

UNIVERSIDADE DE UBERABA
MESTRADO EM ODONTOLOGIA-CLÍNICA ODONTOLÓGICA INTEGRADA
AMAURI JOSÉ LIMA MENDES

**INFLUÊNCIA DO SILANO E DO MODO DE APLICAÇÃO DE SISTEMAS
ADESIVOS ENTRE CERÂMICA DE DISSILICATO DE LÍTIO E CIMENTO
RESINOSO FOTOATIVADO**

UBERABA, MG

2025

AMAURI JOSÉ LIMA MENDES

**INFLUÊNCIA DO SILANO E DO MODO DE APLICAÇÃO DE SISTEMAS
ADESIVOS ENTRE CERÂMICA DE DISSILICATO DE LÍTIO E CIMENTO
RESINOSO FOTOATIVADO**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Odontologia - Mestrado Acadêmico da Universidade de Uberaba, como requisito para obtenção do título de Mestre em Odontologia, na Área de Concentração em Clínica Odontológica Integrada.

Orientador: Prof. Dr. Gilberto Antônio Borges

UBERABA, MG

2025

Catálogo elaborado pelo Setor de Referência da Biblioteca Central UNIUBE

Mendes, Amauri José Lima.
M522i Influência do silano e do modo de aplicação de sistemas adesivos entre cerâmica de dissilicato de lítio e cimento resinoso fotoativo / Amauri José Lima Mendes. – Uberaba (MG), 2025.
44 f. : il., color.

Dissertação (Mestrado) – Universidade de Uberaba. Programa de Pós-Graduação em Odontologia. Mestrado Acadêmico em Odontologia. Área de Concentração em Clínica Odontológica Integrada.
Orientador: Prof. Dr. Gilberto Antônio Borges.

1. Adesivos dentários. 2. Cerâmicas dentárias. 3. Cimentos dentários. 4. Odontologia. I. Borges, Gilberto Antônio. II. Universidade de Uberaba. Programa de Pós-Graduação em Odontologia. Mestrado Acadêmico em Odontologia. Área de Concentração em Clínica Odontológica Integrada. III. Título.

CDD 617.695

Tatiane da Silva Viana – Bibliotecária – CRB-6/3171

AMAURI JOSÉ LIMA MENDES

INFLUÊNCIA DO SILANO E DO MODO DE APLICAÇÃO DE SISTEMAS
ADESIVOS ENTRE CERÂMICA E DISSILICATO DE LÍTIO E CIMENTO
RESINOSO FOTOATIVADO

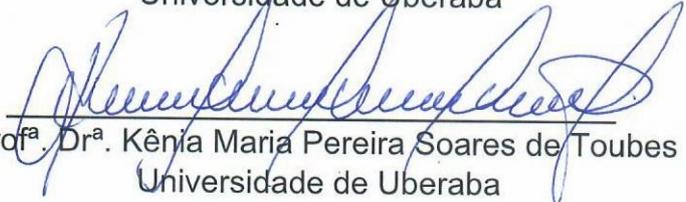
Dissertação apresentada como parte dos
requisitos para obtenção do título de Mestre
em Odontologia do Programa de
PósGraduação em Odontologia - Mestrado
da Universidade de Uberaba.

Área de concentração: Clínica Odontológica
Integrada

Aprovado (a) em: 09/12/2025

BANCA EXAMINADORA:


Prof. Dr. Gilberto Antônio Borges
Orientador
Universidade de Uberaba


Profª. Drª. Kênia Maria Pereira Soares de Toubes
Universidade de Uberaba

Documento assinado digitalmente

gov.br

ANA MARIA SPOHR

Data: 09/12/2025 16:24:55 -0300

Verifique em <https://validar.iti.gov.br>

Profª. Drª Ana Maria Spohr
Pontifícia Universidade Católica do Rio Grande do Sul

DEDICATÓRIA

À Deus que me abençoou com a concretização deste sonho. A minha família, que sempre me apoiou, neste projeto. Dedico aos meus pais, meus eternos exemplos de amor e dedicação a família. Dedico ao meu orientador Prof. Dr. Gilberto Antônio Borges que me incentivou e não me deixou desistir, sempre incentivando e presente em todas as etapas.

AGRADECIMENTOS

À Universidade de Uberaba (Uniube) pela contribuição em toda minha formação profissional até aqui, desde a graduação em Odontologia ao mestrado.

À Pró-Reitoria de Pós-Graduação, Pesquisa e Extensão da Universidade de Uberaba.

À Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES), pela concessão do apoio financeiro através da bolsa de mestrado.

Aos docentes, colegas e funcionários do Programa de Pós-graduação em Odontologia (PPGODO) da Uniube.

À Prof. Dra. Kênia Maria Pereira Soares Toubes, que com sua sabedoria e competência, muito contribuiu para meu crescimento profissional.

À Prof. Dra. Analia Gabriella Borges Ferraz Facury pela parceria e ensinamentos no laboratório e na pesquisa.

Às alunas da Iniciação Científica da Uniube, em especial Mariana Souza Borges.

Agradeço aos meus familiares, pelo apoio e incentivo e agradeço a Deus pela minha vida, saúde e força em todos os momentos.

RESUMO

O desempenho clínico das restaurações cerâmicas depende de alguns fatores como a aplicação adesivos na superfície da cerâmica. Embora seguir as recomendações do fabricante seja fundamental, uma película adesiva mais fina pode teoricamente oferecer maior estabilidade a longo prazo. O objetivo deste estudo foi avaliar a resistência de união entre uma cerâmica de dissilicato de lítio e um cimento resinoso fotoativado, utilizando diferentes sistemas adesivos e protocolos de aplicação. Foram confeccionados 100 blocos cerâmicos (e.max CAD, Ivoclar-Vivadent) com 7 mm de largura, 6 mm de profundidade e 0,5 mm de espessura, obtidos em máquina de corte de precisão e submetidos à queima em forno específico. O condicionamento ácido foi realizado em todos os grupos com ácido fluorídrico a 5%. Os blocos foram divididos em 10 grupos (n=10) de acordo com o tratamento e o adesivo aplicado. A aplicação dos sistemas adesivos foi realizada de duas formas: conforme as instruções do fabricante ou em aplicação mínima, com remoção prévia do excesso no microaplicador. Para o ensaio mecânico, foi utilizada uma matriz de silicone com dois orifícios (0,9 mm de diâmetro × 1,0 mm de altura) preenchidos com cimento resinoso (AllCem Veneer, FGM) e fotoativados. Os conjuntos cerâmica/cilindros foram submetidos ao teste de microcisalhamento em máquina universal de ensaios até a falha. Os valores obtidos foram expressos em MPa e analisados estatisticamente por ANOVA de um fator seguida do teste de Tukey ($\alpha = 0,05$). O padrão de falha foi classificado em adesiva e mista, não sendo observadas fraturas coesivas em cerâmica nem em cimento resinoso. Amostras representativas de cada grupo foram avaliadas em microscópio eletrônico de varredura. Os resultados mostraram que o protocolo de aplicação mínima reduziu significativamente a resistência de união (Clearfil: $17,0 \pm 4,22$ MPa; Ambar: $23,2 \pm 5,42$ MPa), quando comparado à aplicação segundo o fabricante (Clearfil: $25,1 \pm 5,19$ MPa; Ambar + silano: $43,7 \pm 7,20$ MPa). Pela análise em microscopia de varredura, verificou-se que a espessura da película adesiva foi consideravelmente menor na aplicação mínima do que na aplicação conforme as recomendações do fabricante. Além disso, predominou o padrão de falha adesiva nos grupos de menor resistência, enquanto as falhas mistas foram mais frequentes nos grupos de maior desempenho, reforçando a estabilidade da interface nesses protocolos.

PALAVRAS-CHAVE: Adesivos Dentários; Cerâmica; Cimento; Silano

ABSTRACT

The clinical performance of ceramic restorations depends on factors such as the application of adhesives to the ceramic surface. Although following the manufacturer's recommendations is essential, a thinner adhesive layer may theoretically provide greater long-term stability. The aim of this study was to evaluate the bond strength between a lithium disilicate ceramic and a light-cured resin cement, using different adhesive systems and application protocols. A total of 100 ceramic blocks (e.max CAD, Ivoclar-Vivadent) were fabricated with dimensions of 7 mm in width, 6 mm in depth, and 0.5 mm in thickness, obtained with a precision cutting machine and subjected to firing in a specific furnace. Acid etching was performed in all groups with 5% hydrofluoric acid (HF). The blocks were divided into 10 groups (n=10) according to the treatment and adhesive applied. Adhesive systems were applied in two ways: according to the manufacturer's instructions or with minimal application, in which the excess was removed from the microbrush prior to use. For the mechanical test, a silicone mold with two cavities (0,9 mm in diameter × 1.0 mm in height) was positioned on the ceramic surface, filled with resin cement (AllCem Veneer, FGM), and light cured. The ceramic/cement assemblies were subjected to a microshear bond strength test in a universal testing machine until failure. The values obtained were expressed in MPa and statistically analyzed by one-way ANOVA followed by Tukey's test ($\alpha = 0.05$). Failure modes were classified as adhesive or mixed, with no cohesive fractures observed in either the ceramic or the resin cement. Representative samples from each group were evaluated under scanning electron microscopy. The results showed that the minimal application protocol significantly reduced bond strength (Clearfil: 17.0 ± 4.22 MPa; Ambar: 23.2 ± 5.42 MPa) when compared with application according to the manufacturer's instructions (Clearfil: 25.1 ± 5.19 MPa; Ambar + silane: 43.7 ± 7.20 MPa). SEM analysis revealed that the adhesive layer thickness was considerably smaller with minimal application than with application according to the manufacturer's recommendations. In addition, adhesive failures predominated in the groups with lower bond strength, whereas mixed failures were more frequent in the groups with higher performance, reinforcing the stability of the interface in these protocols.

KEYWORDS: Dental Adhesives; Cement; Ceramics; Silane.

SUMÁRIO

| | |
|--------------------------------------|-----------|
| 1 INTRODUÇÃO | 9 |
| 2 OBJETIVOS | 11 |
| 2.1 Geral | 11 |
| 2.2 Específicos | 11 |
| 3 ARTIGO CIENTÍFICO..... | 12 |
| 4 CONCLUSÃO..... | 29 |
| REFERÊNCIAS | 30 |
| APÊNDICE A - Metodologia..... | 32 |

1 INTRODUÇÃO

As cerâmicas odontológicas desempenham papel fundamental na reabilitação estética e funcional de dentes comprometidos, sendo amplamente utilizadas em facetas, coroas, inlays, onlays e próteses fixas. Esses materiais se destacam por sua excelente biocompatibilidade, estabilidade de cor, resistência ao desgaste e propriedades mecânicas satisfatórias para suportar as cargas mastigatórias. A escolha da cerâmica mais adequada depende da demanda estética, da resistência requerida e, sobretudo, do tipo de união desejada com o substrato dentário (Araujo e Perdigão, 2021; Mazioli et al, 2017; Rojas-Rueda et al, 2025).

Entre as diversas classes de cerâmicas, o dissilicato de lítio se destaca por sua composição e microestrutura diferenciadas, que combinam excelente estética com resistência flexural média a alta, em torno de 360 a 400 MPa, sendo indicado tanto para restaurações anteriores quanto posteriores. Sua característica permite a adesão micromecânica e química com materiais resinosos, o que o diferencia das cerâmicas puramente policristalinas, como a zircônia, cuja superfície é menos receptiva à ligação adesiva (Shi et al, 2022).

Para promover uma adesão eficaz ao dissilicato de Lítio, a superfície da cerâmica deve ser condicionada com ácido fluorídrico a 5% ou 10%, que atua dissolvendo seletivamente a fase vítrea e criando micro retenções que aumentam a área de contato e possibilitam retenção mecânica (Shi et al, 2022). Esse condicionamento, ao remover a matriz vítrea, expõe os cristais de dissilicato de Lítio, entre os quais há espaços de dimensões nanométricas e micrométricas que permitem a penetração do sistema de cimentação. Após essa etapa, recomenda-se a aplicação de um agente silano, mais especificamente o γ -metacriloxipropil trimetoxissilano, uma molécula bifuncional capaz de promover ligação química entre a superfície cerâmica e os materiais resinosos, como adesivos, cimentos resinosos e resinas compostas pré-aquecidas (Thiranukoon et al 2025). A ação do silano ocorre por meio de ligações siloxânicas (Si–O–Si) com os grupos hidroxila presentes na superfície da cerâmica tratada e, por outro lado, pela extremidade com dupla ligação carbono-carbono ($-\text{CH}=\text{CH}_2$), que reage com os monômeros metacrílicos do sistema resinoso. Essa ponte molecular aumenta significativamente a durabilidade da interface adesiva e melhora o desempenho clínico das restaurações. Todavia, após a criação das micro retenções e aplicação do silano, pode ser necessário aplicar o sistema adesivo em seu estado líquido para que penetre nos espaços, preenchendo-os adequadamente, sem que haja presença de bolhas. Com a polimerização do adesivo, ele tomará presa e então fica criada uma zona híbrida entre a cerâmica e o material resinoso (Maqbool et al, 2023). A ação combinada de micro retenção e

união química resulta em união efetiva, fazendo assim a verdadeira adesão entre a restauração e o sistema resinoso. Por outro lado, é necessário o tratamento e aplicação corretos na superfície dental para que a união seja funcional (Maqbool et al, 2023; Dimitriadi et al, 2019). Na mesma perspectiva de efetivar a união entre cerâmicas vítreas e agentes resinosos recentemente foi lançado um produto Monobond Etch & Prime-(Ivoclar-Vivadent), que combina a ação do ácido e do primer no mesmo material. Entretanto, por ser recente e por apresentar ainda alguma controvérsia, não tem sido amplamente utilizado, não obstante, trata-se de produto de alto custo o que inviabiliza sua popularização entre os profissionais, especialmente no Brasil (Cardenas et al, 2019).

No entanto, o protocolo de aplicação do adesivo após a silanização ainda apresenta variações clínicas. O modo como o adesivo é aplicado pode influenciar na espessura da película formada sobre a superfície da cerâmica, o que afeta diretamente a qualidade da cimentação (Cardenas et al, 2019). Uma aplicação mais delicada, com menor volume de adesivo, pode minimizar a formação de microbolhas de ar e reduzir a espessura da interface, contribuindo para maior integridade da união e menor risco de falhas coesivas no sistema adesivo.

Além disso, a estabilidade da união adesiva, diretamente correlacionada com a longevidade das restaurações cerâmicas, é influenciada por diversos fatores, incluindo o cuidado e o modo de aplicação do ácido condicionador, do adesivo, do cimento resinoso, bem como o protocolo de fotoativação utilizado. Cada uma dessas etapas pode impactar significativamente a resistência de união e, conseqüentemente, a durabilidade clínica das restaurações (Liu et al, 2024; Souza et al, 2020).

Assim, torna-se essencial compreender não apenas o papel do silano como agente de união química, mas também o impacto do modo de aplicação do adesivo sobre a espessura da película formada e sobre a estabilidade da interface adesiva. A literatura aponta que variações na quantidade de adesivo podem alterar o desempenho clínico imediato e a durabilidade da união (Cardenas et al., 2019). No entanto, ainda existem lacunas quanto à interação entre a aplicação do silano, o tipo de adesivo utilizado e o protocolo de aplicação adotado. Dessa forma, o presente estudo teve como propósito avaliar a influência da aplicação do silano e do modo de aplicação de diferentes sistemas adesivos na resistência de união entre a cerâmica de dissilicato de lítio e o cimento resinoso fotoativado, buscando gerar evidências que orientem protocolos clínicos mais previsíveis e duradouros para restaurações cerâmicas adesivas.

2 OBJETIVOS

2.1 Geral

Avaliar a resistência de união entre uma cerâmica odontológica de dissilicato de lítio e um cimento resinoso fotoativado.

2.2 Específicos

- Avaliar a influência do adesivo;
- Avaliar a influência da espessura do adesivo;
- Avaliar a influência da aplicação prévia do silano.

3 ARTIGO CIENTÍFICO

Influence of Silane and Adhesive Application Mode on the Bond Strength Between Lithium Disilicate Ceramic and Light-Cured Resin Cement

Silane and Adhesive Application in Ceramic Bonding

Summary

Objectives: This study aimed to evaluate the bond strength between a lithium disilicate ceramic and a light-cured resin cement using different adhesive systems and application protocols. **Methods and Materials:** A total of 100 ceramic blocks (e.max CAD, Ivoclar-Vivadent) with standardized dimensions ($7 \times 6 \times 0.5$ mm) were fabricated with a precision cutting machine and subjected to firing in a specific furnace. All specimens were etched with 5% hydrofluoric acid. The blocks were divided into 10 groups ($n=10$) according to the treatment and adhesive applied. Adhesives (Clearfil SE Bond and Ambar Universal) were applied either according to the manufacturer's instructions or with minimal application, where the excess was removed from the microbrush before use, with or without silane pretreatment. A silicone mold with two cavities (0.9 mm in diameter \times 1.0 mm in height) was positioned on each block and filled with resin cement (AllCem Veneer, FGM), which was then light cured. Microshear bond strength was tested in a universal testing machine until failure. Data were expressed in MPa and analyzed by one-way ANOVA followed by Tukey's test ($\alpha=0.05$). Failure modes were classified as adhesive or mixed. Representative samples were examined under scanning electron microscopy (SEM). **Results:** Minimal application protocols resulted in significantly lower bond strength compared with manufacturer's recommendations. The lowest value was obtained for Clearfil with minimal application (17.0 ± 4.22 MPa), confirming that the absence of silane markedly compromises adhesion. In contrast, the highest value was achieved for Ambar with silane applied before the adhesive according to manufacturer's instructions (43.7 ± 7.20 MPa), underscoring the decisive role of silane in enhancing bond strength. Intermediate results were observed for Ambar with minimal application (23.2 ± 5.42 MPa) and for Clearfil with manufacturer application without silane (25.1 ± 5.19 MPa). SEM analysis confirmed that minimal application produced thinner adhesive layers, while failure mode analysis revealed predominantly adhesive failures in lower bond strength groups and mixed failures in groups where silane and manufacturer

protocols were followed. Conclusion: Minimal adhesive application significantly reduced bond strength and produced thinner, irregular adhesive films, as confirmed by SEM. The use of a separate silane primer was indispensable for improving adhesion, even when using universal adhesives containing silane. Clinically, following manufacturer protocols in combination with silanization provides stronger bonding to lithium disilicate ceramics.

Keywords: Lithium disilicate, adhesive systems, bond strength, resin cement, silane.

Clinical Significance

Minimal adhesive application reduced bond strength and produced thinner, irregular films under SEM. A separate silane step was essential, even for silane-containing universal adhesives. Following manufacturers' protocols ensures stronger and more stable bonding to lithium disilicate.

INTRODUCTION

The increasing demand for esthetic and minimally invasive treatments has made all-ceramic restorations a cornerstone of contemporary restorative dentistry. Over the past decades, ceramic veneers, laminate restorations, and other adhesive protocols have gained popularity due to their superior optical properties, mechanical performance, and conservative tooth preparation requirements¹⁻³. Among the available ceramics, lithium disilicate has become one of the most extensively used materials, combining high strength, translucency, and versatile adhesive capability⁴.

The bonding potential of lithium disilicate results from both micromechanical and chemical interactions. Hydrofluoric acid (HF) etching selectively dissolves the glassy matrix and exposes lithium disilicate crystals, producing a microretentive surface. Silane coupling agents, such as γ -methacryloxypropyltrimethoxysilane, chemically link the silicon-oxygen network of the ceramic with methacrylate groups of resin materials. The synergy of micromechanical retention and chemical bonding explains the superior performance of lithium disilicate compared with polycrystalline ceramics like zirconia, which lack a glassy matrix and cannot be etched with hydrofluoric acid⁵.

Despite widespread agreement on the importance of silanization, the role of the subsequent adhesive layer has been debated. Some protocols suggest applying adhesive after silane to enhance resin infiltration and improve bond durability, while others argue that

adhesive application may not be strictly necessary⁶⁻⁸. More recently, universal adhesives containing silane, such as Ambar Universal, have been marketed with the promise of simplifying bonding procedures by eliminating the need for separate silane application. However, several studies indicate that the silane embedded in universal adhesives is unstable under acidic conditions, leading to self-condensation of silanol groups and reducing the efficiency of chemical coupling to the ceramic surface. Thus, relying solely on silane within an adhesive formulation may not guarantee the same effectiveness as using a dedicated silane primer⁹⁻¹¹.

More recently, simplified one-step systems such as Monobond Etch & Prime (Ivoclar Vivadent) have been introduced, combining hydrofluoric acid etching and silanization in a single solution. This approach aims to reduce clinical steps and operator variability. However, despite its practicality, evidence regarding its bonding effectiveness remains controversial. Prado et al. (2018) reported that Monobond Etch & Prime produced significantly lower bond strength compared with the conventional HF + silane protocol in both lithium disilicate and feldspathic ceramics¹². Similarly, Temp et al. (2024) demonstrated reduced fatigue strength and reliability of CAD/CAM glass-ceramics treated with Monobond Etch & Prime compared with HF + silane¹³. These findings suggest that, while Monobond Etch & Prime offers convenience, the gold-standard bonding protocol for lithium disilicate remains hydrofluoric acid etching followed by a separate silane primer.

The incorporation of an adhesive film may improve resin infiltration, enhance stress distribution, and contribute to the long-term stability of the interface. However, a variable influencing the performance of adhesive protocols is the thickness of the adhesive layer. While a sufficient adhesive film may improve stress distribution and promote stronger immediate bonds, thinner films may theoretically degrade less over time due to reduced polymeric content¹⁴. Evidence on adhesive film thickness is extensive in dentin bonding but remains scarce for ceramic substrates. This raises an important clinical question: does reducing adhesive film thickness compromise bond strength, or could thinner adhesive layers ultimately provide improved durability under aging conditions?

Given these considerations, the present study aimed to evaluate the microshear bond strength of lithium disilicate ceramics bonded with a light-cured resin cement under the following variables: 1) different adhesive application modes (manufacturer versus minimal application); 2) application of an adhesive layer; 3) silane application prior adhesives with and without silane. In addition, the adhesive layer thickness and failure modes were analyzed

under scanning electron microscopy (SEM). The null hypothesis tested was that neither the adhesive application mode nor the silane would significantly affect the bond strength between lithium disilicate ceramics and resin cement.

MATERIALS AND METHODS

Table 1 shows the materials and application modes used in the study.

Table 1. Materials, composition and manufacturers.

| Manufacturer | Material classification | * Composition | Application mode |
|--|-------------------------|---|---|
| Clearfil SE Bond (Kuraray Noritake Dental Inc., Tóquio, Japão) | Enamel bond | Etchant: 37.5% H ₃ PO ₄ Primer: HEMA, GPDM, MMEP, water, ethanol, CQ, and BHT Adhesive: Bis-GMA, HEMA, GDMA, CQ, and fillers (SiO ₂ pyrogenic, barium aluminoborosilicate, Na ₂ SiF ₆), coupling agent A174 | With a microbrush applicator, apply the bond. Gently apply an air (cold air). Light cure for 20 s. |
| Ambar Universal APS (FGM,Dentscare LTDA, Joinville, SC - Brazil) | Adhesive system | Methacrylic monomers (65–75%), phosphorylated methacrylic monomer (5–15%), water (5–15%), ethanol (2–7%), APS photoinitiator system (<5%), silicon dioxide (<5%), methacryloyl-silane (<5%), aminosilane (<3%), and stabilizers (<1%). | Using a disposable microbrush applicator, apply Ambar Universal APS Plus with friction to the pretreated internal surface of the restoration, leave it undisturbed for 15 seconds, and then apply a gentle air stream for 10 seconds. Do not light-cure. Apply the resin cement to the internal surface of the restoration. |
| Silano Prosil - (FGM,Dentscare LTDA, Joinville, SC - Brazil) | Coupling agent | methacryloxypropyltrimethoxysilane, ethanol, and water. | Apply for 15 seconds and allowed to react for a total of 1 minute. Subsequently, the |

| | | | |
|--|------------------------------|---|---|
| <p>Allcem Veneer APS - (FGM,Dentscare LTDA, Joinville, SC, Brazil)</p> | <p>Resin cement</p> | <p>Methacrylic monomers, photoinitiator system (APS), co- initiators, pigments, silanized barium aluminosilicate glass particles, and silicon dioxide.</p> | <p>surfaces will be dried with oil- and water-free air. Apply a layer of silane (10–15 s) and allow it to dry for 1 minute. Apply two thin layers of adhesive. Air-dry for 10 s. Do not light-cure. Light cure for 40 s on each margin.</p> |
| <p>Condac Porcelana (FGM,Dentscare LTDA, Joinville, SC, Brazil)</p> | <p>Hydrofluoric acid</p> | <p>Hydrofluoric acid 5% or 10%, water, thickener, surfactant, and dye. Product indications.</p> | <p>Apply for 20 seconds, rinsed for the same time with an air/water spray from, and dried with oil- and water- free air.</p> |
| <p>Emax. CAD – (Ivoclar- Vivadent Schaan, Liechtenstein)</p> | <p>Dental Ceramic</p> | <p>Lithium disilicate glass-ceramic (Li₂Si₂O₅) crystals ≈ 60–70 vol% in a glassy matrix, with minor oxides (SiO₂, Li₂O, K₂O, MgO, Al₂O₃, ZnO) acting as fluxes and stabilizers.</p> | <p>The fabrication procedure of the ceramic tablet as well as the surface treatment are described in the material method section.</p> |

*The compositions were obtained from the manufacturers' material safety data sheets

One hundred lithium disilicate blocks A2/C14 (IPS e.max CAD, Ivoclar Vivadent; 7 × 6 × 0.5 mm) were sectioned using a precision diamond blade 3.5 inches (Buehler, Lake Bluff, IL, USA) in a low speed saw machine (Isomet 1000, Buehler, Lake Bluff, IL, USA) and

crystallized according to the manufacturer's instructions. Subsequently, one surface corresponding to the external (esthetic) side of a laminate veneer received a glaze layer to simulate a clinical laminate and was fired following the manufacturer's recommendations. The opposite surface was etched with 5% hydrofluoric acid for 20 s, rinsed, and dried. Then, the blocks were assigned according to adhesive protocol:

- G1: no silane, no adhesive
- G2: silane only
- G3: conventional adhesive (manufacturer's application)
- G4: conventional adhesive (minimal application, microbrush excess removed)*
- G5: universal adhesive (manufacturer's application)
- G6: universal adhesive (minimal application)*
- G7: silane + conventional adhesive (manufacturer's application)
- G8: silane + conventional adhesive (minimal application)*
- G9: silane + universal adhesive (manufacturer's application)
- G10: silane + universal adhesive (minimal application)*

*To ensure a minimal and standardized adhesive application, the procedure was performed as follows: the adhesive was collected from a light-shielded dental composite well using a microbrush. The microbrush tip was subsequently compressed between two fingertips three times to remove excess material, after which the adhesive was applied to the substrate.

Cementation procedure

Polyvinyl siloxane molds (Virtual, Ivoclar-Vivadent, Schaan, Liechtenstein), with two shaped orifices 1.0 mm thick, (0.9 mm in diameter) were fabricated and placed on the ceramic block surface to determine the adhesion area. The molds were stabilized by a metallic device to avoid excess of cement outside the adhesion area. The resin cement (Allcem Veneer APS - (FGM, Dentscare LTDA, - Joinville, SC, Brazil)) was prepared according to the manufacturer's instructions and inserted into the orifice of the mold, with a spoon excavator (Duflex, Juiz de Fora, MG, Brazil). Excess cement was removed using a microbrush (KG Sorensen, Baurueri, Brazil). The resin cement was photo activated using a LED curing unit (Valo Grand, Ultradent, South Jordan, UT). The photo activation was carried through the ceramic block, to simulate a clinical condition using a continuous mode with an irradiance of 600 mW/cm for 40 s. Following, the silicone matrix was removed, and cement cylinders (two for each ceramic block) were carefully evaluated with an optical microscope to observe the

bonding area. The cylinders that eventually had any voids or discontinuity were discarded and replaced with new ones. Thus, each ceramic block had two resin cement cylinders. After, they were stored in distilled water at 37° C for 24 h until the micro shear bond strength.

Micro shear bonding test (μ SBS)

The ceramic block with the cylinders were bonded on a metallic device which was fixed to the base of the universal testing machine. A chisel fixed to the load cell was first moved until close to the cylinder base to allow that the load was applied as closest as possible at the interface between the resin cement and ceramic to result in a shear test. The test was applied using a load cell of 50 kgf in a universal testing machine (DL300, Emic, São José dos Pinhais, Brazil) at a cross speed of 0.5 mm/min until failure occurred. After the test, the area of failure (the bonded area) was checked in an optical microscope at 40 X magnification to verify the accuracy of the bond area. If the checked area was different from the 0.9 mm diameter, a new bond strength was calculated considering the real area (software ImageJ).

. The results were plotted in MPa.

Mode of failure

All specimens (area of failure) were evaluated in an optical microscope at 40X magnification to classify the mode of failure which was classified as: Adhesive if the ceramic surface was clean (without remaining of adhesive or cement); cohesive into resin cement (if the bonded area was covered with resin cement) ; cohesive into ceramic (if the ceramic surface had an evident shallow cavity) and mixed (the ceramic surface being part clean and part covered with resin cement).

Scanning Electron Microscope (SEM)

For the interface analysis, representative the ceramic block with the cemented resin cylinder specimens were embedded in acrylic resin inside a PVC tube. After polymerization, the specimens were carefully ground until the bonding interface was exposed and then polished progressively with silicon carbide sandpapers up to 1200-grit. After this initial polishing, we performed a final finishing step using filters with aluminum oxide particles of 0.5 and 0.3 micrometers to ensure a perfectly smooth and clean interface. Following, they were coated with gold in a sputter coater (Balzers-SCD 050; Balzers Union Aktiengesellschaft Fürstentun, Liechtentein) for 180 seconds at 40 mA. Then, examined using

electron microscopy (LEO 435 VP; Cambridge, England) operated at 20 Kv, by the same operator.

Data Analysis

The data was submitted to the statistical analysis where Shapiro–Wilk test indicated that the μ SBS data were normally distributed ($p = 0.058$). Therefore, the homogeneity of variances (Levene's test) of the μ SBS results were checked and one-way ANOVA followed by the Tukey post hoc test. The significance level was set at 0.05. Statistical analyses were performed with the Jamovi, version 2.6 (Jamovi Project, Sydney, Australia).

RESULTS

Micro shear bonding test (μ SBS)

Mean \pm standard deviation values of micro-shear bond strength (μ SBS) are presented in Figure 1 and Table 2. For Ambar (G9), specimens treated with silane and adhesive applied according to the manufacturer showed the highest μ SBS (43.7 ± 7.20 MPa), significantly higher than all other Ambar subgroups ($p < 0.05$). Minimal application with silane (G10) (27.2 ± 6.21 MPa) yielded lower values than the manufacturer-silane group (G9) but did not differ from the no-silane (G1).

For Clearfil, the manufacturer-silane condition also achieved the highest μ SBS (39.7 ± 7.72 MPa), significantly greater than the other Clearfil treatments. Minimal application without silane (G4) produced the lowest value (17.0 ± 4.22 MPa), significantly lower than all other Clearfil groups ($p < 0.05$).

HF (G1) and HF + silane (G2) groups showed intermediate μ SBS values (24.0 ± 4.58 MPa and 25.2 ± 5.63 MPa, respectively). These values did not differ significantly from the no-silane subgroups (G3, G5, G6), except for the Clearfil no-silane group (G4), which exhibited significantly lower μ SBS. Nevertheless, HF (G1) and HF + silane (G2) treatments still yielded lower μ SBS than all adhesive-with-silane groups applied according to the manufacturers' instructions (G9, G7).

Table 2. Mean and standard deviation (SD) of all groups after post hoc Tukey test ($\alpha = 0.05$).

| | HF+Ambar | HF+silane+Ambar | HF+Clearfil | HF+silane+Clearfil |
|--------------|----------------|-----------------|--------------------|--------------------|
| | Mean (SD) | Mean (SD) | Mean (SD) | Mean (SD) |
| Manufacturer | 20.9 (3.98) Cb | 43.7 (7.20) Aa | 25.1 (5.19) BCb | 39.7 (7.72) Aa |
| Minimal | 23.2 (5.42) Ab | 27.2 (6.21) Ab | 17.0 (4.22) Bc | 27.2 (5.39) Ab |
| HF | | 24.0 (4.58) b | | |
| HF+silane | | 25.2 (5.63) b | | |

Note: Different uppercase letters indicate statistically significant differences among columns, and different lowercase letters indicate statistically significant differences among rows.

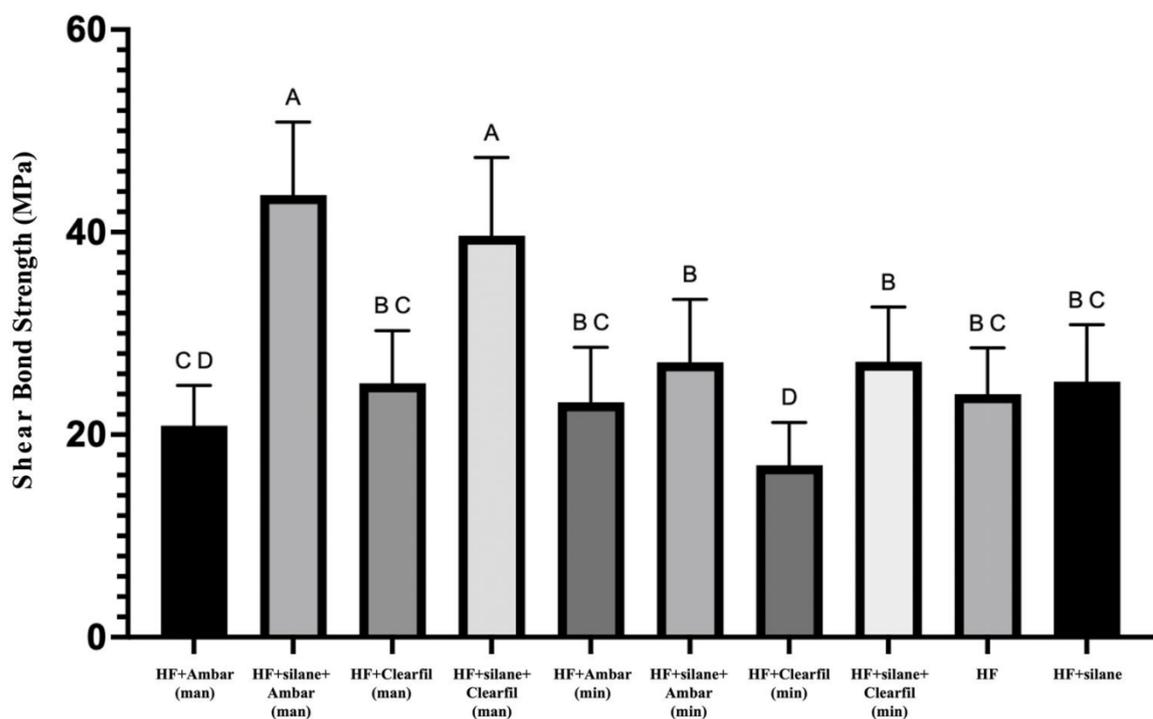


Figure 1. Bond strength data with letters identifying statistically significant difference (different letters demonstrate statistically significant difference). Man = manufacturer application. Min = minimal application.

Failure mode

The figure 2 shows that adhesive failures predominated in all experimental groups, regardless of the surface treatment or storage condition. A smaller proportion of mixed failures was observed in the groups Acid + Ambar – fab (G5), Acid + Silane + Ambar – fab (G9), Acid + Ambar – min (G6), and Acid – Cohesive failures occurred only within the resin cement, while no cohesive failure was observed in the ceramic substrate. These findings indicate that the adhesive interface represented the most critical and fragile region of the bonded complex, independent of the surface treatment protocol or the aging condition applied.

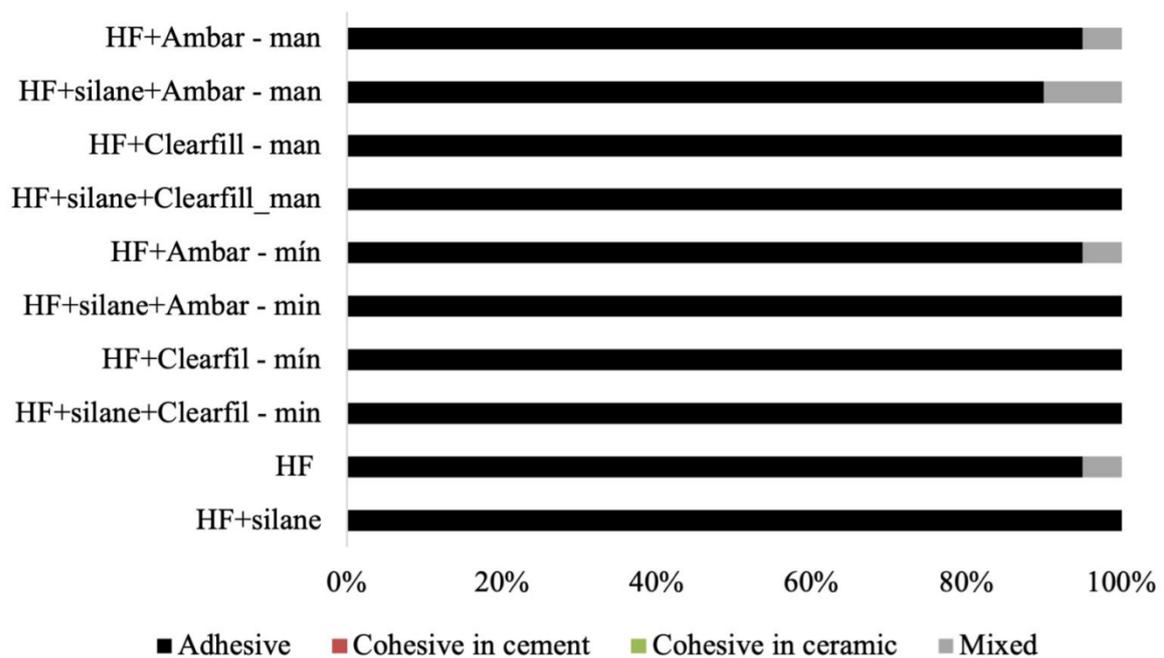


Figure 2. Mode of failure of the specimens, where 1 is adhesive failure, 2 cohesive in the resin cement, 3 cohesive in ceramic and 4 mixed. Man = manufacturer application. Min = minimal application.

SEM Images of the Interface

Figure 3 shows representative SEM micrographs of the ceramic–resin interface. In the (A), a uniform adhesive layer of approximately 6.3 μm was observed between the dissilicate ceramic and the resin cement. In contrast, the (B) displays a thinner adhesive layer of about 1.8 μm along the interface. These SEM images illustrate the effect of the adhesive application method: the (A) represents the manufacturer-recommended application, whereas the (B)

represents the minimal application, highlighting how the application technique influences the thickness and morphology of the adhesive layer.

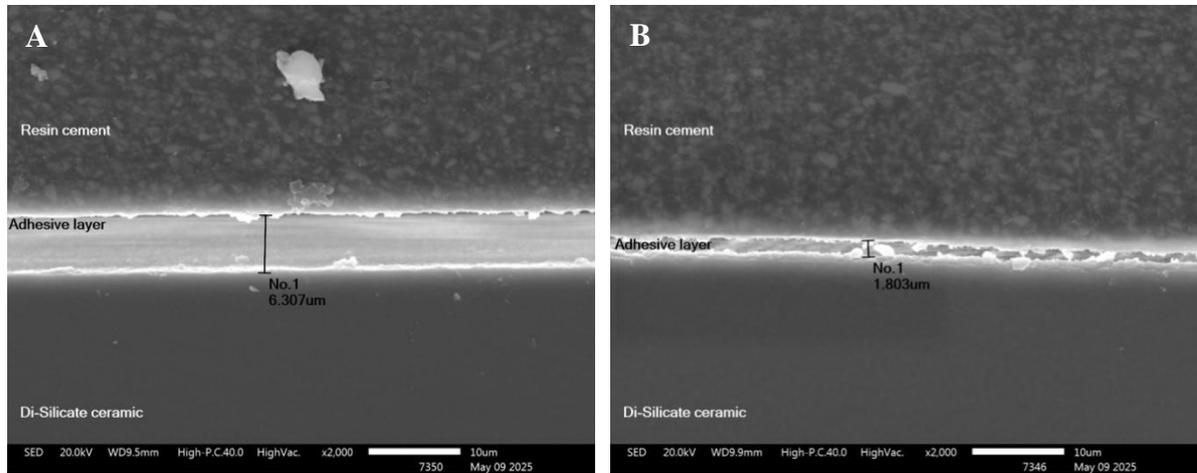


Figure 3. (A) Adhesive layer as applied following the manufacturer recommendations and (B) Adhesive layer as minimal application mode.

Discussion

The null hypothesis stating that neither the adhesive application mode nor the silane would significantly affect the bond strength between lithium disilicate ceramics and resin cement was rejected. Both factors showed a significant influence on the bonding performance. While the presence of silane consistently enhanced bond strength, only the adhesive application performed according to the manufacturer's recommendations produced a marked improvement compared with the no-adhesive groups.

Our results clearly demonstrated that after acid and silane treatment, adhesive application according to the manufacturer's recommendations consistently improved bond strength compared with groups without adhesive. This confirms that adhesives are not optional but rather a critical step in cementation protocols. Their dual role, enhancing resin infiltration and promoting more homogeneous stress distribution, explains their effectiveness in strengthening the interface^{17,18}. Clinically, practitioners are advised to always apply the adhesive layer after silanization, as recommended by the manufacturer, to ensure reliable and durable bonding.

A significant outcome of this study was the superiority of the manufacturer's application protocol compared with minimal adhesive application. Scanning electron microscopy (SEM) confirmed this difference: specimens subjected to manufacturer

application displayed a uniform and continuous adhesive film with a thickness averaging 6.3 μm , while minimal application produced a markedly thinner layer of about 1.8 μm . Although thinner layers could theoretically be advantageous in resisting hydrolytic degradation due to lower void presence, in the short term they compromise stress distribution, explaining the reduced immediate bond strength observed in minimally applied groups (e.g., 17.0 ± 4.22 MPa for Clearfil minimal without silane) (G4). However, it can be inferred that, over long-term use, mechanical and thermal loading could lead to a better performance of the thinner adhesive layer compared to the thicker one recommended by the manufacturer¹⁹, an aspect that can only be confirmed through future studies involving thermal or even mechanical cycling.

Silane application emerged as a preponderant factor across all groups. For Ambar Universal, which contains silane in its composition, the additional application of a separate silane primer significantly improved bond strength (43.7 ± 7.20 MPa (G9) vs. 20.9 ± 3.98 MPa without silane (G5)). This finding aligns with Cardenas et al. (2019), who reported that relying solely on self-etching ceramic primers or silane within universal adhesives does not guarantee optimal bonding performance. The acidic environment and hydrophilic monomers present in universal systems destabilize silane molecules, reducing their ability to form durable siloxane bonds with the ceramic surface. These results reinforce that, in clinical practice, the separate application of silane is essential when using universal adhesives on glass ceramics. This observation is consistent with findings from other studies^{20,21} which demonstrated that the silane contained within universal formulations is chemically unstable under acidic and aqueous conditions, compromising its coupling potential. Consequently, clinicians are strongly advised to perform an independent silanization step before applying the universal adhesive. This simple additional procedure provides a more reliable and durable bond, minimizing the risk of interfacial degradation over time and enhancing the long-term success of indirect restorations.

As previously mentioned regarding the behavior of thinner adhesive layers, a similar trend was observed for Clearfil SE Bond, a two-step self-etch system without silane. When silanization was performed, bond strength increased significantly (39.7 ± 7.72 MPa (G7)) compared to the group without silane (25.1 ± 5.19 MPa (G3)). However, when the adhesive was applied in a minimal thickness, even after silane treatment, the bond strength decreased (27.2 ± 5.39 MPa (G8)). Although this thinner layer performed poorly in the immediate evaluation, its long-term behavior under thermal and mechanical stresses remains uncertain

and deserves further investigation like said upward before. Future studies are needed to determine whether thinner adhesive layers could exhibit different or even improved performance after aging.

Regarding to failure mode, analysis corroborated the mechanical findings. Adhesive failures predominated in groups with lower bond strength, while mixed failures were more common in higher-performing groups, reflecting more integrated interfaces. The absence of cohesive failures in either the ceramic or cement confirmed that the interface remains the weakest link of the system²².

Collectively, these findings yield clinically relevant implications. First, adhesive application should not be minimized, as reducing the volume compromises both immediate performance and interfacial adaptation, as clearly demonstrated by SEM. Second, silane application remains indispensable and cannot be replaced by the silane incorporated into universal adhesives. Finally, applying adhesives according to manufacturer instructions ensures thicker, more uniform layers, leading to higher immediate bond strength and more stable interfaces.

Future investigations should include thermomechanical and hydrolytic aging to determine whether thinner adhesive layers, despite their lower immediate strength, could provide improved long-term resistance to degradation. Until such evidence emerges, the most reliable clinical approach remains a combination of hydrofluoric acid etching, dedicated silane application, and adhesive applied according to manufacturer recommendations, which together maximize bond strength, stabilize the interface, and ensure the longevity of lithium disilicate restorations.

Conclusions

Within the limitations of this in vitro study, it was possible to conclude that:

- The adhesive application protocol critically determines the quality of the ceramic–resin interface in lithium disilicate bonding. Adhesives must not be applied in minimal amounts, since reduced film thickness compromises interfacial adaptation and immediate bond strength, as confirmed by SEM observations of thinner and irregular layers.
- The separate application of a dedicated silane primer proved indispensable for achieving reliable bonding, regardless of whether the adhesive system already contained silane. Universal adhesive used in this study, shows that with incorporated

silane cannot substitute for this step, as they consistently delivered inferior results when silane was omitted.

References

1. Hjerpe J, Mühlemann S, Ioannidis A, Naenni N, Jung RE, & Thoma DS (2025) Minimally invasive glass-ceramic restorations: Clinical and patient-reported outcomes in full-mouth rehabilitations *Journal of Dentistry* 154 105571, <https://doi.org/10.1016/j.jdent.2025.105571>
2. Araujo E, & Perdigão J (2021) Anterior veneer restorations - An evidence-based minimal-intervention perspective *Journal of Adhesive Dentistry* 23(2) 91-110, <https://doi.org/10.3290/j.jad.b1079529>
3. Liu X, Yao X, Zhang R, Sun L, Zhang Z, Zhao Y, Zhang T, Yan J, Zhang Y, Wu X, & Li B (2024) Recent advances in glass-ceramics: Performance and toughening mechanisms in restorative dentistry *Journal of Biomedical Materials Research Part B: Applied Biomaterials* 112(1) e35334, <https://doi.org/10.1002/jbm.b.35334>
4. Villalobos-Tinoco J, Floriani F, Rojas-Rueda S, Mekled S, Conner C, Colvert S, & Jurado CA (2025) Enhancing smile aesthetics and function with lithium disilicate veneers: A brief review and case study *Clinical Practice* 15(3) 66, <https://doi.org/10.3390/clinpract15030066>
5. Lee HY, Han GJ, Chang J, & Son HH (2017) Bonding of the silane containing multi-mode universal adhesive for lithium disilicate ceramics *Restorative Dentistry & Endodontics* 42(2) 95-104, <https://doi.org/10.5395/rde.2017.42.2.95>
6. Porto TS, Faddoul AJ, Park SJ, Feitosa VP, Eyüboğlu TF, & Ozcan M (2024) Optimal hydrofluoric acid etching duration and impact of silane/adhesive on profilometric properties and bonding to lithium disilicate glass ceramics *Operative Dentistry* 49(5) 617-626, <https://doi.org/10.2341/24-015-L>
7. Silva NRD, Duarte ECM, Moura DMD, Ramos NC, Souza KB, Dametto FR, Özcan M, Bottino MA, & Souza ROAE (2024) Adhesive cementation of CAD/CAM silica-based ceramics: Effect of adhesive type and long-term aging on the bond strength to composite cement *Journal of Adhesive Dentistry* 26 125-134, <https://doi.org/10.3290/j.jad.b5341383>
8. Calixto ET, Kelmer VF, Komegae GH, Pacheco RR, Pini N, & Sundfeld D (2024) Influence of varied silane commercial brands and adhesive application on bond strength

- and stability to lithium disilicate glass ceramic *Operative Dentistry* 49(3) 325-335, <https://doi.org/10.2341/23-124-L>
9. Tannen DL, Wallum AJ, Mitchell TM, Renda JJ, & Vandewalle KS (2025) Bond strength of silane-containing universal bonding agents to lithium disilicate *Journal of Clinical and Experimental Dentistry* 17(4) e358-e365, <https://doi.org/10.4317/jced.62011>
 10. Ömeroğlu MK, Çam M, Doğruer I, & Kaynar ZB (2025) The effect of different surface treatments and adhesive systems on shear bond strength in universal nanohybrid composite resin repair *BMC Oral Health* 25(1) 459, <https://doi.org/10.1186/s12903-025-05807-8>
 11. Alhomuod M, Phark JH, & Duarte S Jr (2023) Bond strength to different CAD/CAM lithium disilicate reinforced ceramics *Journal of Esthetic and Restorative Dentistry* 35(1) 129-137, <https://doi.org/10.1111/jerd.12984>
 12. Prado M, Prochnow C, Marchionatti AME, Baldissara P, Valandro LF, & Wandscher VF (2018) Ceramic surface treatment with a single-component primer: Resin adhesion to glass ceramics *Journal of Adhesive Dentistry* 20(2) 99-105, <https://doi.org/10.3290/j.jad.a40303>
 13. Temp RW, Packaeser MG, Machry RV, Dapieve KS, Rippe MP, Pereira GKR, & Valandro LF (2024) Characteristic fatigue strength and reliability of dental glass-ceramics: Effect of distinct surface treatments - Hydrofluoric acid etching and silane treatment vs one-step self-etching ceramic primer *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials* 150 106338, <https://doi.org/10.1016/j.jmbbm.2023.106338>
 14. Cardenas AFM, et al. (2019) Do different application modes improve the bonding performance of self-etching ceramic primer to lithium disilicate and feldspathic ceramics? *Journal of Adhesive Dentistry* 21(4) 319-327, <https://doi.org/10.3290/j.jad.a42929>
 15. Alghazzawi TF (2024) Clinical survival rate and laboratory failure of dental veneers: A narrative literature review *Journal of Functional Biomaterials* 15(5) 131, <https://doi.org/10.3390/jfb15050131>
 16. Villalobos-Tinoco J, Floriani F, Rojas-Rueda S, Mekled S, Conner C, Colvert S, & Jurado CA (2025) Enhancing smile aesthetics and function with lithium disilicate veneers: A brief review and case study *Clinical Practice* 15(3) 66, <https://doi.org/10.3390/clinpract15030066>

17. Porto TS, Faddoul AJ, Park SJ, Feitosa VP, Eyüboğlu TF, & Ozcan M (2024) Optimal hydrofluoric acid etching duration and impact of silane/adhesive on profilometric properties and bonding to lithium disilicate glass ceramics *Operative Dentistry* 49(5) 617-626, <https://doi.org/10.2341/24-015-L>
18. Tannen DL, Wallum AJ, Mitchell TM, Renda JJ, & Vandewalle KS (2025) Bond strength of silane-containing universal bonding agents to lithium disilicate *Journal of Clinical and Experimental Dentistry* 17(4) e358-e365, <https://doi.org/10.4317/jced.62011>
19. Clerot BD, Correr-Sobrinho L, Bandini M, Pinheiro Beserra-Neto E, Tsuzuki FM, Pacheco RR, & Costa AR (2024) Effect of hydrofluoric acid concentration and aging on the bond strength ceramics to a resin cement *Brazilian Dental Journal* 35 5669, <https://doi.org/10.1590/0103-6440202405669>
20. Yoshihara K, Nagaoka N, Sonoda A, Maruo Y, Makita Y, Okihara T, Irie M, Yoshida Y, & Van Meerbeek B (2016) Effectiveness and stability of silane coupling agent incorporated in “universal” adhesives *Dental Materials* 32(10) 1218-1225, <https://doi.org/10.1016/j.dental.2016.07.002>
21. Thiranukoon P, Klaisiri A, Sriamporn T, Swasdison S, & Thamrongananskul N (2025) Does silane application affect bond strength between self-adhesive resin cements and feldspathic porcelain? *Journal of Composites Science* 9(2) 52, <https://doi.org/10.3390/jcs9020052>
22. Lanza MDS, Vasconcellos WA, Miranda GLP, Peixoto RTRC, & Lanza LD (2020) Different bonding agents effect on adhesive bond strength: Lithium disilicate glass ceramic *Revista de Odontologia da UNESP* 49, <https://doi.org/10.1590/1807-2577.02020>

4 CONCLUSÃO

Os resultados deste estudo demonstram que o modo de aplicação do adesivo exerce influência significativa na resistência de união entre cerâmicas de dissilicato de lítio e cimentos resinosos. A aplicação realizada conforme as instruções dos fabricantes proporcionou valores superiores de resistência de união em comparação com a aplicação mínima. Além disso, o uso do silano mostrou-se consistentemente eficaz na melhora do desempenho da adesão, independentemente do tipo de adesivo utilizado. Esses achados reforçam a importância de seguir protocolos clínicos adequados para garantir a longevidade e o sucesso das restaurações cerâmicas adesivas.

REFERÊNCIAS

- ALGHIZZAWI, T. F. Clinical survival rate and laboratory failure of dental veneers: a narrative literature review. **Journal of Functional Biomaterials**, v. 15, n. 5, p. 131, 2024. DOI: 10.3390/jfb15050131.
- ARAÚJO, E.; PERDIGÃO, J. Anterior veneer restorations: an evidence-based minimal-intervention perspective. **Journal of Adhesive Dentistry**, v. 23, n. 2, p. 91-110, 2021. DOI: 10.3290/j.jad.b1079529.
- CALIXTO, E. T. et al. Influence of varied silane commercial brands and adhesive application on bond strength and stability to lithium disilicate glass ceramic. **Operative Dentistry**, v. 49, n. 3, p. 325-335, 2024. DOI: 10.2341/23-124-L.
- 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, n. 4, p. 319-327, 2019. DOI: 10.3290/j.jad.a42929.
- DIMITRIADI, M. et al. Silane reactivity and resin bond strength to lithium disilicate ceramic surfaces. **Dental Materials**, v. 35, n. 8, p. 1082-1094, 2019. DOI: 10.1016/j.dental.2019.05.002.
- HJERPPE, J. et al. Minimally invasive glass-ceramic restorations: clinical and patient-reported outcomes in full-mouth rehabilitations. **Journal of Dentistry**, v. 154, p. 105571, 2025. DOI: 10.1016/j.jdent.2025.105571.
- LIU, X. et al. Recent advances in glass-ceramics: performance and toughening mechanisms in restorative dentistry. **Journal of Biomedical Materials Research B: Applied Biomaterials**, v. 112, n. 1, 2024.
- MAQBOOL, B. et al. Effect of different surface treatment protocols on the bond strength between lithium disilicate and resin cements. **Odontology**, v. 112, n. 1, p. 74-82, 2024. DOI: 10.1007/s10266-023-00809-.
- MAZIOLI, C. G. et al. Resistência de união de diferentes cimentos resinosos à cerâmica à base de dissilicato de lítio. **Revista de Odontologia da UNESP**, v. 46, n. 3, p. 174-178, 2017.
- NOGUEIRA, I. O. et al. Does the application of an adhesive layer improve the bond strength of etched and silanized glass-ceramics to resin-based materials? a systematic review and meta-analysis. **Journal of Prosthetic Dentistry**, v. 125, n. 1, p. 56-64, 2021. DOI: 10.1016/j.prosdent.2019.12.005.

PORTO, T. S. et al. Optimal hydrofluoric acid etching duration and impact of silane/adhesive on profilometric properties and bonding to lithium disilicate glass ceramics. **Operative Dentistry**, v. 49, n. 5, p. 617-626, 2024. DOI: 10.2341/24-015-L.

ROJAS-RUEDA, S. et al. Bonding protocols for lithium disilicate veneers: a narrative review and case study. **Biomimetics**, v. 10, n. 3, p. 188, 2025. DOI: 10.3390/biomimetics10030188.

SHI, H. Y. et al. Overview of several typical ceramic materials for restorative dentistry. **Biomedical Research International**, v. 2022, p. 8451445, 2022. DOI: 10.1155/2022/8451445.

SOUZA, K. B. et al. Effect of different surface treatments and multimode adhesive application on the Weibull characteristics, wettability, surface topography and adhesion to CAD/CAM lithium disilicate ceramic. **Journal of Applied Oral Science**, v. 28, p. e20200122, 2020. DOI: 10.1590/1678-7757-2020-0122.

TANNEN, D. L. et al. Bond strength of silane-containing universal bonding agents to lithium disilicate. **Journal of Clinical and Experimental Dentistry**, v. 17, n. 4, p. e358-e365, 2025. DOI: 10.4317/jced.62011.

VILLALOBOS-TINOCO, J. et al. Enhancing smile aesthetics and function with lithium disilicate veneers: a brief review and case study. **Clinical Practice**, v. 15, n. 3, p. 66, 2025. DOI: 10.3390/clinpract15030066.

APÊNDICE A - Metodologia

A Tabela 1 apresenta os materiais e os modos de aplicação utilizados no estudo.

Tabela 1. Materiais, composição e informações dos fabricantes.

| Adesivo e Fabricante | Classificação do Material | Composição principal * | Protocolo de aplicação de adesivo |
|---|--|---|---|
| CSE (Kuraray Noritake Dental Inc., Tóquio, Japão) | Primer de pH autocondicionante de duas etapas = 1,76 pH de ligação = 2 | Agente de ataque: 37,5% H ₃ PO ₄ Primer: HEMA, GPDM, MMEP, água, etanol, CQ e BHT Adesivo: Bis-GMA, HEMA, GDMA, CQ e carga (SiO ₂ , pirogênico, aluminoborosilicato de bário, Na ₂ SiF ₆), fator de acoplamento A174 | Usando um microaplicador descartável, aplique o bond. Aplique o fluxo de ar suavemente do dispositivo (ar frio). Irradie com luz por 20 s. |
| Ambar Universal APS (FGM,Dentscare LTDA, Joinville, SC - Brazil) | Sistema adesivo autocondicionante fotopolimerizável para esmalte e dentina, indicado para restaurações, adesivos de cimentação e substratos indiretos. | Monômeros metacrílicos (65-75%), monômero metacrílico fosfatado (5- 15%), água (5-15%), etanol (2- 7%), composição fotoiniciadora APS (<5%), dióxido de silício (<5%), metacrilóil-silano (<5%), aminossilano (<3%) e estabilizantes (<1%) | Com o auxílio de um microaplicador descartável, aplique Ambar Universal APS Plus sob fricção na parte interna da peça previamente tratada, deixando-o intacto por 15 segundos e então aplicando leve jato de ar por 10 segundos. Não fotopolimerize. Aplique o cimento resinoso na parte interna da peça. |

| | | | |
|--|---|--|---|
| <p>Silano Prosil - (FGM,Dentscare LTDA, Joinville, SC - Brazil)</p> | <p>Solução etanólica de 3- metacriloxipropiltrimetoxissilano hidrolisado para uso como agente de união química em processos de adesão e cimentação de peças em cerâmica, cerômero, resina composta e pinos de fibra de vidro.</p> | <p>3-metacriloxipropiltrimetoxissilano, etanol e água</p> | <p>Após realizar o condicionamento prévio com ácido fluorídrico de acordo com o tempo recomendado pelo fabricante do material restaurador. Enxágue a peça com jato de água e seque cuidadosamente com jato de ar livre de óleo e água. Aplique uma fina camada de Prosil com o auxílio de um pincel ou aplicador descartável sobre a superfície preparada e deixe agir durante 60 segundos. Seque a superfície com jato de ar livre de óleo e água.</p> |
| <p>Cimento Resinoso Allcem Veneer APS - (FGM,Dentscare LTDA, Joinville, SC - Brazil)</p> | <p>Cimento adesivo de facetas indiretas em cerâmica e resinas compostas (fabricadas em consultório ou laboratório) com espessura até 1,5mm que permitam uso de cimento</p> | <p>Monômeros metacrílicos, composição fotoiniciadora (APS), co iniciadores, pigmentos, partículas de vidro de bario- alumino-silicato silanizado e óxido de silício.</p> | <p>di. Aplique duas finas camadas de adesivo. Após a aplicação, aplique leve jato de ar (durante 10s) para evaporar o solvente. Não fotopolimerize. Após o devido preparo do dente e da peça, proceda a cimentação. A fotopolimerização deve ocorrer por 40s em cada margem.</p> |

O condicionamento ácido da cerâmica será realizado com ácido fluorídrico, conforme recomendado pela literatura atual, (HF) a 5% (Condicionador de porcelana 5%, Dentsply Sirona) por 20 segundos, enxaguada pelo mesmo tempo com um spray de ar/água de uma seringa tripla e seca com ar isento de óleo e água. A cerâmica de dissilicato de lítio receberá um agente silano (Prosil, FGM, Joinville, SC, Brasil), aplicado por 15 segundos e deixado reagir por um total de 1 minuto. Em seguida, as superfícies serão secas com ar isento de óleo e

Ácido fluorídrico a 5% %, água, espessante, tensoativo e corante. Indicações do produto.

Ácido fluorídrico a 5%, água, espessante, tensoativo e corante. Indicações do produto.

O condicionamento ácido da cerâmica será realizado com ácido fluorídrico, conforme recomendado pela literatura atual, (HF) a 5% (Condicionador de porcelana 5%, Dentsply Sirona) por 20 segundos, enxaguada pelo mesmo tempo com um spray de ar/água de uma seringa tripla e seca com ar isento de óleo e água. A cerâmica de dissilicato de lítio receberá um agente silano (Prosil, FGM, Joinville, SC, Brasil), aplicado por 15 segundos e deixado reagir por um total de 1 minuto. Em seguida, as superfícies serão secas com ar isento de óleo e água.

água.

Emax. CAD –
(Ivoclar-Vivadent
Schaan,
Liechtenstein)

Cerâmica Odontológica

Cristais de dissilicato de lítio
($\text{Li}_2\text{Si}_2\text{O}_5$) \approx 60–70% em volume
em uma matriz vítrea, com óxidos
menores (SiO_2 , Li_2O , K_2O , MgO ,
 Al_2O_3 , ZnO) atuando como
fundentes e estabilizantes.

O procedimento de fabricação do bloco
cerâmico, assim como o tratamento de
superfície, está descrito na seção de materiais
e métodos.

* Com base nas MSDS e bulas das empresas.

Delineamento do Estudo

Blocos cerâmicos de dissilicato de lítio CAD foram preparados com espessura de 0,5 mm. Os grupos de estudos foram divididos conforme tipo de material de cimentação e subdivididos de acordo com o tipo de tratamento de superfície da cerâmica e tempo de avaliação da resistência de união, antes e após envelhecimento térmico. Assim, os grupos de estudos foram:

- G1: sem silano, sem adesivo
- G2: apenas silano
- G3: adesivo convencional (aplicação conforme o fabricante)
- G4: adesivo convencional (aplicação mínima, excesso removido com microaplicador descartável)
- G5: adesivo universal (aplicação conforme o fabricante)
- G6: adesivo universal (aplicação mínima)
- G7: silano + adesivo convencional (aplicação conforme o fabricante)
- G8: silano + adesivo convencional (aplicação mínima)
- G9: silano + adesivo universal (aplicação conforme o fabricante)
- G10: silano + adesivo universal (aplicação mínima)

Preparo das amostras cerâmicas

Blocos cerâmicos de di silicato de lítio (IPS e.max CAD, Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein) foram seccionados em máquina de corte de precisão (Isomet 1000, Buehler, Lake Bluff, IL, EUA) com refrigeração abundante na espessura de 0,5 mm e em quatro partes, resultando em quatro espécimes similares (Figura 1). No total, 100 amostras foram obtidas (7 x 7 x 0,5 mm). Em seguida, as cerâmicas foram cristalizadas de acordo com as instruções do fabricante em forno cerâmico (Programat EP5010, Ivoclar Vivadent, Schann, Liechtenstein). Após a cristalização, foram acabadas e polidas com borrachas abrasivas para cerâmica (polidor cerâmica Exa-Cerapol 0310UM e 0316UM), lavadas em ultrassom durante 3 min. Uma fina camada de glaze pasta (IPS Ivocolor Glaze Paste, Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein) foi aplicada sobre um dos lados da cerâmica e em seguida foi realizado o procedimento de queima do glaze (Figura 2). As dimensões finais foram confirmadas utilizando um paquímetro digital (Mitutoyo Corp, Kawasaki, Japão).

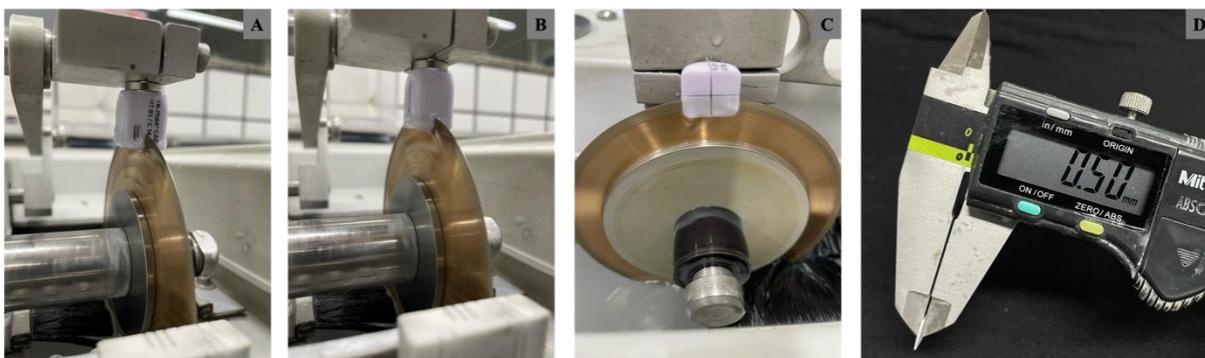


Figura 1. Corte do bloco cerâmico. (A) Primeiro corte longitudinal, (B) segundo corte longitudinal, (C) corte de fatias e (D) mensuração da espessura das fatias. Fonte: arquivo pessoal.

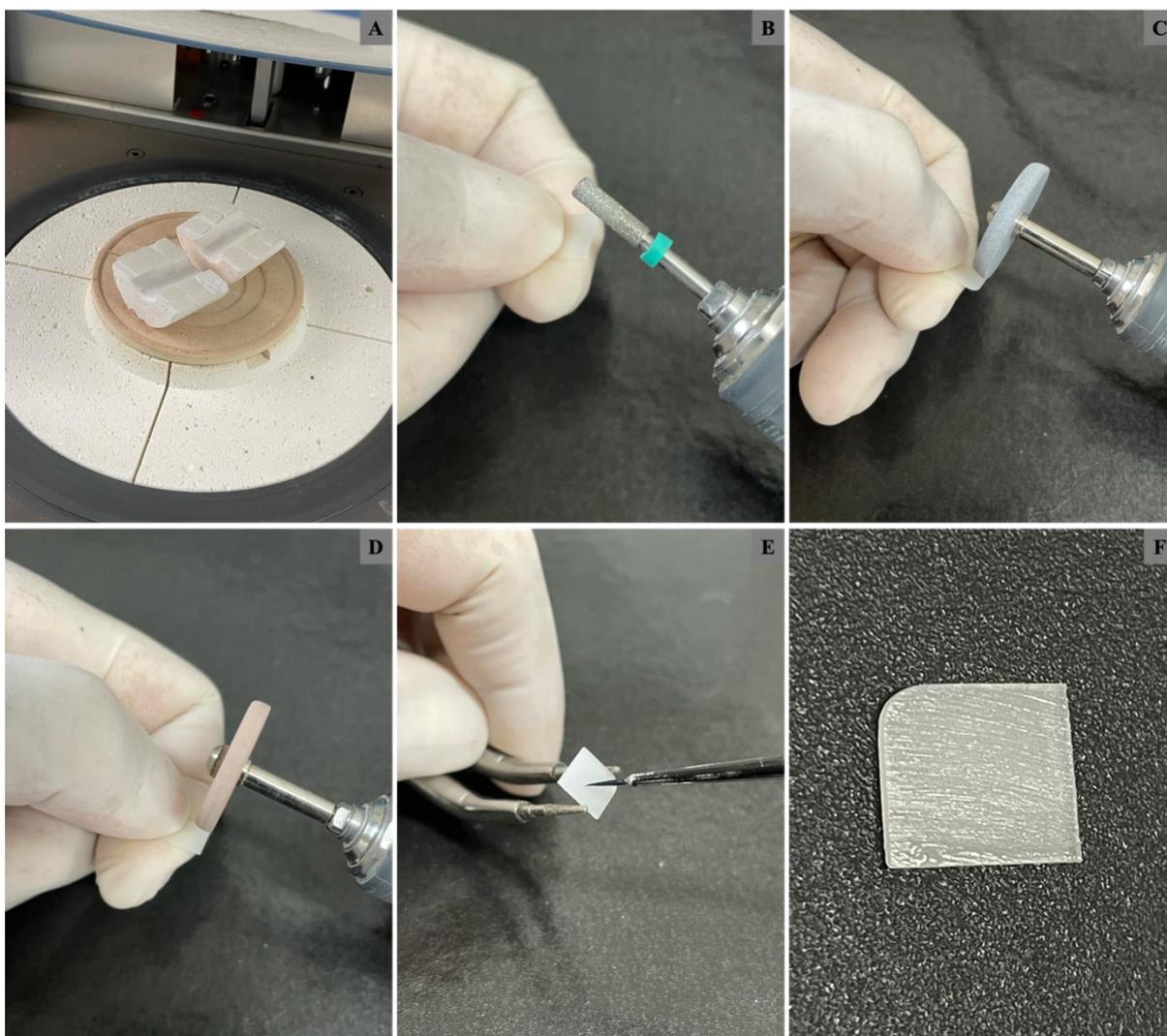


Figura 2. Finalização do preparo das amostras cerâmicas. (A) Cristalização da cerâmica, (B) acabamento com ponto diamantada (quando necessário), (C) polimento com borracha

abrasiva mais grosseira, (D) polimento com borracha abrasiva de refinamento, (E) aplicação de glaze e (F) aspecto da superfície glazeada após queima do glaze. Fonte: arquivo pessoal.

Tratamento de Superfície Cerâmica

O condicionamento ácido da cerâmica foi realizado com ácido fluorídrico, conforme recomendado pela literatura atual, (HF) a 5% (Condicionador de porcelana 5%), Condac Porcelana (FGM,Dentscare LTDA). Em seguida, os sistemas adesivos aplicados conforme os grupos (Figura 3).

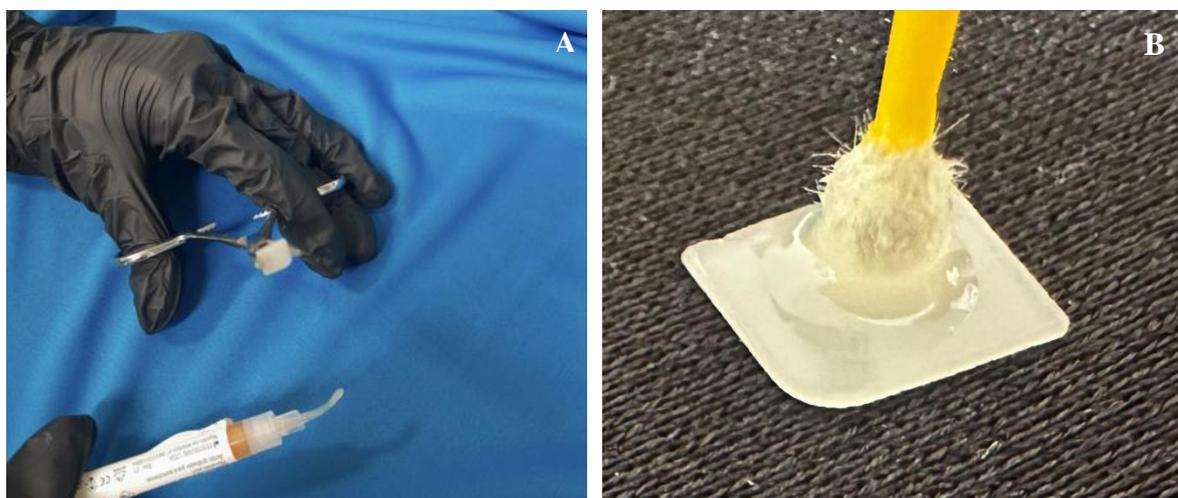


Figura 3. (A) Aplicação do ácido hidro fluorídrico e (B) aplicação do sistema adesivo.

Procedimentos de Cimentação

Para realização dos corpos de prova para ensaio de microcisalhamento foi confeccionada matriz de silicone com dois orifícios cilindros de 0,9mm de diâmetro e 1mm de altura. Um dispositivo próprio foi moldado com silicone por adição (Panasil Initial Contact Fluido Light – Ultradent). A matriz obtida foi seccionada de modo que dois orifícios foram individualizados (Figura 4).

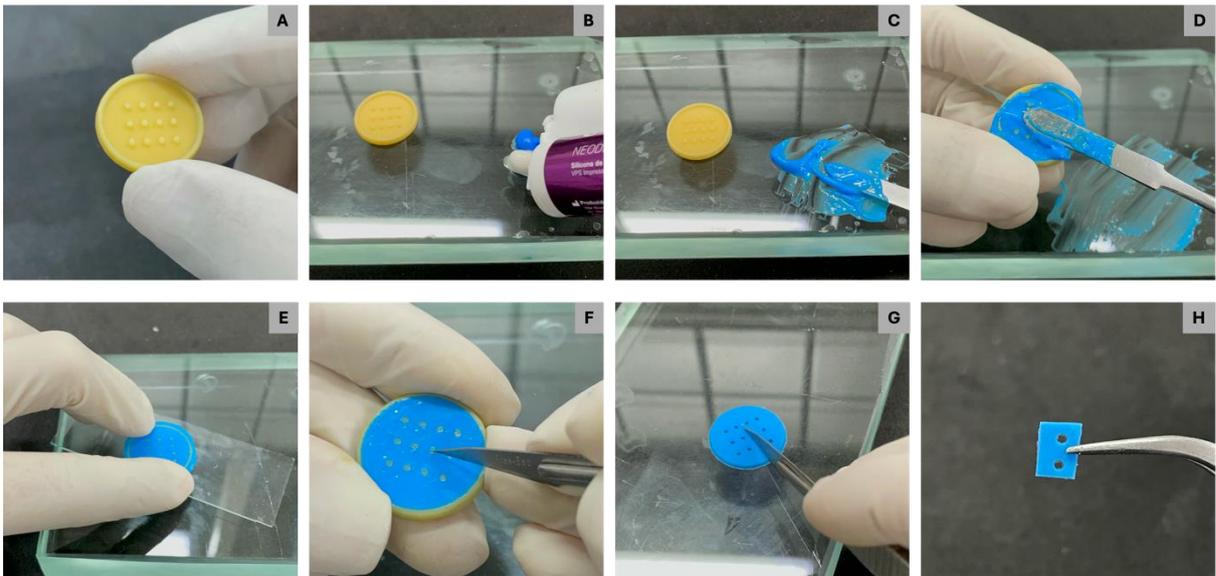


Figura 4. Confecção da matriz de silicone. (A) Dispositivo utilizado, (B) dispensa do material de impressão sobre placa de vidro, (C) manipulação do material, (D) inserção do material no dispositivo, (E) pressionamento do material com lâmina de vidro para remoção dos excessos, (F) remoção de excessos da impressão, (G) recorte da moldagem para individualização dos orifícios e (H) matriz de silicone finalizada para uso. Fonte: arquivo pessoal.

Em seguida a matriz (com dois orifícios de 0,9 mm de diâmetro por 1 mm de altura) foi posicionada sobre a superfície cerâmica, previamente tratada, e o material de cimentação inserido (Figura 5).

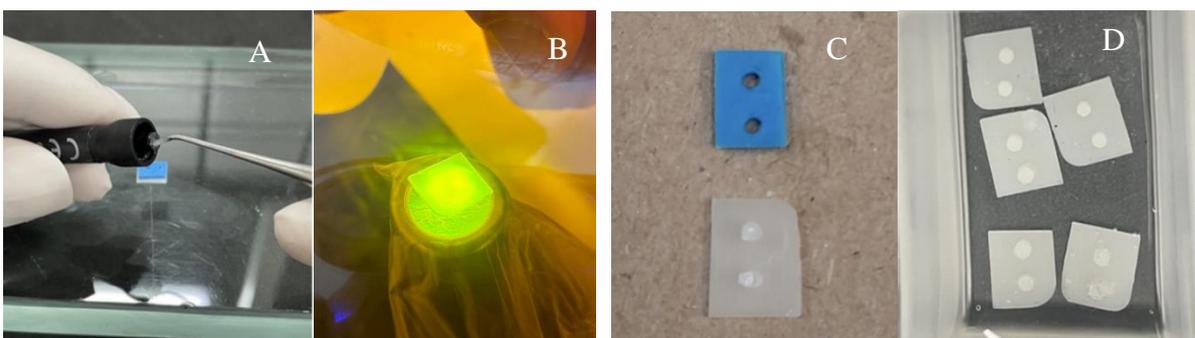


Figura 5. Procedimento de cimentação. (A) Coleta do material resinoso de cimentação (B) ativação da polimerização do material de cimentação resinoso através da, (C) cerâmica com os cilindros e matriz utilizada e (D) armazenamento em imersão em água destilada, em estufa à 37° C, por 24 horas. Fonte: arquivo pessoal.

Teste de Resistência de União ao Microcisalhamento

Após 24h em água destilada à 37° C, cada espécime foi fixado na base de uma máquina de ensaio universal (EMIC 3000) e o teste de resistência de união ao microcisalhamento (RU μ C) foi realizado com auxílio de uma lâmina, do tipo cinzel, posicionada na interface de união entre cerâmica e cilindro de material de cimentação. O ensaio foi realizado à 1mm/min com uma célula de carga de 50 kgf até a fratura do espécime (Figura 6).

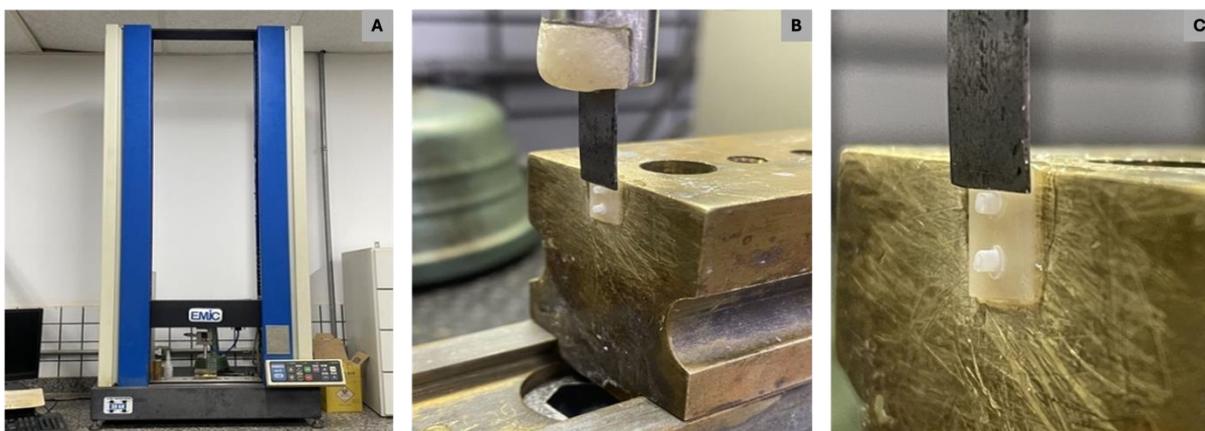


Figura 6. Teste de resistência de união ao microcisalhamento. (A) Máquina de ensaio universal (EMIC), (B) posicionamento do espécime para ensaio e (C) posicionamento da lâmina na área de união. Fonte: arquivo pessoal.

Modo de Falha

As amostras foram analisadas em microscópio óptico de 40x (Figura 7) para examinar o modo de falha, e classificado em:

- Adesivo (superfície da cerâmica limpa)
- Misto (superfície da cerâmica com áreas limpas e áreas com remanescente de adesivo e ou cimento resinoso)
- Coesiva em resina
- Coesiva em cerâmica.

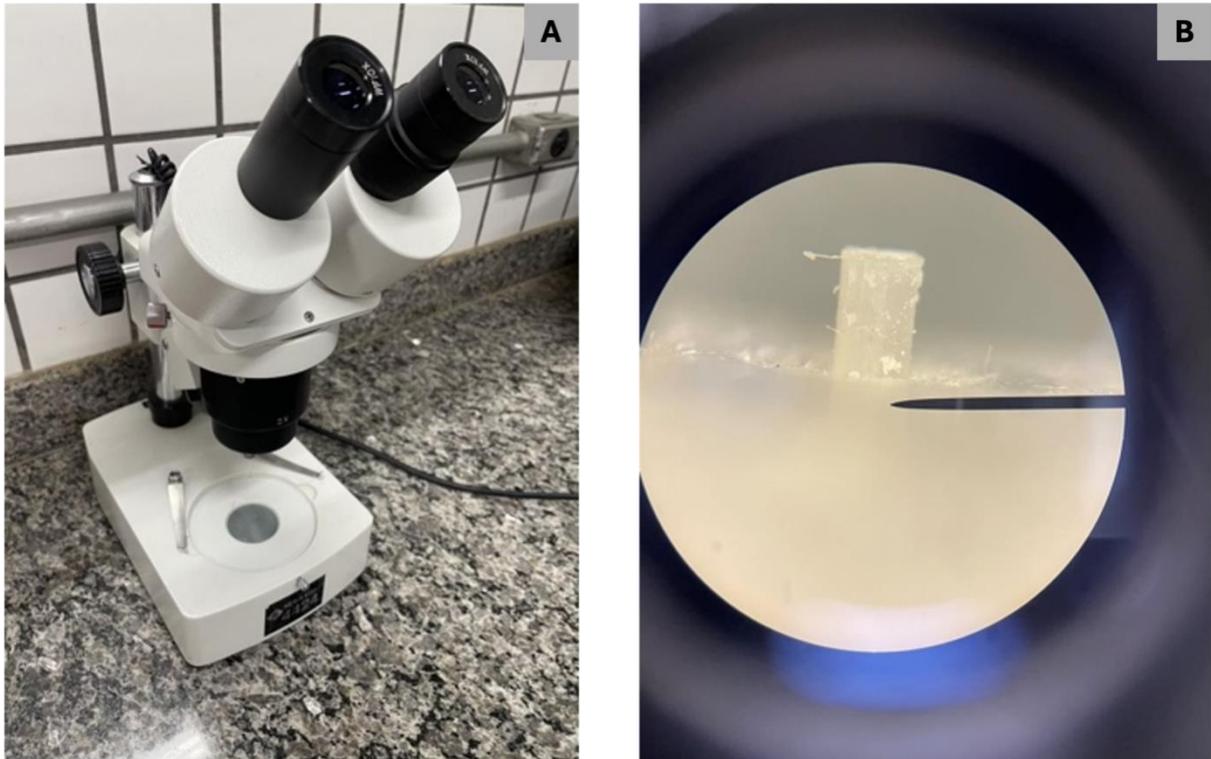


Figura 7. Análise do modo de falha. (A) Microscópio óptico utilizado para a análise e (B) imagem fornecida para a análise. Fonte: arquivo pessoal.

Mensuração da Área de União

Após o ensaio de microcisalhamento, os espécimes cerâmicos foram levados a um microscópio óptico de captura de imagem (Microscópio Axiostar Plus, Carl Zeiss MicroImaging GmbH). As cerâmicas foram posicionadas na base e a imagem da área de união foi obtida em 5x. Em seguida, as imagens obtidas foram analisadas pelo software ImageJ (Schneider, C. A., Rasband, W. S., & Eliceiri, K. W. (2012). NIH Image to ImageJ: 25 years of image analysis. *Nature Methods*, 9(7), 671–675. doi:10.1038/nmeth.2089), realizando a mensuração real da área de união de cada corpo de prova testado (Figura 8).

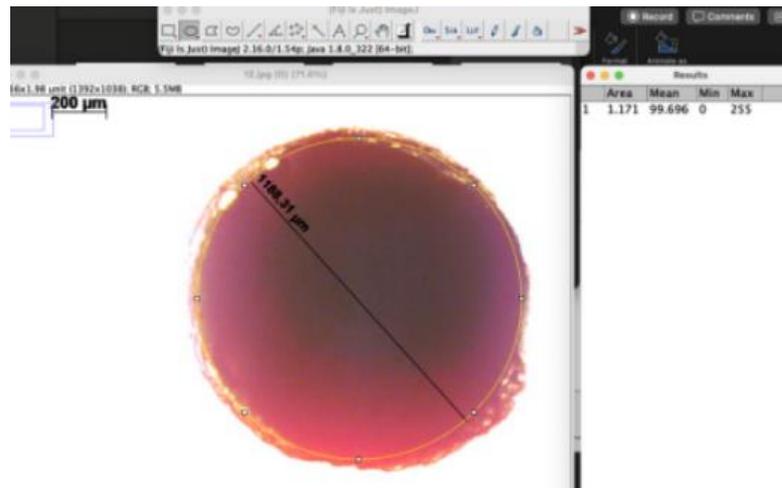


Figura 8. Área de união analisada pelo software ImageJ: círculo em amarelo corresponde a delimitação da área de união entre cerâmica e material de cimentação resinoso. Fonte: arquivo pessoal.

Análise de Amostras em MEV

Amostras representativas de cada grupo foram preparadas e analisadas em microscópio eletrônico de varredura (UNICAMP), a fim verificar as interfaces, e áreas representativas de cada modo de falha (Figura 9).

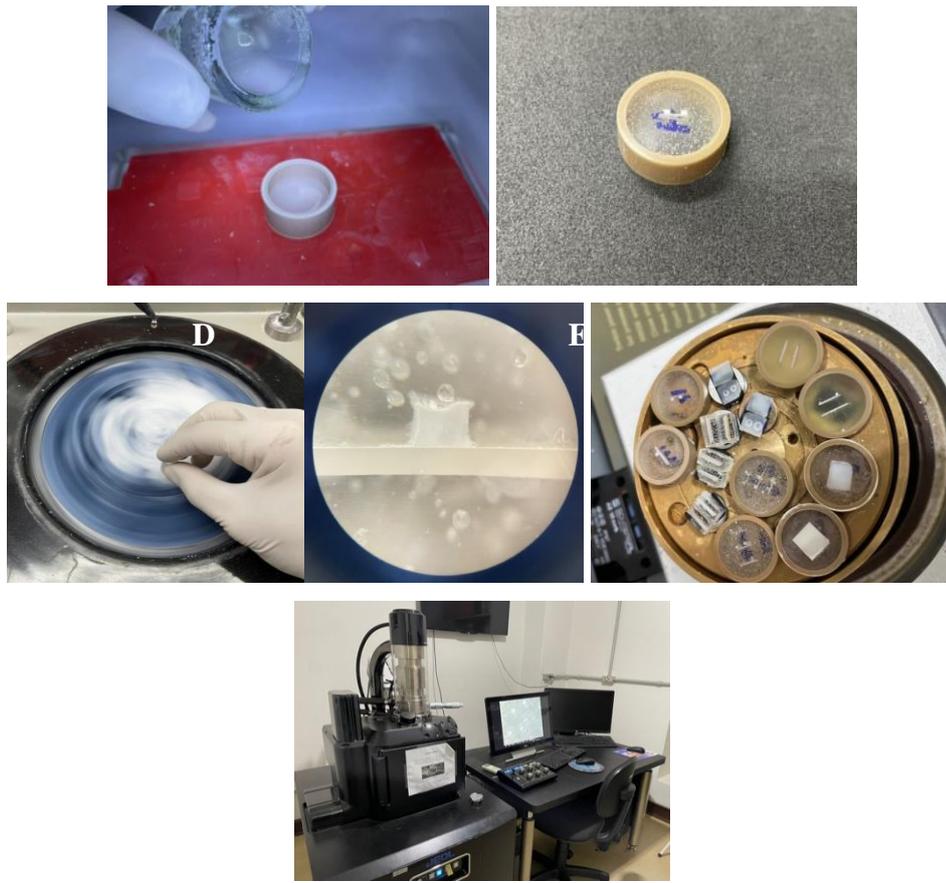


Figura 9. (A) Inclusão da amostra em resina acrílica dentro do tubo de P.V.C, (B) amostra incluída, (C) polimento da amostra, (D) conferência da amostra em microscópio óptico, (E) amostras na base do metalizador e (F) microscópio eletrônico de varredura.