerâmica silanizada seguida por secagem ou o uso do ar quente por 30 segundos para obter uma camada de silano mais qualificada para o bom molhamento e união do cimento resinoso, no sentido da obtenção de uma efetiva união e longevidade com a restauração cerâmica.

## 7 CONCLUSÃO

De acordo com os resultados deste estudo, as seguintes conclusões podem ser emitidas:

- a) O tempo de espera (10,30 e 60 segundos) após aplicação do silano não alterou a energia livre de superfície produzida pela camada de silano;
- b) Os protocolos de pós-silanização pelo tratamento de lavar e secar ou uso do ar quente podem ser recomendados para obtenção de uma efetiva resistência de união entre superfície da cerâmica previamente condicionada, a camada de silano e o cimento resinoso.

## REFERÊNCIAS

1. Alex G. Preparing porcelain surfaces for optimal bonding. *Compend Contin Educ Dent.* 2008;29(6):324-35.
2. Baratto SS, Spina DR, Gonzaga CC, Cunha LF, Furuse AY, Baratto Filho F, et al. Silanated surface treatment: Effects on the bond strength to lithium disilicate glass-ceramic. *Braz Dent J.* 2015;26(5):474-7. doi: 10.1590/0103-6440201300354
3. Blatz MB, 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.
4. Brentel AS, Özcan 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;23(11):1323-31. doi: 10.1016/j.dental.2006.11.011.
5. Brito e Abreu S, Skinner W. Determination of contact angles, silane coverage, and hydrophobicity heterogeneity of methylated quartz surfaces using ToF-SIMS. *Langmuir.* 2012;28:7360-7. doi: 10.1021/la300352f.
6. Carvalho RF, Martins MEMN, Queiroz JRC, Leite FPP, Özcan M. Influence of silane heat treatment on bond strength of resin cement to a feldspathic ceramic. *Dent Mater J.* 2011;30:392-7. PMID: 21597220.
7. Chen L, Shen H, Suh BI. Effect of incorporating BisGMA resin on the bonding properties of silane and zirconia primers. *J Prosthet Dent.* 2013;110:402-7. doi: 10.1016/j.prosdent.2013.04.005.
8. Corazza PH, Cavalcanti SCM, Queiroz JRC, Bottino MA, Valandro LF. Effect of post-silanization heat treatments of silanized feldspathic ceramic on adhesion to resin cement. *J Adhes Dent.* 2013;15:473-9. doi: 10.3290/j.jad.a29592.
9. Della Bona A, Borba M, Benetti P, Pecho OE, Alessandretti R, Mosele JC, et al. Adhesion to dental ceramics. *Curr Oral Health Rep.* 2014;1:232-8.
10. 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.

11. Gracis S, Thompson VP, Ferencz JL, Silva NR, Bonfante EA. A new classification system for all-ceramic and ceramic-like restorative materials. *Int J Prosthodont*. 2015;28(3):227-35. doi: 10.11607/ijp.4244.
12. Hallmann L, Ulmer P, Kern M. Effect of microstructure on the mechanical properties of lithium disilicate glass-ceramics. *J Mech Behav Biomed Mater*. 2018;82:355-70. doi: 10.1016/j.jmbbm.2018.02.032.
13. Inoue N, Tsujimoto A, Takimoto M, Ootsuka E, Endo H, Takamizawa T, et al. Surface free-energy measurements as indicators of the bonding characteristics of single- step self-etching adhesives. *Eur J Oral Sci*. 2010;118:525-30. doi: 10.1111/j.1600-0722.2010.00771.x.
14. Kalavacharla VK, Lawson NC, Ramp LC, Burgess JO. Influence of etching protocol and silane treatment with universal adhesive on lithium disilicate bond strength. *Oper Dent*. 2015;40(4):372-8. doi: 10.2341/14-116-L.
15. Lung CY, Matinlinna JP. Aspects of silane coupling agents and surface conditioning in dentistry: An overview. *Dent Mater*. 2012;28(5):467-77. doi: 10.1016/j.dental.2012.02.009.
16. Marshall SJ, Bayne SC, Baier R, Tomsia AP, Marshall GW. A review of adhesion science. *Dent Mater*. 2010;26:e11-6. doi: 10.1016/j.dental.2009.11.157.
17. Matinlinna JP. *Handbook of oral biomaterials*. Singapore: Pan Stanford Publishing; 2014.
18. Matinlinna JP, Vallittu PK. Bonding of resin composites to etchable ceramic surfaces – an insight review of the chemical aspects on surface conditioning. *J Oral Rehabil*. 2007;34(8):622-30. doi: 10.1111/j.1365-2842.2005.01569.x.
19. Matinlinna JP, Lung CYK, Tsoi JKH. Silane adhesion mechanism in dental applications and surface treatments: A review. *Dent Mater*. 2018;34(1):13-28. doi: 10.1016/j.dental.2017.09.002.
20. Monticelli F, Toledano M, Osorio R, Ferrari M. Effect of temperature on the silane coupling agents when bonding core resin to quartz fiber posts. *Dent Mater*. 2006;22:1024-8. doi: 10.1016/j.dental.2005.11.024.

21. Moreno MBP, Murillo-Gómez F, De Goes MF. Physicochemical and morphological characterization of a glass ceramic treated with different ceramic primers and post-silanization protocols. *Dent Mater.* 2019;35:1073-108. doi: 10.1016/j.dental.2019.05.003.
22. Özcan M, Matinlinna JP, Vallittu PK, Huysmans MC. Effect of drying time of 3-methacryloxypropyltrimethoxysilane on the shear bond strength of a composite resin to silica-coated base/noble alloys. *Dent Mater.* 2004;20:586-90. doi: 10.1016/j.dental.2003.10.003.
23. Pilo R, Brosh T, Geron V, Levartovsky S, Eliades G. Effect of silane reaction time on the repair of a nanofilled composite using tribochemical treatment. *J Adhes Dent.* 2016;18:125-34. doi: 10.3290/j.jad.a35907.
24. Queiroz JRC, Benetti P, Özcan M, Oliveira LFC, Della Bona A, Takahashi FE, et al. Surface characterization of feldspathic ceramic using ATR FT-IR and ellipsometry after various silanization protocols. *Dent Mater.* 2012;28:189-96. doi: 10.1016/j.dental.2011.10.009.
25. Ramakrishnaiah R, Alkheraif AA, Divakar DD, Matinlinna JP, Vallittu PK. The effect of hydrofluoric acid etching duration on the surface micromorphology, roughness, and wettability of dental ceramics. *Int J Mol Sci.* 2016;17:822. doi: 10.3390/ijms17060822.
26. Rauch A, Reich S, Dalchau L, Schierz O. Clinical survival of chair-side generated monolithic lithium disilicate crowns: 10-years results. *Clin Oral Investig.* 2018;22(4):1763-9. doi: 10.1007/s00784-017-2271-3.
27. Sattabanasuk V, Charnchairerk P, Punsukumtana L, Burrow MF. Effects of mechanical and chemical surface treatments on the resin-glass ceramic adhesion properties. *J Investig Clin Dent.* 2016;8:1-9. doi: 10.1111/jicd.12220.
28. Shen C, Oh WS, Williams JR. Effect of post-silanization drying on the bond strength of composite to ceramic. *J Prosthet Dent.* 2004;91:453-8. doi: 10.1016/S0022391304001301.
29. Tian T, Tsoi JKH, Matinlinna JP, Burrow MF. Aspects of bonding between resin luting cements and glass ceramic materials. *Dent Mater.* 2014;30:e147-62. doi: 10.1016/j.dental.2014.01.017.

30. Volkel T, Braziulis E, consulted on Oct 24th, 2018 on Monobond Etch & Prime, scientific documentation; 2015. Disponível em: [www.ivoclarvivadent.com](http://www.ivoclarvivadent.com).

31. Yavuz T, Eraslan O. The effect of silane applied to glass ceramics on surface structure and bonding strength at different temperatures. *J Adv Prosthodont*. 2016;8:75-84. doi: 10.4047/jap.2016.8.2.75.

32. Yoshida F, Tsujimoto A, Ishii R, Nojiri K, Takamizawa T, Miyazaki M. Influence of surface treatment of contaminated lithium disilicate and leucite glass ceramics on surface free energy and bond strength of universal adhesives. *Dent Mater J*. 2015;34:855-62. doi: 10.4012/dmj.2015-123.

## ANEXOS

### Anexo 1 – Verificação de originalidade e prevenção de plágio

| Efeito do tempo e protocolos pós-silanização na hidrofobicidade da superfície vitrocerâmica e na resistência de união da cerâmica/cimento resinoso |  |              |                |
|--|--|--------------|----------------|
| ORIGINALITY REPORT   |  |              |                |
| <b>21</b> %  | %  | %            | <b>21</b> %    |
| SIMILARITY INDEX   | INTERNET SOURCES   | PUBLICATIONS | STUDENT PAPERS |
| PRIMARY SOURCES  |  |              |                |
| <b>1</b>   | Submitted to Universidade Estadual de Campinas<br>Student Paper            |              | <b>7</b> %     |
| <b>2</b>   | Submitted to Universidad Catolica Los Angeles de Chimbote<br>Student Paper |              | <b>1</b> %     |
| <b>3</b>   | Submitted to Yeditepe University<br>Student Paper                          |              | <b>1</b> %     |
| <b>4</b>   | Submitted to Universidad Estadual Paulista<br>Student Paper                |              | <b>1</b> %     |
| <b>5</b>   | Submitted to Royal College of Surgeons<br>Student Paper                    |              | <b>1</b> %     |
| <b>6</b>   | Submitted to University of Hong Kong<br>Student Paper                      |              | <b>1</b> %     |
| <b>7</b>   | Submitted to Yonsei University<br>Student Paper                            |              | <b>1</b> %     |
| <b>8</b>   | Submitted to University of Southern California<br>Student Paper            |              | <b>1</b> %     |

## Anexo 2 - Iniciação Científica



Universidade Estadual de Campinas  
Pró-Reitoria de Pesquisa  
Programas de Iniciação Científica e Tecnológica  
www.prp.unicamp.br | Tel. 55 19 3521-4891

### PARECER SOBRE RELATÓRIO FINAL DE ATIVIDADES

**Bolsista:** Marcos Tomazello Filho– RA 173715

**Orientador(a):** Prof.(a) Dr.(a) MARIO FERNANDO DE GOES

**Projeto:** “Efeito do tempo pós-silanização na hidrofobicidade e resistência de união da superfície cerâmica à base de dissilicato de lítio”

**Bolsa:** PIBIC/CNPq

**Vigência:** 01/01/2020 a 31/08/2020

**Processo:** 100748/2020-1

### PARECER

O aluno foi contemplado com bolsa somente no segundo semestre, mas já vinha trabalhando com seu orientador no projeto, mesmo sem a bolsa. Assim, conseguiu finalizar seu projeto e o texto está sendo preparado para envio a uma revista na língua inglesa. Assim, considero muito bom o desempenho do aluno nesse quesito. Em relação ao desempenho acadêmico do aluno, houve ligeira diminuição do seu CR em relação a sua turma, porém foi aprovado em todas as disciplinas cursadas.

**Conclusão do Parecer:**

● Aprovado

Pró-Reitoria de Pesquisa, 13 de outubro de 2021.

**Samuelson Alex Nanini Pereira**

PR ASSADMINISTRATIVOS / TÉCNICO EM  
ADMINISTRAÇÃO

Documento assinado. Verificar autenticidade em [sigad.unicamp.br/verifica](http://sigad.unicamp.br/verifica)  
Informar código C5800A70 C166470D 99C08EC5 D023F903

Documento assinado eletronicamente por **Samuelson Alex Nanini Pereira**, PR ASS ADMINISTRATIVOS / TÉCNICO EM ADMINISTRAÇÃO, em 13/10/2021, às 10:15 horas, conforme Art. 10 § 2º da MP 2.200/2001 e Art. 1º da Resolução GR 54/2017.



A autenticidade do documento pode ser conferida no site:  
[sigad.unicamp.br/verifica](http://sigad.unicamp.br/verifica), informando o código verificador:  
**C5800A70 C166470D 99C08EC5 D023F903**

