

**UNIVERSIDADE DE UBERABA
SÔNIA MARIA PAIVA TORRES**

**INFLUÊNCIA DO TRATAMENTO DE SUPERFÍCIE E TÉCNICAS DE
CIMENTAÇÃO NA RESISTÊNCIA DE UNIÃO ENTRE SISTEMAS
CERÂMICOS E AGENTES DE CIMENTAÇÃO**

UBERABA - MG
2009

SÔNIA MARIA PAIVA TORRES

**INFLUÊNCIA DO TRATAMENTO DE SUPERFÍCIE E TÉCNICAS DE
CIMENTAÇÃO NA RESISTÊNCIA DE UNIÃO ENTRE SISTEMAS
CERÂMICOS E AGENTES DE CIMENTAÇÃO**

Dissertação apresentada ao Programa de Mestrado em Odontologia da Universidade de Uberaba, para obtenção do Título de Mestre em Odontologia, área de concentração em Biomateriais.

Orientador: Prof. Dr. Gilberto Antônio Borges

Catálogo elaborado pelo Setor de Referência da Biblioteca Central da UNIUBE

Torres, Sônia Maria Paiva

T636i Influência do tratamento de superfície e técnicas de cimentação na resistência de união entre sistemas cerâmicos e agentes de cimentação / Sônia Maria Paiva Torres. 2009.

75 f. : il.

Dissertação (mestrado) -- Universidade de Uberaba. Programa de Mestrado em Odontologia, 2009.

Orientador: Prof^o. Dr^o. Gilberto Antônio Borges

1. Cerâmica odontológica. 2. Cimentação adesiva. 3. Cimentos dentários. 4. Microtração. I. Universidade de Uberaba. Programa de Mestrado em Odontologia. II. Borges, Gilberto Antônio. III. Título.

CDD: 617.6

AGRADECIMENTOS

À Deus, Senhor de toda Sabedoria;

Aos meus familiares pelo carinho, compreensão e apoio recebidos;

Às minhas filhas, Thais e Caroline, pelo incentivo e valiosa ajuda;

Ao Prof. Dr. José Bento Alves, Coordenador do Programa de Mestrado em Odontologia;

À ESALQ (Escola Superior de Agricultura Luiz Aurélio de Queiroz), centro de microscopia da Universidade de São Paulo pela viabilização dos exames de Microscopia Eletrônica de Varredura;

À UNIUBE, pela disponibilização de recursos para o desenvolvimento dos projetos;

À UNIRG, pela liberação das minhas atividades de docência durante o período de mestrado;

Ao Prof. Dr. Gilberto Antônio Borges, da Área de Materiais Dentários da Universidade de Uberaba, pela minha formação científica e pelo exemplo de competência que demonstrou;

Aos profs. da Área de Materiais Dentários da UNIUBE, Prof. Dr. Fernando Carlos Hueb de Menezes, Thiago Assunção Valentino, Cecília Pedroso Turssi e Luciano de Souza Gonçalves pela amizade e participação nas atividades realizadas durante o curso;

À Laise Caroline Cunha Pereira e Ana Elisa Martins Rodrigues, alunas da iniciação científica, que muito se empenharam para realização desta pesquisa;

À família que me acolheu e adotou em Uberaba (Sr. Domingos e Dona Daura);

Aos meus amigos de curso Márcio e Juliana, que foram como irmãos para mim;

EPÍGRAFE

“Para ser grande, sê inteiro: nada
Teu exagera ou exclui.
Sê todo em cada coisa. Põe quanto és
No mínimo que fazes”.

Fernando Pessoa

RESUMO

O objetivo deste estudo foi avaliar *in vitro* a resistência de união 1- à microtração frente a diferentes técnicas de cimentação adesivas, em restaurações indiretas do tipo inlay em cerâmica. 2- ao microcisalhamento entre sistemas cerâmicos com diferentes composições e um agente de cimentação resinoso dual sob diferentes tratamentos de superfície. Na primeira parte foram selecionados 40 dentes terceiros molares humanos hígidos recém-extraídos, obtidos do Banco de Dentes Humanos da Universidade de Uberaba, nos quais foram preparadas cavidades tipo inlays para cerâmica. Após moldagem com silicone de adição (Adsil-Vigodent) foram confeccionadas restaurações cerâmicas (IPS Empress-Vivadent) para posterior cimentação, com diferentes técnicas (n=10 por grupo) conforme as recomendações do fabricante: Grupo I – Após o término dos preparos, lavagem e secagem do substrato as restaurações foram cimentadas com o cimento Clearfil Esthetic Cement System (Kuraray) . Grupo II – a cimentação foi realizada com aplicação de uma camada do adesivo Clearfil SE Bond + Clearfil Esthetic Cement. Grupo III – O sistema autocondicionante BisCEM (Bisco). Grupo IV – O sistema adesivo convencional de 2 passos Singlebond (3M ESPE) e o agente de cimentação Rely X ARC (3M ESPE). Os corpos-de-prova foram fixados em um suporte de acrílico para serem adaptadas à cortadeira metalográfica de precisão ISOMET 1000 (BUEHLER – USA). Os dentes foram cortados perpendicularmente à superfície adesiva, com área seccional de 1mm², em forma de “palitos” para o teste de microtração, com velocidade de quebra de 0,5mm/min. Os dados foram submetidos à análise de Variância e teste de Tukey (p<0,05) mostrando os seguintes resultados: Grupo 4 - 15,3 (5,9)A, Grupo 2 - 12,7(3,1)AB, Grupo 1- 9,8(3,2)B e Grupo 3- 2,8(2,0)C. Conclusão: Agentes de cimentação resinosos duais associados com sistemas adesivos convencionais ou autocondicionantes apresentam desempenho superior ao sistema autoadesivo. Na segunda parte foram utilizados as cerâmicas In-Ceram Alumina (Vita), IPS Empress 2 (Ivoclar-Vivadent), Cergogold (Degudent), e Cercon (Degudent). Para cada tipo de cerâmica foram obtidos 12 amostras retangulares (15x10x1mm). Em seguida, divididos em 3 grupos conforme os tratamentos de superfície: Grupo 1: Nenhum tratamento, Grupo 2: ácido hidrófluorídrico a 9,5% (Ultradent), Grupo 3: jateamento com partículas de óxido de alumínio de 50 µm (Barton Mines Co) . O cimento Panavia F (Kuraray) foi utilizado para preencher os microtúbulos plásticos (TYG-030), posicionados em cinco locais diferentes na superfície da cerâmica. O teste de microcisalhamento foi realizado em uma máquina de Ensaio Universal DL 3000 (EMIC), a uma velocidade de 0,5mm/min. Os resultados foram submetidos à análise de variância e teste de Tukey (p< 0.05). Resultados: Os maiores valores de resistência de união para IPS Empress 2 e Cergogold foi alcançado quando usado ácido fluorídrico. Para In Ceram Alumina e Cercon os maiores valores foram obtidos quando usado jateamento com partículas de óxido de alumínio. Conclusão: A resistência de união de todos os sistemas cerâmicos avaliados foram afetados pelo tratamento de superfície.

Palavras-chaves: resistência de união – microtração- microcisalhamento – cerâmica – agente de cimentação resinoso.

ABSTRACT

The aim of this study was to evaluate the micro-tensile bond strength with different cementation techniques in indirect restoration (inlay ceramic); and the micro-shear bond strength between a resin luting agent and four strengthened all-ceramic systems under different surface treatments. On the first part were selected 40 extracted human third molars, caries-free, gathered from University of Uberaba which received inlay preparation for ceramic. After the impression with vinyl polysiloxane (Adsil- Vigodent) ceramic restorations (IPS Empress) were fabricated following the manufacture's instructions (n=10 per group): Group 1- The restorations were bonded with Clearfil Esthetic Cement system (Kuraray). Group 2- The cavity receives an adhesive layer Clearfil SE Bond (immediate adhesive sealing) and the ceramic restorations were bonded as in group 1. Group 3- The ceramic restorations were bonded with the self-adhesive resin cement BisCem (Bisco). Group 4- The ceramic restorations were bonded with two-step adhesive Single bond (3M ESPE) and resin luting agent Rely X (3M ESPE). The specimens were adhered to acrylic base, which in turn was placed in a Universal testing machine ISOMET 1000 (BUEHLER-USA). The restored teeth were sectioned at the long axis of the teeth (the bonded area to be evaluated was the pulpar wall of the restoration). The interface was sectioned into 1mm² of thickness in form of beams for micro-tensile test. The test was applied at a crosshead speed of 0,5 mm/min until failure occurred. The data were statistically analyzed using one-way ANOVA e Tukey's test (p< 0.05). Results: Group 4 – 15.3(5.9)A, Group 2 – 12.7(3.1)AB, Group 1 – 9.8(3.2)B, Group 3 – 2.8(2.0)C. Conclusion: The resin luting agent dual cure in association with conventional adhesives systems or self-etch adhesives showed superior performance than self-adhesive cement. On the second part were fabricated specimens of IPS Empress 2 (Ivoclar-Vivadent), Cergogold (DeguDent), In Ceram Alumina (Vita) and Cercon (DeguDent). For each kind of ceramics were fabricated twelve rectangular specimens (15x10x1mm) and randomly divided into three groups according the surface treatment: Group 1—no treatment; Group 2—etched with 9.5% hydrofluoric acid (Ultradent) and Group 3—airborne-particle abraded with 50 µm aluminum oxide particles (Barton Mines Co). After, the resin-luting agent Panavia F (Kuraray) was mixed and then used to fill an iris was cut from micro bore Tygon tubing (TYG- 030) with an internal diameter and height of 0.75 and 0.50 mm respectively. The resin cylinders were bonded at five different locations on the ceramic surface. The micro-shear bond test was carried out in a universal testing machine (EMIC DL 3000) at a cross head speed of 0.5 mm/min until failure occurred. Moreover, each ceramic surface was observed morphologically by scanning electron microscopy. The data were statistically analyzed using two-way ANOVA and multiple comparisons were made using Tukey's test (p< 0.05). Results: The highest values for bond strength of IPS Empress 2 and Cergogold were found when the surface treatment used was hydrofluoric acid etching. For In Ceram Alumina and Cercon the highest bond strength were found when it were treated with airborne particle abrasion with aluminum oxide. Conclusion: The bond strength of all ceramic systems evaluated was affected by the surface treatments.

Keywords: Bond strength; micro-tensile; micro-shear; ceramic; resin cement.

SUMÁRIO

1. Introdução Geral	08
2. Proposição	11
3. Capítulos:.....	12
3.1. Capítulo 1: A influência da técnica de cimentação na resistência de união à microtração de um sistema cerâmico.....	12
3.2. Capítulo 2: The Effect of surface treatments on the micro shear bond strength of a resin luting agent and four all-ceramic systems	38
4. Conclusões Gerais	60
5. Referências Bibliográficas Gerais	61
6. Anexos	
6.1. Artigo publicado no Journal of Operative Dentistry	67

INTRODUÇÃO GERAL

O mercado odontológico, em resposta à crescente demanda por resultados estéticos satisfatórios, tem lançado produtos e serviços os quais permitem restaurações cada vez mais similares à dentição natural, no que se refere à cor e aparência. As cerâmicas, por suas características tais como translucidez, fluorescência, opalescência, alta resistência à compressão, biocompatibilidade, estabilidade química, condutibilidade e coeficiente de expansão térmica similares às estruturas dentais; têm tido uma grande aceitação e uma crescente evolução (BLATZ et al., 2003; LAWN et al., 2004). Embora as cerâmicas possuam excelentes propriedades físicas, são materiais frágeis que, frente a esforços mastigatórios, podem fraturar-se devido à propagação de microtrincas, inerentes ao material (McLEAN; HUGHES, 1965; LAWN et al., 2004).

Diferentes composições e procedimentos técnicos tem sido desenvolvidos com o objetivo de proporcionar maior resistência à cerâmica. Inicialmente foi empregada uma infraestrutura metálica, sobre a qual é aplicada a cerâmica segundo Brecker (1956). A restauração metalocerâmica combina a resistência do metal com a estética da cerâmica. No entanto, existem algumas desvantagens deste método restaurador, como o potencial de corrosão e possíveis efeitos tóxicos quando empregadas às ligas de metais básicos, assim como a redução da estética devido à falta de translucidez (HONDRUM, 1992). Com o objetivo de eliminação do metal e com isso valorizar ainda mais a estética, foi desenvolvido as cerâmicas reforçadas. Este recurso visa aumentar a resistência das cerâmicas, reforçadas com cristais na matriz vítrea, os quais atuam como bloqueadores na propagação das trincas (McLEAN; HUGHES, 1965; MITCHELL et al., 2005).

McLean e Hughes, em 1965, desenvolveram a primeira cerâmica com reforço da fase cristalina, incorporando 40% em peso de alumina à fase vítrea, o que resultou na cerâmica reforçada por óxido de alumínio. A partir daí, diversos materiais cerâmicos reforçados foram desenvolvidos, como o sistema cerâmico IPS Empress (Ivoclar) em 1983, que consiste de cerâmica vítrea com 35% em volume de leucita (HOLAND et al., 2000; BLATZ, 2003). Outras cerâmicas reforçadas com dissilicato de lítio, leucita, alumina e zircônia também foram desenvolvidas, aumentando a gama de indicações para restaurações com este material (ANUSAVICE, 1993).

Além da resistência intrínseca, o procedimento de união entre cerâmica e estrutura dental tornou-se um fator importante para a longevidade da restauração e, dependendo do material cerâmico empregado, a cimentação pode ser realizada pela técnica adesiva ou convencional (SORENSEN et al., 1991). A cimentação convencional consiste no emprego do cimento de fosfato de zinco ou de cimento de ionômero de vidro, podendo ser considerado um procedimento mais simples e menos crítico em relação à técnica adesiva. Para tanto, os preparos indiretos necessitam de retenção suficiente para uma adequada estabilidade da restauração (BORGES et al., 2003).

O condicionamento ácido e aplicação de resina fluida proporcionam excelente união da restauração às estruturas dentais segundo Buonocore (1955); Fusayama et al., (1979). A penetração do monômero dentro da matriz dentinária desmineralizada, seguida pela polimerização, proporciona retenções micromecânicas pela formação da camada híbrida (GWINNETT et al., 1967; NAKABAYASHI et al, 1982). A cimentação adesiva utiliza exatamente destes mesmos sistemas de união e agentes de cimentação resinosos com o objetivo de conseguir união ao substrato dentário.

Da mesma maneira, a superfície interna da restauração em cerâmica deve ser susceptível a tratamentos de superfície, para que a ação de agentes resinosos tenha a mesma efetividade. A técnica usual para a cerâmica feldspática tem sido o condicionamento com ácido fluorídrico, o qual promove irregularidades na superfície da cerâmica pela remoção da fase vítrea e cristalina (YEN et al.,1993). Além disso, o uso de substâncias químicas como o silano, um monômero composto de radicais orgânicos reativos e grupos monovalentes hidrolisáveis, proporciona união química entre a fase inorgânica da cerâmica e a fase orgânica do material resinoso aplicado sobre a superfície condicionada (SPOHR et al, 2003; SOARES et al., 2005). Com posterior aplicação de um material para cimentação, forma-se uma camada intermediária unindo a estrutura dentária e a superfície da cerâmica em um corpo único, de forma que as forças aplicadas na superfície da restauração sejam gradualmente transferidas para a estrutura do dente subjacente sem causar fraturas na cerâmica ou no elemento dentário (CHEN et al., 1998); (SHIMADA et al., 2002).

Contudo, a literatura tem mostrado que, devido às diferentes composições dos materiais cerâmicos, nem sempre o condicionamento com ácido fluorídrico, jateamento com óxido de alumínio, assim como a aplicação do silano, são os meios mais efetivos de promover união, quando empregada a técnica adesiva (CHEN et al., 1998); (DERAND et al.,2008).

Deste modo, os cimentos resinosos disponíveis variam não somente na composição, sistemas de polimerização, mas sobretudo na técnica de cimentação que engloba os sistemas de união tanto os convencionais quanto os autocondicionantes. Contudo, há divergência na literatura sobre qual(is) o(s) agentes de cimentação resinosos e sistemas adesivos convergem para a melhor opção de cimentação.

1. PROPOSIÇÃO

O presente estudo foi redigido em forma de capítulos, que teve como objetivos:

Cap 1- Avaliar *in vitro* a resistência de união à microtração frente a diferentes técnicas de cimentação, em restaurações indiretas do tipo inlay em cerâmica.

Cap 2- Avaliar a resistência de união ao microcisalhamento entre diferentes sistemas cerâmicos e um agente de cimentação resinoso sob diferentes tratamentos superficiais das cerâmicas.

CAPÍTULO 1

A INFLUÊNCIA DOS SISTEMAS DE CIMENTAÇÃO RESINOSOS NA RESISTÊNCIA DE UNIÃO À MICROTRAÇÃO DE UM SISTEMA CERÂMICO

Resumo

Objetivo. Avaliar a resistência de união à microtração frente a diferentes técnicas de cimentação adesiva, em restaurações indiretas do tipo inlay em cerâmica.

Materiais e Métodos. Foram selecionados 40 terceiros molares humanos hígidos recém extraídos, obtidos do Banco de Dentes da UNIUBE, nos quais foram preparadas cavidades tipo inlays na face oclusal, com as dimensões de 6 mm no sentido mesio-distal, 4 mm no sentido vestibulo-lingual e 4 mm na região pulpar, com todos os ângulos internos arredondados e cavo-superficial nítido e sem bisel. Foram reproduzidos em gesso especial tipo IV para troquel (Fuji Rock) Sobre os troquéis foram confeccionados padrões de cera para obtenção das restaurações cerâmicas leucita (IPS Empress). As cerâmicas receberam o tratamento de superfície com ácido fluorídrico (Ultradent) e uma camada de Clearfil Ceramic Primer (Kuraray). As amostras foram aleatoriamente divididas em 4 grupos (n=10) e cimentadas com as seguintes técnicas seguindo as recomendações dos fabricantes: Grupo 1 – Clearfil Esthetic Cement System (Kuraray). Grupo 2 – adesivo Clearfil SE Bond + Clearfil Esthetic Cement. Grupo 3 – cimento autoadesivo BisCEM (Bisco). Grupo 4 – sistema adesivo Single Bond (3M ESPE) + agente de cimentação Rely X ARC (3M ESPE). Após 24 horas armazenados em água destilada a 37°C, os espécimes foram seccionadas no sentido vestibulo/lingual e mesio/distal com área seccional de 1 mm², utilizando uma cortadeira metalográfica Isomet 1000 (Buehler). As amostras foram submetidas ao teste de microtração com velocidade constante de 0,5mm/min. Os dados foram submetidos à Análise de Variância e teste de Tukey (P<0,05).

Resultados: Grupo 4- 15,30 (5,94) A, Grupo 2 - 12,70 (3,09) AB, Grupo 1- 9,77 (3,17) B e Grupo 3 - 2,84 (1,99) C.

Conclusões: Agentes de cimentação resinosos duais associados com sistemas adesivos convencionais ou autocondicionantes apresentam desempenho superior ao sistema autoadesivo.

INTRODUÇÃO

O desenvolvimento substancial de cerâmicas odontológicas reforçadas com cristais de diferentes composições (leucita, dissilicato de lítio, alumina, zircônia), combinadas com novas técnicas laboratoriais tem trazido melhora nas propriedades mecânicas desses materiais (HONDRUM, 1992), o que tem resultado em significativo aumento de sua utilização, sobremaneira em situações onde a exigência estética é preponderante. Características como translucidez, fluorescência, estabilidade química, biocompatibilidade, resistência à compressão e coeficiente de expansão térmica similar à estrutura dental fazem das cerâmicas um dos materiais mais promissores da área odontológica (BLATZ et al., 2003; LAWN et al., 2004).

Contudo, esses materiais apresentam características desfavoráveis ao desempenho exigido em determinadas condições clínicas. Dentre essas desvantagens, pode se destacar a fragilidade frente a esforços de tração (McLEAN; HUGHES, 1965). Esta fragilidade também pode ser atribuída à presença e propagação de microtrincas na superfície do material, tornando-a susceptível à fratura durante o procedimento de cimentação e sob força oclusal (LAWN et al., 2004).

A cimentação adesiva com agentes de cimentação resinosos tem sido recomendada. Uma interação em nível microscópico resulta da união entre a estrutura dentária e a restauração, se comportando como corpo único e significativamente reforçando o material cerâmico (BLATZ et al., 2002). O tratamento da superfície do dente se faz necessário com a aplicação de um ácido para condicionar o esmalte e dentina e posterior aplicação de um sistema adesivo. Para tanto, também é necessário o tratamento da superfície interna da restauração com a aplicação do ácido hidrófluídrico ou jateamento com partículas de óxido de alumínio para aperfeiçoar a retenção micromecânica e posterior aplicação de um agente de união silano, com o objetivo da união química entre a fase inorgânica da cerâmica e a fase orgânica da resina (CHEN et al., 1998).

As cerâmicas que contêm estrutura a base de sílica, como o sistema IPS Empress, são passíveis de serem tanto condicionadas com ácido fluorídrico, tanto de se unirem quimicamente ao agente de união bifuncional, o silano, o que as tornam materiais de escolha quando os preparos não possuem retenção friccional (YEN et al., 1993).

Dentre os fatores que governam a estabilidade e longevidade das restaurações indiretas, a cimentação desempenha papel preponderante, não somente na interação microestrutural da restauração, cimento e estrutura dental, mas também na efetividade de polimerização do agente de cimentação. A aplicação dos agentes de cimentação resinosos

pode ser considerada tecnicamente sensível, exigindo do profissional conhecimento básico para melhor seleção do material a ser utilizado (BLATZ et al.,2003).

Os agentes de cimentação resinosos se apresentam comercialmente em diferentes composições e tipos de ativação. Os tipos mais tradicionalmente empregados são precedidos de condicionamento dentário e aplicação de um sistema adesivo. Bem como, sistemas mais recentes chamados autoadesivos não requerem aplicação prévia de um adesivo (CARVALHO et al.,2004).

No que se refere aos agentes de cimentação resinosos duais tradicionais, existem diferentes sistemas adesivos de aplicação prévia que podem se apresentar em multi-passos. Tem sido mostrado que alguns destes sistemas não possuem compatibilidade com os cimentos resinosos, afetando suas propriedades e consequentemente a longevidade da restauração (MAK et al., 2002).

Por outro lado, os agentes de cimentação resinosos autoadesivos tem ganhado popularidade, devido à simplificação do manuseio, técnica menos sensível ao operador e economia de tempo quando comparado ao sistema tradicional. Todavia, a resistência de união e formação de camada híbrida deixa muito a desejar, se comparada com os sistemas tradicionais (HIKITA et al., 2007).

Os agentes de cimentação resinosos de polimerização duais (polimerizados por luz e quimicamente) tem sido os mais indicados para cimentação de restaurações cerâmicas, pelo fato de iniciarem sua polimerização pela luz quando o maior grau de conversão é alcançado, com o consequente aumento das propriedades físico-mecânicas (BRAGA et al.,2002). Entretanto, existe pouca informação na literatura, se as regiões mais profundas onde a luz não atinge sua total potencialidade resultam em resistência de união confiável.

Este estudo objetiva avaliar *in vitro* a resistência de união de restaurações tipo inlays confeccionadas com uma cerâmica reforçada por leucita (IPS Empress) usando diferentes agentes de cimentação resinosos à dentina humana.

A hipótese nula da pesquisa foi que as técnicas de cimentação utilizadas, não diferem na resistência de união entre as cerâmicas e os agentes de cimentação resinosos.

1A- Materiais e Métodos

Descrição dos materiais que foram utilizados neste estudo (Tabela 1).

1A.1. Preparação dos Dentes:

Foram selecionados 40 dentes terceiros molares humanos hígidos recém extraídos, obtidos do Banco de Dentes Humanos da Universidade de Uberaba, após aprovação pelo comitê de ética (CAAE- 0022.0.227.000-09); os quais foram limpos com curetas periodontais e armazenados em solução salina a 0,9% com timol a 0,1.

Posteriormente, os dentes tiveram suas raízes incluídas com resina acrílica em tubo de P.V.C. medindo 25 mm de diâmetro por 15 mm de altura, permanecendo as coroas totalmente expostas no sentido do longo eixo do elemento dental, à 2 mm da junção amelo cementária (figura 1). Em seguida, foram realizadas, em cada dente, cavidades do tipo *inlay* preparadas em suas faces oclusais usando pontas diamantadas nº 4137 (KG Sorensen) montadas em alta rotação (Kavo do Brasil S. A.), sob abundante irrigação.

As cavidades obtidas tinham dimensões de 6 mm na região oclusal e 5mm na região pulpar, no sentido méso-distal; e 4 mm na região oclusal e 3 mm na região pulpar, no sentido vestibulo-lingual, com uma profundidade de 4mm e todos os ângulos internos arredondados e cavo-superficial nítido e sem bisel (figura 3). As cavidades foram padronizadas utilizando um mecanismo adaptado para preparos (figura 2). Os dentes foram divididos em 4 grupos (n=10), de acordo com as técnicas de cimentação.



Figura 1- Dentes incluídos.

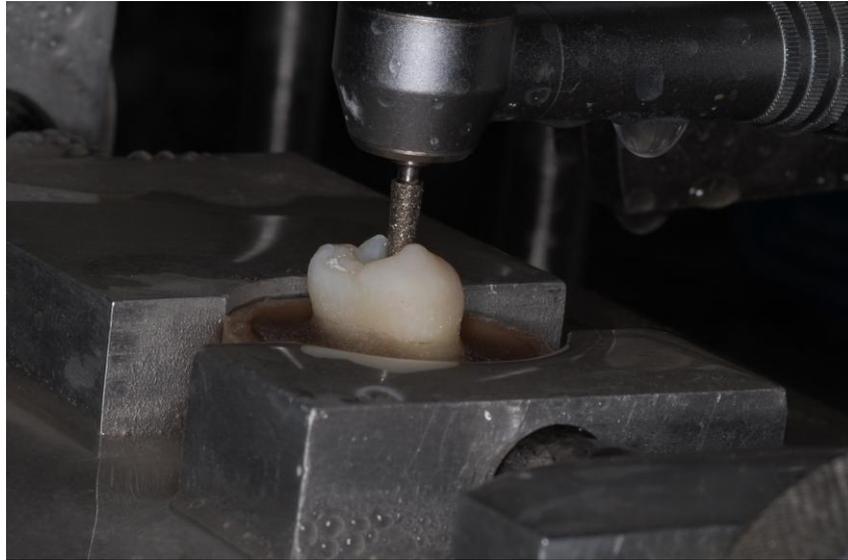


Figura 2- Realização do preparo.

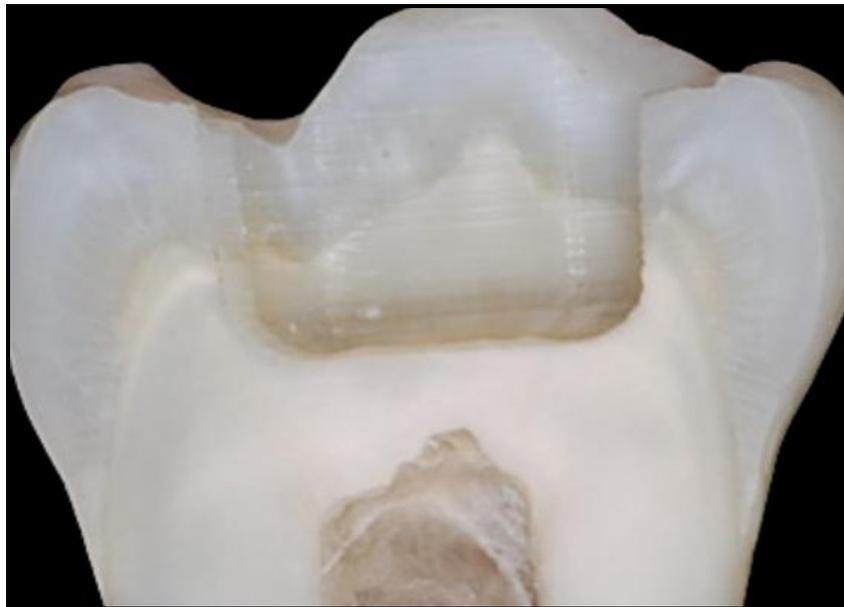


Figura 3- Vista lateral do preparo.

1A.2. Técnica de moldagem

Cada dente preparado foi reproduzido por meio de moldagem com silicone polimerizado por adição (Adsil - Vigodent), pela técnica de moldagem dupla (denso e reembasamento com fluido), aplicada por moldeiras individuais confeccionadas em anel de

P.V.C., com 40 mm de diâmetro interno por 50 mm de comprimento. Foram realizadas inicialmente com material denso, estando o dente aliviado por duas camadas de filme de PVC.

Decorridos cinco minutos, as moldeiras foram removidas e o material de alívio descartado. O espaço correspondente foi preenchido com material de moldagem fluido, manipulado com proporcionador e dispensador automático. As moldeiras foram removidas após cinco minutos, permanecendo em repouso por 60 minutos, seguindo recomendações do fabricante.

Todos os procedimentos de moldagem foram realizados sob condições de temperatura e umidade controladas $23 \pm 2^\circ\text{C}$ e $50 \pm 10\%$ de umidade relativa (COUNCIL ON DENTAL MATERIALS AND DEVICES, 1977). Tanto os dentes preparados quanto o material utilizado no procedimento de moldagem, permaneceram por um período mínimo de duas horas nas condições ambientes acima citadas antes de serem utilizados. Durante todos os procedimentos o operador teve as mãos protegidas por luvas de vinil.

Os moldes obtidos foram borrifados com agente surfatante (Lubrofilm – Dentaurem J. P. Winkelstroeter KG – Pforzheim – Alemanha) e deixados para secar por cinco minutos, sendo o excesso removido com suaves jato de ar. Os moldes foram, preenchidos com gesso tipo IV (Fuji Rock, GC, Japão) proporcionado de acordo com as recomendações do fabricante (20mL de água para 100g de pó) e manipulado mecanicamente a vácuo (Polidental- Porto Alegre-RS) por 35 segundos. Em seguida, foram preenchidos sob vibração, estando acoplada à moldeira, uma matriz em silicone para formação da base do troquel. Os troquéis foram removidos após trinta minutos e numerados de acordo com o respectivo dente, sendo aguardado um período mínimo de 24 horas antes de serem utilizados na confecção das restaurações em cerâmica (figura 4).



Figura 4- Vista oclusal do preparo.

1A.3. Confeção das restaurações cerâmicas

Duas camadas do espaçador (Rubber- Sep – Polidental, Brasil) foram aplicadas nas cavidades obtidas nos modelos de gesso. Em seguida, foram confeccionados padrões em cera pela técnica de enceramento progressivo, utilizando a cera tipo II para incrustações. O excesso de cera aquém da região do preparo foi removido com instrumento cortante, sendo a região de término cavo-superficial ajustada até o perfeito assentamento, com auxílio de espátula elétrica para cera, sob aumento de 10 vezes com lupa.

Posteriormente, um formador do conduto de alimentação, com 3 mm de diâmetro x 8 mm de comprimento foi posicionado no centro do corpo-de-prova. Em seguida, esse conduto de cera foi fixado num conduto plástico com 12,2 mm de diâmetro por 30 mm de altura, de modo que, cinco corpos-de-prova foram posicionados no formador do conduto com uma inclinação de 60° em relação ao plano horizontal.

Posteriormente, esse formador de conduto foi fixado numa base plástica plana formadora de cadinho, com 50 mm de diâmetro interno x 56 mm de diâmetro externo x 20 mm de altura. Cinco padrões de cera foram posicionados em cada anel. Os corpos-de-prova foram incluídos com revestimento à base de fosfato, na proporção de 100 gramas de pó x 17 ml de líquido (Ivoclar-vivadent) e 9 ml de água destilada, espatulado mecanicamente a vácuo, por 60 segundos num espatulador (Polidental- Porto Alegre-RS). Uma base plástica (50 mm de diâmetro interno x 56 mm de diâmetro externo x 20 mm de altura) foi posicionada na parte

superior do anel para formar uma superfície plana necessária para o preenchimento da cerâmica no forno (7000-5P, EDG Equipamentos e Controles Ltda, São Carlos).

Após a presa do revestimento, o anel de papel, o formador do conduto e as bases foram removidos. Em seguida, o bloco de revestimento juntamente com êmbolo de óxido de alumínio (12 mm de diâmetro x 37 mm de altura) foram transferidos para o forno elétrico (EP 600 – Ivoclar Vivadent) e a confecção das restaurações foi realizada da seguinte forma:

1 - a cera foi eliminada do bloco de revestimento utilizando um forno elétrico (7000 – 5P, EDG Equipamentos e Controles Ltda, São Carlos) colocando o bloco inicialmente a temperatura ambiente. Então, a temperatura do forno foi elevada em 14°C/min. até 850°C e mantendo por 60 minutos;

2 - em seguida, o bloco de revestimento foi removido do forno e imediatamente dois lingotes da cerâmica IPS Empress (Ivoclar- Vivadent) foram posicionados no conduto juntamente com o êmbolo de óxido de alumínio e levados ao forno EP 600 (Ivoclar-Vivadent), e mantido por 25 minutos à temperatura de 1075° C. Decorrido esse tempo, foi aplicada uma pressão de 4,5 bars por 20 minutos;

3 - após o bloco de revestimento atingir a temperatura ambiente, o êmbolo de óxido de alumínio foi removido e, com auxílio de um disco de diamante, o bloco de revestimento foi cortado ao meio. Em seguida, os corpos-de-prova foram desincluídos utilizando o aparelho (Oxyker Dry – Manfredi) com partículas de óxido de alumínio com 100 µm de diâmetro usando uma pressão de 4 bars para remoção bruta do revestimento e 2 bars para remoção do revestimento próximo das amostras. A seguir, o conduto de alimentação foi removido das amostras com disco de diamante dupla face (Fava). As restaurações foram jateadas com partículas de óxido de alumínio de 100 µm com pressão de 1 bar, seguido de finalização com ponta montada cilíndrica de diamante.

1A.4. Técnicas de cimentação das restaurações cerâmicas

Posteriormente, os dentes foram restaurados com as cerâmicas obtidas, as quais foram divididos em quatro grupos (n=10), conforme tratamentos descritos a seguir:

Grupo I – foi realizada a cimentação das inlays utilizando-se o cimento resinoso Clearfil Esthetic Cement System (Kuraray). Inicialmente, foi realizada a preparação interna das cerâmicas, com a aplicação de ácido fluorídrico (Ultradent) por 60 segundos, lavagem e

secagem por 20 segundos, seguida da aplicação de uma camada do Clearfil Ceramic Primer (Kuraray).

No dente, após a secagem foi aplicada uma fina camada do agente adesivo líquido A e B, mistura partes iguais (Clearfil DC Bond), utilizando um pincel microbrush descartável, seco com um leve jato de ar, sendo aguardado um tempo de 20 segundos, depois foi polimerizado por 20 segundos. Em seguida, foi aplicado o cimento resinoso e então assentadas as inlays sobre as quais foi aplicada uma força de 452 kgf padronizada através de uma agulha de Gilmore adaptada no suporte.

O cimento foi então fotopolimerizado (Rádio-cal, SDI) por 40 segundos em cada lado (vestibular, lingual e oclusal) resultando em 120 segundos para cada restauração. Após 10 minutos os espécimes foram armazenados em água destilada a 37°C previamente à realização dos testes.

Grupo II– Para a cimentação das restaurações cerâmicas foi utilizado o sistema adesivo autocondicionante Clearfil SE Bond (Kuraray) e o agente cimentante Clearfil Esthetic Cement(Kuraray) os quais foram aplicados de acordo com as recomendações do fabricante. Primeiramente, foi realizada a aplicação de uma camada de primer, utilizando-se um pincel descartável, sendo aguardado um tempo de 20 segundos. Após um leve jato de ar, foi aplicada uma camada fina de adesivo, a qual foi polimerizada por 20 segundos para que, em seguida, seja inserido a agente de cimentação e a inlay, seguindo os mesmo critério do grupo anterior.

Grupo III – Após o acabamento do preparo, lavagem e secagem do substrato, já com as cerâmicas preparadas conforme descrição do Grupo 1, foi realizada a aplicação de uma camada do cimento autocondicionante BisCEM (Bisco) e a cerâmica foi cimentada, seguindo os mesmos critérios dos grupos anteriores.

Grupo IV – Foram utilizados para a cimentação das restaurações cerâmicas o sistema adesivo convencional de 2 passos Single bond (3M ESPE) e o agente cimentante Rely X ARC (3M ESPE) os quais foram aplicados de acordo com as recomendações do fabricante. Após o preparo, cada cavidade foi lavada com água e secas com leve jato de ar.

Em seguida, foi realizado o condicionamento das paredes com ácido fosfórico, na forma de gel, na concentração de 37% acondicionado em seringa própria, durante 30 segundos em esmalte e 15 segundos em dentina, conforme as indicações do fabricante.

Posteriormente, ao condicionamento, a cavidade foi lavada com água pelo período de 20 segundos e seca com papel absorvente, cortado de forma circular (filtros de papel Mellita), mantendo-se a dentina visivelmente úmida (brilhante).

A seguir, foi feita a aplicação do agente de união Single Bond (3M ESPE) sobre a dentina e o esmalte, com pincel microbrush descartável, em duas camadas, seguido da polimerização por 20 segundos. Posteriormente foi aplicado o cimento Rely X ARC (3M ESPE) e o assentamento da inlay, seguindo a mesma sequência dos grupos anteriores (figura 5).



Figura 5- Vista lateral da restauração cerâmica cimentada.

1A.5. Preparação e ensaio de microtração

Os dentes foram posicionados em máquina de corte para separar coroa da raiz (figura 6).

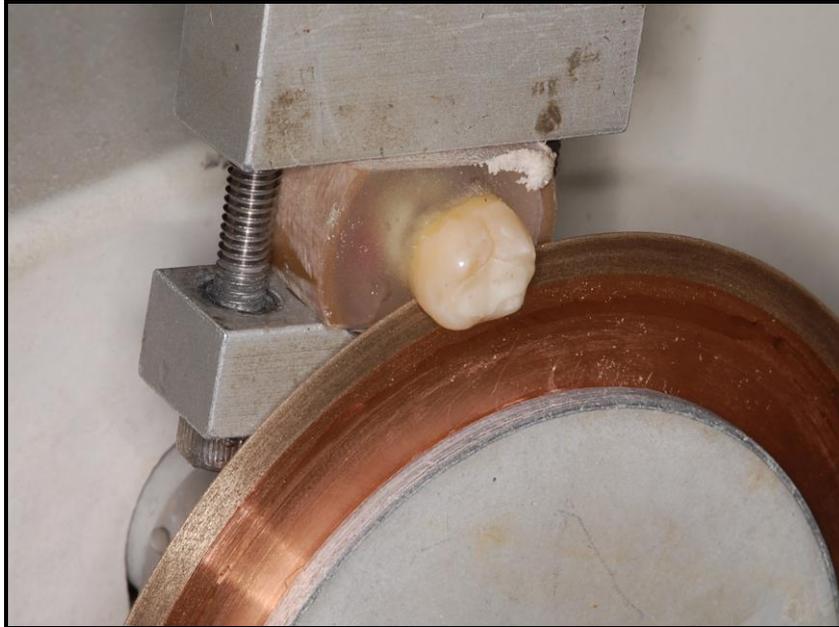


Figura 6- Corte para separar coroa da raiz.

Os corpos-de-prova foram então fixados em um suporte de acrílico com auxílio de uma cera de baixa fusão (Exata, DFL – Brasil), para serem adaptadas à cortadeira de precisão ISOMET 1000 (BUEHLER – USA). Com constante irrigação, os dentes foram seccionados perpendicularmente à superfície adesiva e, com o intuito de avaliar a interface de união com a parede pulpar (figura 7 e 8).

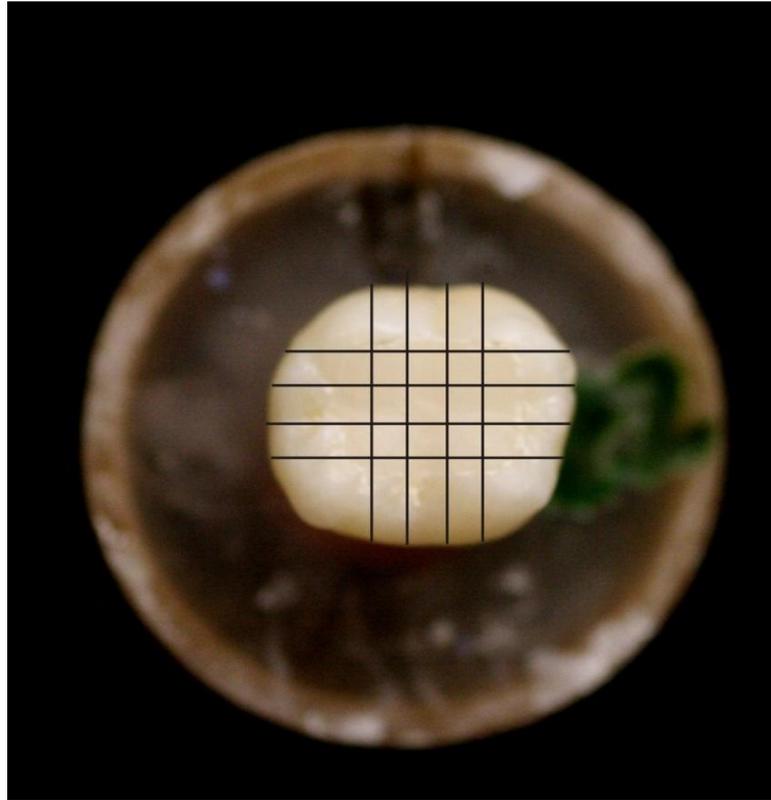


Figura 7- Vista oclusal dos cortes.



Figura 8- Vista lateral dos cortes.

Obteve-se amostras em forma de “palitos” com área seccional de 1mm^2 para, posteriormente, serem levadas à máquina para os testes (figura 9).

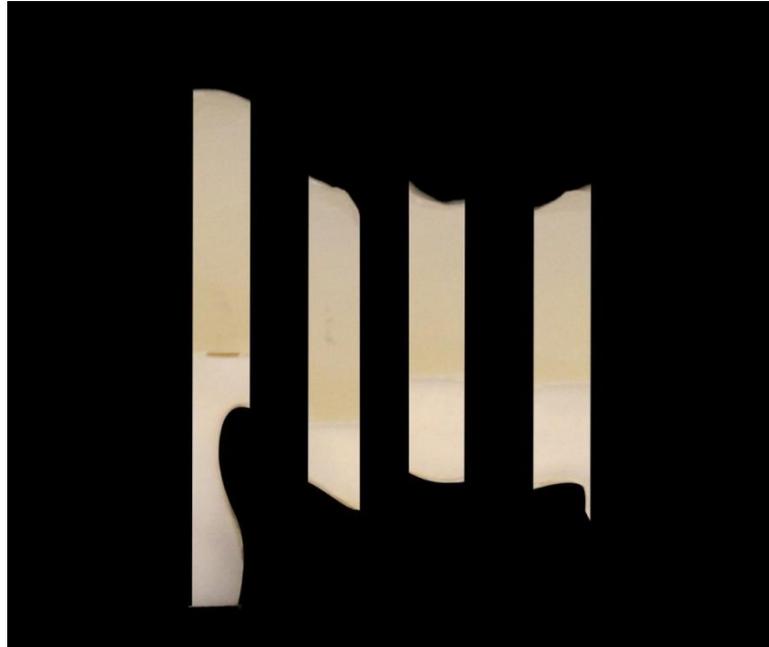


Figura 9- Vista de palitos obtidos.

Os espécimes selecionados para o ensaio de microtração tiveram suas áreas medidas e anotadas, utilizando-se um paquímetro digital (Digimatic Caliper), com precisão de $0,01\text{mm}$. Em seguida, os palitos foram apreendidos individualmente, com o auxílio de uma pinça (STAINLESS STEEL AA/ General número 401-AA) e fixados pelas suas extremidades ao dispositivo para realização do ensaio de microtração, com o auxílio do adesivo instantâneo à base de cianoacrilato (Superbond), associado ao monômero de resina acrílica, posicionando-se a área de adesão perpendicularmente ao longo eixo da força de microtração. O ensaio mecânico de microtração foi realizado em uma máquina de Ensaio Universal DL 3000 (EMIC 2003), previamente ajustada para forças de tração, com uma célula de carga de capacidade de 50 Kgf , a uma velocidade constante de $0,5\text{mm/min}$ (figura 10 e 11).

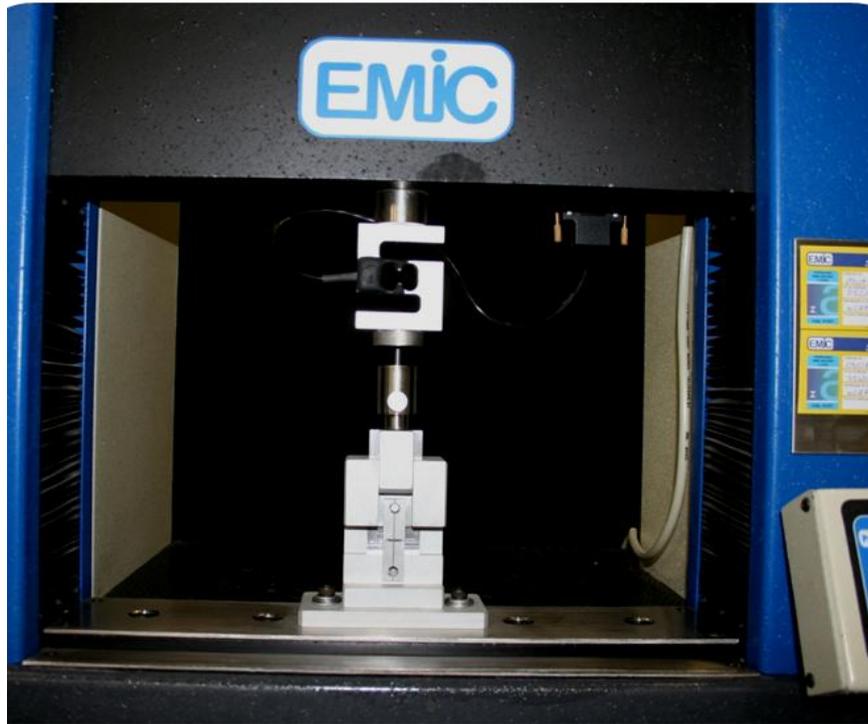


Figura 10- Máquina EMIC com ensaio realizado a 0,5 mm/min.



Figura 11- Ensaio de microtração em detalhe.

No momento da fratura, o movimento foi imediatamente cessado e os dados foram coletados para cálculos posteriores. Os valores finais de resistência de união foram calculados dividindo-se os valores de carga de ruptura, obtidos em Newton (N), pelas secções transversais dos palitos, em mm², obtendo-se valores expressos em MPa. Os dados foram submetidos à análise de 1 Variância e teste de Tukey ($p < 0,05$), conduzidos no software Statgraphics Centurion XV.

Após obtidas as medidas de resistência de união, todos os espécimes foram microscopicamente (MEV - Centro de Microscopia Eletrônica da ESALQ coordenado pelo Prof. Elliot W. Kitajima), para determinar o modo de fratura ocorrida (adesiva - interface entre a dentina e o cimento; coesiva - ocorrida na dentina ou no cimento; e mista - distribuição equilibrada de fraturas coesivas e adesivas).

Resultados

Teste de microtração

A análise de Variância a um critério revelou que houve diferença estatisticamente significativa na resistência de união entre os agentes de cimentação ($p < 0,0001$).

O teste de Tukey demonstrou que o grupo Single Bond/Rely X ARC não apresentou diferença estatisticamente significativa em relação ao grupo Clearfil SE Bond/ Clearfil Esthetic Cement (tabela 2); mas em relação ao grupo do Clearfil Esthetic Cement System e do BisCem, os valores de resistência de união foram maiores. O Clearfil SE Bond + Clearfil Esthetic Cement não diferiu estatisticamente do Clearfil Esthetic Cement System, mas diferiu do BisCem. Os menores valores de resistência de união foram obtidos com o agente de cimentação BisCem.

Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

As micrografias eletrônicas demonstraram que o tipo de falha predominante no grupo do Agente de cimentação resinoso BisCem foi adesiva (figura 1 e 2). Enquanto que o padrão de falha predominante para o Rely X ARC foi misto (figura 3 e 4). Por sua vez, o grupo Clearfil SE Bond + Clearfil Esthetic Cement e o Clearfil Esthetic Cement System apresentaram predominância de falha coesiva no cimento (figura 5,6,7 e 8).

Discussão

A hipótese nula, sugerindo que as técnicas de cimentação utilizadas, não diferem na resistência de união das restaurações foi rejeitada. Os quatro agentes de cimentação resinosos avaliados resultaram em resistência de união com diferenças estatisticamente significativas entre alguns grupos (tabelas 2). Os agentes de cimentação testados neste estudo foram todos de dupla polimerização, os quais dependem não somente da ativação por luz, tão quanto de iniciadores químicos, que resultam em grau de conversão mais efetiva, com conseqüente melhora das propriedades físicas (BRAGA et al., 2000).

A resistência de união à microtração, que avalia pequenas áreas de união de aproximadamente 1mm², tende a proporcionar maiores valores de resistência de união, com melhor distribuição de tensão durante o ensaio, quando comparado com métodos convencionais usando áreas maiores segundo Pashley et al., (1999). Ensaio com utilização de áreas maiores tendem apresentar mais defeitos na interface adesiva, o que poderia resultar em valores de resistência de união menores e menos confiáveis (TAKAHASHI et al., 2002).

De acordo com a pesquisa de Borges et al., (2008), a passagem de luz através da restauração cerâmica é influenciada por sua espessura e composição. Considerando o presente estudo, a restauração de cerâmica Vítrea (IPS Empress) com 4 mm de espessura, em que foi utilizado uma fonte de luz LED, a qualidade de polimerização na região pulpar poderia ser questionada. O cimento de polimerização dual depende da ativação da luz, bem como a quantidade e eficiência dos componentes químicos que desempenham um importante papel na polimerização, especialmente em áreas de difícil acesso da luz. Poderia ser exposto neste estudo, que a resistência de união foi mais em função dos componentes químicos dos agentes de cimentação. A parede pulpar foi selecionada para o ensaio por ser a região clinicamente mais crítica.

A observação que falhas adesivas não ocorreram ao longo da interface cimento/dentina quando restaurações indiretas utilizaram Single Bond/ Rely X ARC como adesivo dentinário tem que ser analisado com cautela em se tratando de experimento *in vitro*. Na ausência de permeabilidade dentinária, esse adesivo cria uma adesão dentinária que é mais forte que a força coesiva no respectivo cimento resinoso (figura 3 e 4). Entretanto, diferentes resultados podem ocorrer sob condições *in vivo*, na presença de transudação de fluido pulpar, que adversamente afeta a resistência do adesivo (ITTHAGARUN et al., 2000).

O grupo Single Bond/RelyX ARC não diferiu estatisticamente do grupo Clearfil SE Bond+ Clearfil Esthetic Cement. Isso poderia ser explicado pelo fato do adesivo autocondicionante ser tão efetivo em dentina quanto os adesivos convencionais como

mostrado por Van Landuyt et al.,(2006). A camada híbrida dos adesivos autocondicionantes se apresentam mais delgada do que os convencionais não implica em resistência de união inferior (TAY et al.,2004).

O Clearfil Esthetic Cement System, no qual o primer ácido é misturado com o Bond, o monômero ácido ao entrar em contato com a resina de polimerização química, reage com as aminas terciárias, que possuem caráter alcalino, consumindo-as e impedindo que elas atuem como catalisadoras(ativadoras) da reação de polimerização da resina (TAY et al., 2004).

Os menores valores de resistência de união apresentados neste estudo pelo BisCem, provavelmente possam ser explicados pela inclusão em sua composição de um monômero ácido fosfatado HEMA, que é hidrofílico e, depois de polimerizado, funciona como uma membrana semipermeável; enfraquecendo a resistência mecânica do cimento (PATEL et al.,2001). Resultados semelhantes foram obtidos no trabalho de Cantoro et al., (2009). Nos estudos anteriores Mazzitelli et al., (2008) e Monticelli et al., (2008), encontraram os mesmos resultados onde o BisCem obteve os menores resultados de resistência de união, pelo seu poder limitado de descalcificação e infiltração na dentina subjacente (DE MUNCK et al., 2004). A predominância de fraturas adesivas neste grupo corrobora com estes resultados.

Os procedimentos clínicos de cimentação de cerâmicas inlays tem sido frequentemente discutido e um ponto importante é a questão da fotopolimerização do sistema adesivo como um passo clínico separado antes da aplicação do agente de cimentação resinoso em si. Há pesquisas indicando que este passo clínico separado pode ser capaz de aumentar a resistência de união e integridade marginal (FRANKENBERGER et al., 1999; HALLER et al., 2003). Neste estudo os maiores valores de resistência de união foram observados nos grupos onde o sistema adesivo foi polimerizado previamente à inserção do cimento.

Embora este estudo tenha buscado utilizar metodologia mais próxima possível de uma situação clínica, os resultados aqui apresentados não podem ser simplesmente transportados para a clínica, entretanto, servem como parâmetro para nortear a seleção mais apropriada de um agente de cimentação resinoso, quando da utilização de cerâmica vítrea.

Conclusão

- Agentes de cimentação resinosos de dupla polimerização associados com sistemas adesivos convencionais ou autocondicionantes apresentaram desempenho superior ao cimento autoadesivo testado, que apresentou menor valor de resistência de união.
- A polimerização prévia do sistema adesivo antes da inserção do cimento resinoso pode ter contribuído para o aumento dos valores de resistência de união.

Agradecimentos

Ao centro de microscopia da Escola Superior de Agricultura Luiz Aurélio de Queiroz – ESALQ da Universidade de São Paulo pela viabilização dos exames de microscopia eletrônica de varredura, e à Universidade de Uberaba pela disponibilização de recursos para desenvolvimento dos projetos.

Tabela 1 – Descrição dos materiais que foram utilizados no estudo.

MATERIAIS	NOME COMERCIAL	FABRICANTE	LOTE
Cerâmica	IPS Empress	Ivoclar-Vivadent	062395
Adesivo	Clearfil Se Bond	Kuraray	51436
Adesivo	SingleBond	3M ESPE	7 KA
Silano	Clearfil Ceramic Primer	Kuraray	00003A
Cimento	Clearfil Esthetic Cement	Kuraray	61132
Cimento	Rely X ARC	3M ESPE	GP8HX
Cimento	BisCem	Bisco	0800003790
Ácido Fosfórico 37%	Magic acid	Vigodent	008/08
Ácido fluorídrico 9.5%	Ultradent Porcelain Etch	Ultradent	00398A
Partículas Al ₂ O ₃	Óxido de alumínio	Bio-Art	000231

Tabela 2- Resultados de resistência de união a microtração de acordo com o agente de cimentação resinoso.

Agente de Cimentação	Resistência de União - MPa (S)
Single Bond/Rely X Arc	15,30 (5,94) A
Clearfil SE Bond + Clearfil Esthetic Cement	12,70 (3,09) AB
Clearfil Esthetic Cement System	9,77 (3,17) B
BisCem	2,84 (1,99) C

Letras maiúsculas distintas indicam diferença significativa entre grupos.

Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

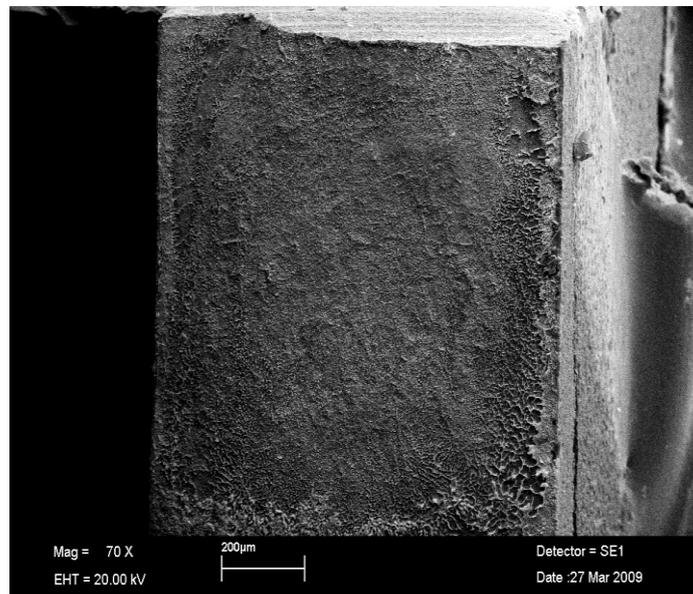


Figura 1- MEV do Bis Cem (aumento 70x). Fratura adesiva.

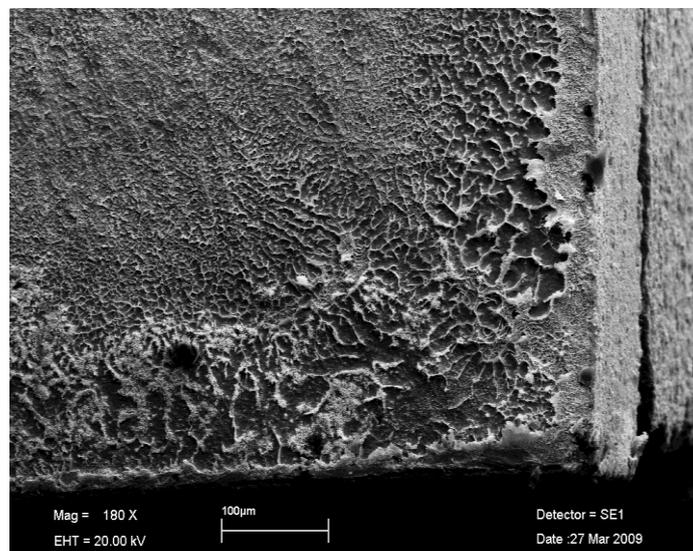


Figura 2- MEV do Bis Cem (aumento 180x). Fratura adesiva.

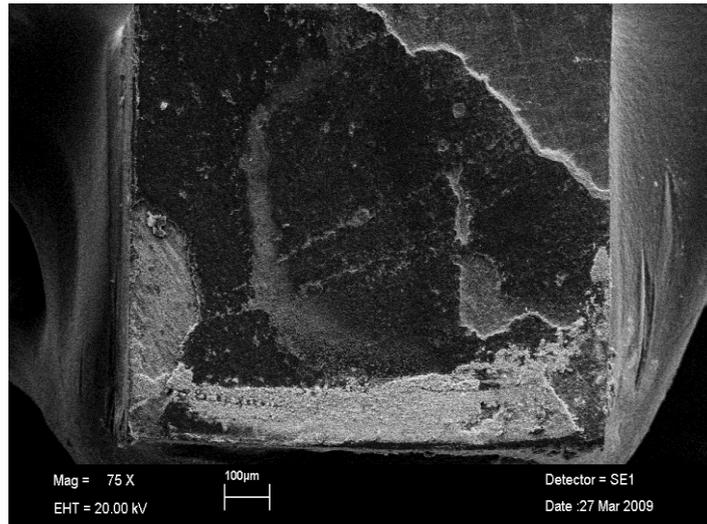


Figura 3- MEV do Rely X ARC (aumento 75x). Fratura mista.

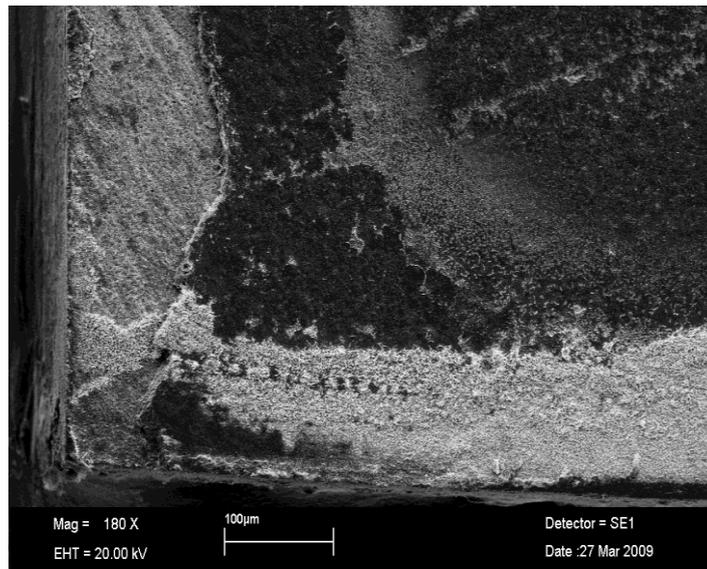


Figura 4- MEV do Rely X ARC (aumento 180x). Fratura mista.

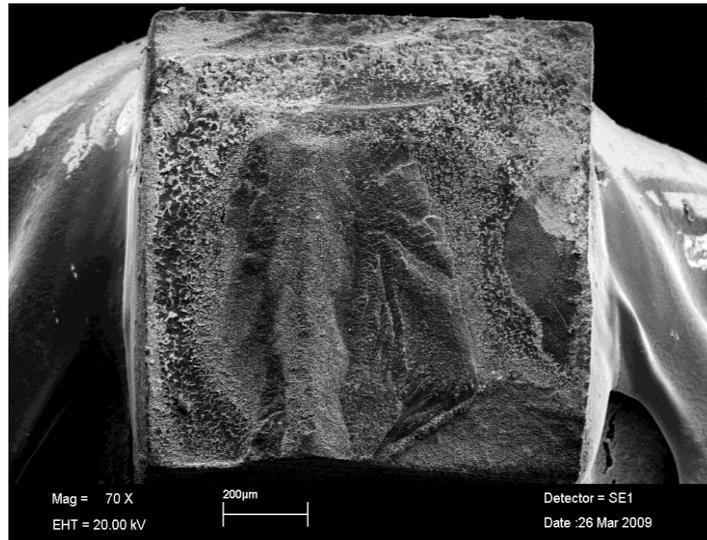


Figura 5- MEV do Clearfil Esthetic Cement System (aumento 70x) .
Fratura coesiva.

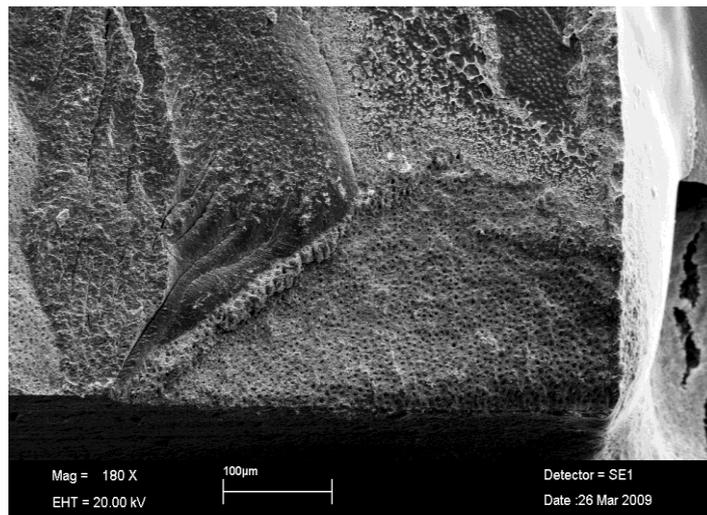


Figura 6- MEV do Clearfil Esthetic Cement System (aumento 180x).
Fratura coesiva.

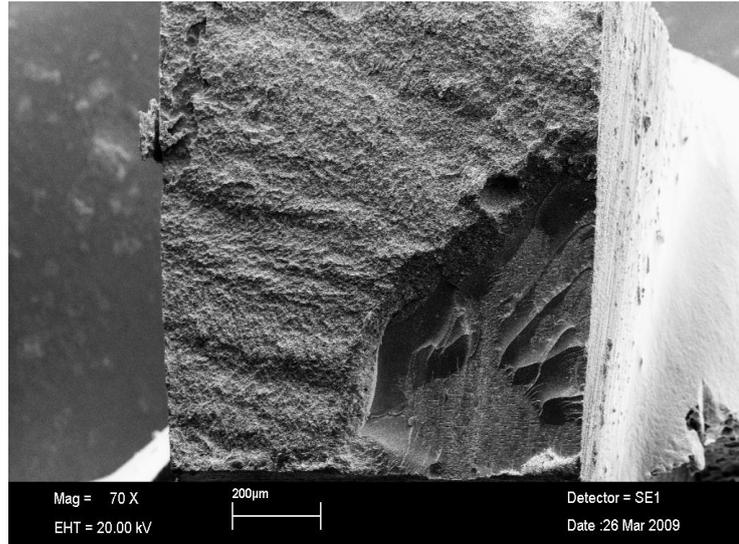


Figura 7- MEV do Clearfil SE Bond + Clearfil Esthetic Cement (70x) – Fratura coesiva.

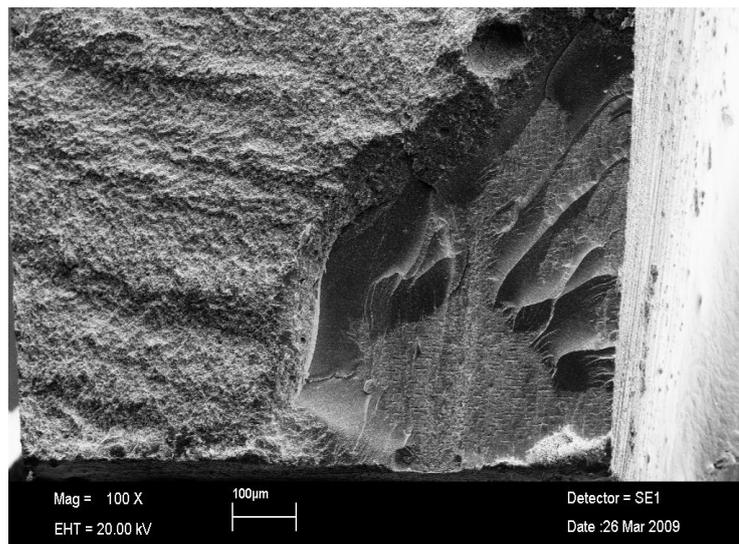


Figura 8- MEV do Clearfil SE Bond + Clearfil Esthetic Cement (100x). Fratura coesiva.

REFERÊNCIAS

BLATZ , M.B. Long-term success of all-ceramic posterior restorations. **Quintessence Int** , 33: p.415-26, 2002.

BLATZ, M.B; SADAN, A; KERN, M. Resin-ceramic bonding: a review of the literature. **J Prosthet Dent** , 89: p.268-74, 2003

BORGES, G.A; MIRANZI, B.A.S; AGARWAL, P; PLATT, J.A; VALENTINO, T.A; SANTOS, P.H. Influence of different ceramics on resin cement Knoop Hardness number. **Operative Dentistry** ,33-6: p.624-630, 2008.

BRAGA, RR; CÉSAR, PF; GONZAGA, CC. Tensile bond strength of filled and infilled adhesives to dentin. **Am J Dent**,13: p.73-6, 2000.

BRAGA, RR; CÉSAR, PF; GONZAGA, CC. Mechanical properties of resin cements with different activation modes. **J Oral Rehabil**, 29: p. 257-62, 2002.

CANTORO, A; GORACCI, C; CARVALHO, C.A; CONIGLIO, I; FERRARI, M. Bonding potential of self-adhesive luting agents used at different temperatures to lute composite onlays. **J of Dentistry**,37: p.454-461, 2009.

CARVALHO, RM; PEGORARO ,TA; TAY, FR; PEGORARO, LF; SILVA, NRFA; PASLEY, DH. Adhesive permeability affects coupling of resin cements that utilize self-etching primers to dentine. **J Dent**, 32: p. 55-65, 2004.

CHEN, J.H; MATSUMURA, H; ATSUTA, M. Effect of different etching periods on the bond strength of a composite resin to a machinable porcelain. **J Dent** 26: p.53-8, 1998.

DELLA BONA, A; ANUSAVICE, KJ; SHEN,C. Microtensile strength of composite bonded to hot-pressed ceramics. **J Adhes Dent**, 2: p.305-13, 2000.

DE MUNCK, J; VAN LANDUYT, K; PEUMANS, M; POITEVIN, A; LAMBRECHTS, P; BRAEM, M; VAN MEERBEEK, B. A critical review of the durability of adhesion to tooth tissue: Methods and Results. **J Dent Res**, 84(2): p. 118-132, 2005.

FRANKENBERGER,R; SINDEL,J; KRAMER,N; PETSCHULT,A. Dentine bond strength and marginal adaptation : direct composite resins vs ceramic inlays.**Oper Dent**,24: p.147-55, 1999.

HALLER,B; HASSNER,K; MOLL,K. Marginal adaptation of dentine bonded ceramic inlays: effects of bonding systems and luting resin composites. **Oper Dent**,28: p. 574-84, 2003.

HIKITA, K; VAN MEERBEEK, B; DE MUNCK, J; IKEDA, T; VAN LANDUYT,K; MAIDA, T. Bonding effectiveness of adhesive luting agents to enamel and dentin. **Dental Materials** , 23: p.71-80, 2007.

HONDRUM, S.O. A review of the strength properties of dental ceramics. **J Prosthet Dent** , 67: p. 859-64, 1992.

ITTHAGARUN, A; TAY FR. Self-contamination of deep dentin by dentin fluid. **Am J Dent**, 13: p.195-200, 2000.

LAWN, B.R; PAJARES, A; ZHANG ,Y; DENG,Y; POLACK, M.A; LLOYD, I.K; REKOW, E.D & THOMPSON, V.P. Materials design in the performance of all-ceramic crowns. **Biomaterials** , 25(14): p. 2885-2892, 2004.

MAK ,Y.F; LAI, S.C.N; CHEUNG, G.S.P; CHAN, A.W.K; TAY ,F.R; PASHLEY, D.H. Micro-tensile bond testing of resin cements to dentin and indirect resin composite. **Dent Mater** ,18: p. 609-21,2002.

MAZZITELLI,C; MONTICELLI,F; OSORIO,R; CASUCCIA,A; TOLEDANO,M; FERRARI,M. Effect of simulated pulpal pressure on self-adhesive cements bonding to dentin. **Dent Mater** 24: p.1156-1163, 2008.

MCLEAN ,J.W; HUGHES, T.H. The reinforcement of dental porcelain with ceramic oxides. **Br Dent J** , 119: p.251-67,1965.

MONTICELLI ,F; OSÓRIO,R; MAZZITELLI,C; FERRARI,M; TOLEDANO,M. Limited Decalcification/ Diffusion of self-adhesive cements into dentin. **J Dent Res**, 87(10): p.974-979, 2008.

PASHLEY, DH; CARVALHO ,RM; SANO,H; NAKAJIMA, M; YOSHIYAMA, M; SHONO, Y; FERNANDES, CA; TAY, F. The microtensile Bond test: a review. **J Adhes Dent**,1: p.299-309, 1999.

PATEL, MP; JOHNSTONE, MB; HUGHES, FJ; BRADEN, M. The effect of two hydrophilic monomers on the water uptake of a heterocyclic methacrylate system. **Biomaterials**, 22: p.81-6, 2001.

TAKAHASHI, A; SATO, Y; UNO, S; PEREIRA, PNR; SANO, H. Effects of mechanical properties of adhesive resins on bond strength to dentin. **Dental Mater**, 18: p.263-68, 2002.

TAY, FR; PASHLEY, DH; KING, NM; CARVALHO, RM; TSAI, J; LAI, SCN; ET AL. Aggressiveness of self-etch adhesives on unground enamel. **Oper Dent**, 29: p.309-16, 2004.

VAN LANDUYT, KL; PEUMANS, M; DE MUNCK, J; LAMBRECHTS, P; VAN MEERBEEK, B. Extension of a one-step self-etch adhesive into a multi-step adhesive. **Dental Materials**, 22: p.533-44, 2006.

YEN, T.W; BLACKMAN, R.B; BAEZ, R.J. Effect of acid etching on the flexural strength of a feldspathic porcelain and a castable glass ceramic. **J Prosthet Dent**, 70: p.224-33, 1993.

CAPÍTULO 2

THE EFFECT OF SURFACE TREATMENTS ON THE MICRO SHEAR BOND STRENGTH OF A RESIN LUTING AGENT AND FOUR ALL-CERAMIC SYSTEMS

ABSTRACT

Objective. The aim of this study was to evaluate the micro shear bond strength between a resin luting agent and four strengthened all-ceramic systems under different surface treatments.

Methods. Rectangular specimens of IPS Empress 2 (Ivoclar-Vivadent), Cergogold (DeguDent), In Ceram Alumina (Vita) and Cercon (DeguDent) ceramics were fabricated and randomly divided in 3 groups: 1- no treatment; 2- etched with 9.5% hydrofluoric acid and 3- airborne-particle abraded with 50 μm aluminum oxide particles. The ceramic surfaces of the specimens were coated with a silane agent (Clearfil Porcelain Bond, Kuraray), and then bonded with a resin luting agent (Panavia F, Kuraray). A micro shear bond test was carried out to measure the bond strength. Moreover, each ceramic surface was observed morphologically by scanning electron microscopy. The results were submitted to analysis of variance and Tukey's post-hoc analysis ($p < 0.05$).

Results. The bond strength of all ceramic systems evaluated was affected by the surface treatments ($p < 0.05$). The highest values for bond strength of IPS Empress 2 were found when the surface treatment used was hydrofluoric acid etching, followed by airborne particle abrasion treatment. On the other hand, airborne particle abrasion treatment and acid etching were not different for Cergogold and In Ceram Alumina ceramics, but they were higher when compared to the control ($p < 0.05$). The highest bond strength to Cercon was found when it was treated with airborne particle abrasion with aluminum oxide. The SEM photographs showed that the hydrofluoric acid etching treatment affected the surface of IPS Empress 2 and Cergogold, however, Cercon and In Ceram surface morphology was not changed by the hydrofluoric acid etching. The airborne particle abrasion treatment altered Cercon ceramic morphology, but did not change the other ceramic's surface.

Clinical implications. The bond strength between ceramics and a resin luting agent is affected by the ceramic surface treatment and this is dependent on the ceramic composition.

Keywords: Dental material; resin luting agent, cementation; surface treatment; shear bond strength; acid etching; sandblast

Running heads: bond strength of a resin luting agent and four all-ceramic systems

Introduction

With ever-increasing cosmetic demands, it is paramount to use all the resources available to dental care professionals. Dental ceramics have become an increasingly popular choice for achieving natural-looking restorations and an appropriate material to simulate destroyed or missed dental structure.^{1,2} These materials have desirable characteristics such as chemical stability, biocompatibility, high compressive strength, and a coefficient of thermal expansion similar to that of tooth structure.³⁻⁶

Many different all-ceramic systems have been marketed with dissimilar compositions and distinct laboratory techniques. Many of these have improved mechanical properties and provide improved esthetics.^{7,8} Included among these strengthened ceramics are In-Ceram Alumina (Vita Zahnfabrik, Seefeld, Germany), IPS Empress 2 (Ivoclar-Vivadent, Schaan, Liechtenstein), Cergogold (Degudent, Hanau, Germany), and Cercom (Degudent, Hanau, Germany).

Even though these materials provide for higher clinical confidence, they are highly dependent upon the cementation process for clinical success. Many of these restorations may be cemented with zinc phosphate, glass ionomer, or resin composite luting agents with the success of the luting process dependent upon the composition of the ceramic material.⁸ Zinc phosphate and glass ionomer cements utilize the principle of mechanical retention to bond ceramics to the tooth structure. However, when the mechanical retention is compromised, a resin adhesive luting system is recommended.^{5,8}

The bonding of the resin luting agent to tooth structure is enhanced by acid etching of the enamel and/or dentin and by the use of a dental adhesive.^{9,10} The silicate based ceramic surfaces are etched, often using hydrofluoric acid, which changes its microstructure by dissolution of one of the glassy phases of porcelain and creating an appropriate microstructure for bonding.¹¹⁻¹⁴ Another pre-bonding treatment for ceramic surfaces is airborne aluminum oxide particle abrasion^{15,16} which similarly changes the microstructure of the ceramic surface. The luting agent – silicate ceramic interaction can be enhanced by application of a silane coupling agent.

These agents are capable of forming chemical bonds between the inorganic phase of the silicate ceramic and the organic phase of the resin. However, previous studies have shown that all-ceramic restorations based on densely sintered high-purity alumina or zirconia and glass infiltrated aluminum oxide not only resist forming micro retentive surfaces after

hydrofluoric acid etching, but also that silanating the surfaces does not promote chemical interaction with the resin material.^{17-23,25,28}

The aim of this study was to evaluate the micro shear bond strength of different surface treatments between strengthened ceramics and a resin luting agent. Additionally, the conditioned ceramic surfaces were evaluated using scanning electron microscopy (SEM). The null hypothesis was that the surface treatment would have no influence on the shear bond strength of different ceramic compositions.

Materials and Methods

Specimen fabrication

Compositions of the resin cement, the ceramic systems, and the porcelain primer used are listed in Table 1.

Twelve rectangular ceramic specimens were fabricated for each ceramic system as follows: a) IPS Empress 2 (Ivoclar-Vivadent, Schaan, Liechtenstein): Wax patterns 15 mm in length, 10 mm in width, and 1 mm in thickness were sprued and invested in IPS Empress 2 Speed investment. The wax was eliminated in a burnout furnace (700-5P; EDG Equipments Ltda, São Carlos, Brazil). The investment, plunger, and 2 ingots of IPS Empress 2 (shade 300) were transferred to a furnace (EP 500, Ivoclar-Vivadent, Schaan, Liechtenstein) and the ceramic automatically pressed in accordance with manufacture's instructions.

After cooling to room temperature, the specimens were divested with 50- μ m glass beads at 2-bar pressure, ultrasonically cleaned in a special liquid (Invex liquid; Ivoclar-Vivadent), washed in running water, and dried. They were then treated with airborne particle abrasion using 100- μ m aluminum oxide at 1-bar pressure. b) Cergogold (Degussa Dental, Hanau, Germany): Wax patterns of 15 mm in length, 10 mm in width, and 1 mm in thickness were invested (Cergofit investment; Degussa Dental) and allowed to set. It was then placed in a burnout furnace to eliminate the wax.

The Cergogold ingots (shade A3) were pressed in an automatic press furnace (Cerampress Qex, Ney Dental Inc, Bloomfield, Conn.). After cooling, the specimens were divested using 50- μ m glass beads at 4-bar pressure, followed by airborne particle abrasion using 100- μ m aluminum oxide at 2-bar pressure, to remove the refractory material. The specimens were then treated with airborne abrasion using 100- μ m aluminum oxide at 1-bar

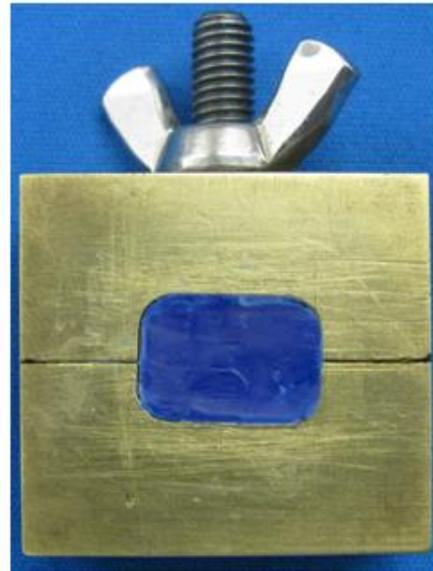
pressure. c) In-Ceram Alumina: (Vita Zahnfabrik, Seefeld, Germany) a model of stainless steel (30 x 20 x 5 mm) with a rectangular central depression (15 x 10 x 1 mm) was obtained (fig 1 e 2). An impression of this model was made with polyvinyl siloxane, and then duplicated in plaster (Special plaster; Vita Zahnfabrik, Bad Sackingen, Germany). The aluminum oxide powder was mixed with a special liquid as instructed by the manufacturer.

The slurry mixture was then painted into the depression of the special die and fired at 1120° C in the furnace (Inceramat II; Vita Zahnfabrik) for 10 hours. Glass infiltration was achieved by coating the aluminum oxide framework with glass powder (silicate-aluminum-lanthanum) mixed with distilled water, and fired for 4 hours at 1100° C. The excess glass was removed by use of a fine-grained diamond (Renfert, Hilzingen, Germany) followed by airborne particle-abrasion using 100-µm aluminum oxide at a pressure of 3-bar. d) Cercon (DeguDent, Hanau, Germany): Wax patterns of 15 mm in length, 10 mm in width, and 1 mm in thickness were obtained. The wax model was placed in the Cercon brain unit for scanning.

A confocal laser system measured the wax to a precision of $10 \mu\text{m} \pm 2 \mu\text{m}$, scanning was accomplished in 4 minutes. A Cercon base blank of pre-sintered zirconia was milled and then sintered to a fully dense structure in the Cercon heat at 1350° C for 6 hours. The specimens were finished under refrigeration, followed by airborne particle-abrasion with 100-µm aluminum oxide at a pressure of 3-bar.



**Fig 1 – Model of stainless steel
(30x 20x5 mm).**



**Fig 2 – Wax patterns in the rectangular
central depression (15x10x1 mm).**

Bonding procedure

Nine rectangular specimens of each ceramic system were divided into three groups (3 specimens for each group) according to surface treatment: Group 1: specimens without additional surface treatment (controls); Group 2: specimens treated with 9.5% hydrofluoric acid (Ultradent, South Jordan, Utah) etching (20 seconds for IPS Empress 2, 60 seconds for Cergogold, and 2 minutes for In-Ceram Alumina and Cercon, according to the manufacturer's instructions.

After etching, each specimen was washed under running tap water for 1 minute, ultrasonically cleaned in a water bath for 10 minutes, and then air-dried; Group 3: specimens treated with airborne particle abrasion using 50- μ m aluminum oxide for 15 seconds at 4-bar pressure. The distance of the tip from the ceramic surface was approximately 4 mm. These specimens were washed under running tap water for 1 minute, ultrasonically cleaned in a water bath for 10 minutes, and air-dried.

After the pretreatment, each ceramic surface received a mixture of acidic primer and silane agent (Clearfil Porcelain Bond, Kuraray Co; Osaka, Japan) for 20 seconds. In order to prepare the resin cement cylinder for cementation, equal lengths of Panavia Fluoro Cement (Kuraray Co., Tokyo, Japan) A and B pastes were mixed for 10 seconds and then used to fill an iris that was cut from micro bore Tygon tubing (TYG-030, Small Parts Inc., Miami Lakes,

FL) (Fig.7) with an internal diameter and height of approximately 0.75 and 0.50 mm, respectively (Fig.3).²⁴

The Tygon tubing containing resin luting agent was put on the ceramic surface and photo-cured for 40 seconds (Fig.8). In this manner, each ceramic surface was bonded at five different locations with the resin cylinders (Shimada et al., 2002)²⁴ (fig. 4).The assembly of ceramic plus resin luting agent was stored at room temperature ($23^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$) for 1 hour prior to removal of the Tygon tubing, then, the specimens were immersed in distilled water at 37°C for 24 hours before proceeding to the micro shear bond test.



Fig 3 – Micro bore tygon tubing on the ceramic surface.



Fig 4 – Five resing luting agent cylinders on the ceramic surface.

Micro shear bond test

Before the test, all the ceramic/resin cylinder interfaces were checked under an optical microscope 20 X (Olympus, Tokyo, Japan) for bonding defects. The cylinders that showed apparent interfacial gap formation, bubble inclusion, or any other defects were excluded and replaced by another one. Fifteen sets of ceramic/resin luting agents were used for each test group.

Each ceramic/resin luting agent assembly was affixed to the testing device using cyanoacrylate adhesive (Superbond, Loctite, Sao Paulo, Brazil), which in turn was placed in a universal testing machine (EMIC DL-3000, São José dos Pinhais, PR, Brazil) for shear bond testing (Fig. 5). An edge of stainless steel with 0.5 mm thickness was fixed on the superior part of the testing machine (EMIC DL3000, Sao Jose dos Pinhais, Brazil), and was gently adapted against the ceramic/resin luting agent interface. A shear force was applied to each specimen at a cross-head speed of 0.5 mm/min until failure occurred (fig. 6).

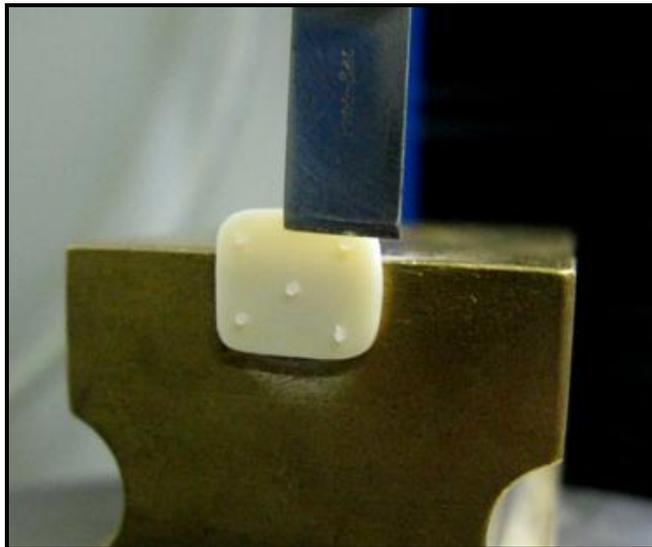


Fig 5 – Microshear bond testing.

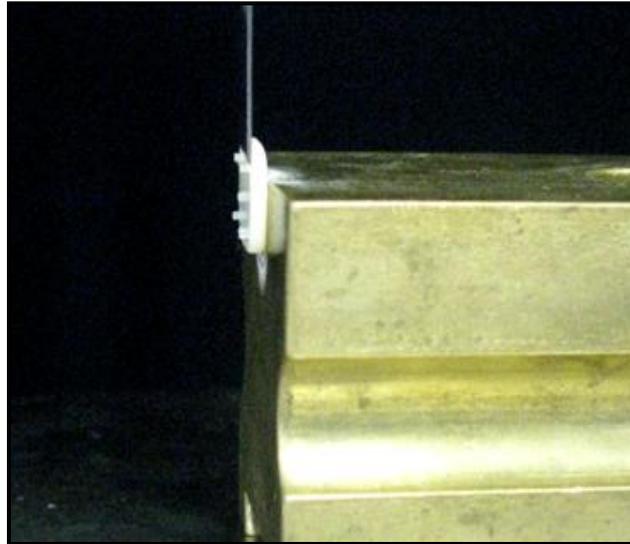


Fig 6 - Microshear bond testing.

The data were statistically analyzed using 2-way ANOVA and multiple comparisons were made using Tukey's test. Statistical significance was set at $\alpha = 0.05$.

The remainder of the specimens (one for each system) were gold coated with a sputter coater (Balzers-SCD 050; Balzers Union Aktiengesellschaft Fürstentum, Liechtenstein) for 180 seconds at 40 mA and they were examined using scanning electron microscopy (LEO 435 VP; Cambridge, England) at 20 Kv, by the same operator.

Results

The 2-way ANOVA revealed that there were significant differences for bond strength between surface treatments ($p < 0.001$). Moreover, an interaction between ceramics and treatments was observed (Table 2).

The surface treatment values, for the hydrofluoric acid, or the sandblast were statistically different from the control groups for all the ceramics. The zirconium ceramic (Cercon) surface treated with hydrofluoric acid showed the lowest bond strength values in comparison to the other ceramics systems evaluated ($p < 0.05$) (Table 3). The highest bond strength to this ceramic was found when it was treated with airborne particle abrasion using aluminum oxide (Table 3). Even for In-Ceram ceramic, the highest bond strength was obtained with airborne particle abrasion. IPS Empress 2 and Cergogold ceramics showed better results when their surfaces were treated with hydrofluoric acid etching ($p < 0.05$).

The SEM photographs showed that treatment with 50- μ m aluminum oxide airborne particle abrasion modified the surface topography of all ceramics evaluated by increasing the irregularities on the surface (Fig 9-12 B).

Hydrofluoric acid etching the surface of IPS Empress 2 produced elongated crystals with shallow irregularities (Fig 9 C) and a honeycomb like surface topography for Cergogold ceramic (Fig 10 C). On the other hand, hydrofluoric acid etching the surface of In-Ceram Alumina and Cercon did not change their superficial structure when compared with the control group (Fig 11 C and 12 C).

Discussion

The null hypothesis of this study that the surface treatment had no influence on the shear bond strength of different ceramics composition was rejected. In the current research different surface treatments were applied to four different ceramics for the purpose of comparing and evaluating which surface treatments are more efficient in relation to micro shear bond strength. The results showed that the micro shear bond strength varied not only as a function of the surface treatments, but also as a function of ceramic composition.

Dental laboratories customarily use 100- μ m aluminum oxide particles to remove the refractory investment.²⁵ This may promote morphologic alteration of the ceramic surface, resulting in an increased number of potential retention areas; however, abrasion with a smaller particle may result in a better bond.²⁵

For this reason, after the laboratory procedures, additional airborne particle abrasion was performed using 50- μ m aluminum oxide particles. For all ceramics evaluated, this treatment changed the surface topography by making the micro porosities deeper (FIG. 9-12 B), which is consistent with the higher micro shear bond strengths in comparison to the control. The morphological pattern obtained with 50- μ m aluminum oxide particles was more effective for the micromechanical bonding compared to the airborne particle abrasion with 100- μ m aluminum oxide particles, accordance finding consistent with other studies.¹⁵⁻²¹

Using 9.5% hydrofluoric acid etching changed the surface topography of IPS Empress 2 and Cergogold ceramics, creating a topography similar to a honeycomb for Cergogold (Fig. 10 C) and elongated crystals with shallow irregularities for IPS Empress 2 (Fig 9 C). The chemical etching process can be explained by the preferential reaction of the hydrofluoric acid with the silica phase of the feldspathic ceramic to form hexafluorosilicates

which are removed by rinsing with water.¹³ The final result is a surface rich in irregularities for micromechanical retention.¹⁵

The topographical alterations of the silicate based ceramic surfaces treated with hydrofluoric acid results in an increase in surface area due to the formation of irregularities¹⁵ which, in turn, contributes to increased wettability of the ceramic by the silane agent.²⁶ Moreover, other researchers have observed the morphological alteration of the ceramic surface with an increase in the surface porosities.²⁷⁻²⁹

Furthermore, it could be suggested that hydrolytic degradation during storage is more intense with less surface area interaction between the luting agent and the ceramic. This would have been true for the specimens that received airborne particle abrasion in relation to hydrofluoric acid etching, since the irregularities obtained by the acid are deeper, thus better protecting the resin luting agent from the degradation process.²¹

Even though some researchers^{15,20,18} have shown that In Ceram Alumina is not altered by hydrofluoric acid and that this treatment is not enough to promote any difference in bond strength, the current results showed that the micro shear bond strength was increased after this treatment. The shallow irregularities observed in the control group were also found after hydrofluoric acid etching.

Alumina represents 85% by weight of In-Ceram Alumina and the structure is infiltrated by lanthanum-aluminum-silicate glass containing less than 5% of silica by weight. As the silica phase is the only phase able to be etched by hydrofluoric acid, the etching was able to only create a minimal area of roughness. The micro shear bond strength obtained with hydrofluoric acid etching was statistically superior to the control.

For Cercon, the airborne particle abrasion with 50- μ m aluminum oxide promoted a greater micro shear bond strength that was statistically superior to the control and acid etching treatments. The micrograph shows that this surface treatment was richer in micro porosities for this ceramic (Fig 12 B) which is consistent with the bond strength results (Table 3). It has been shown that sandblasting results in a stronger bond than acid treatment on the zirconium based ceramics.¹⁹

However, some studies have shown that sandblasting is not the best option to treat the zirconium based ceramic and it has been suggested that silica coating application is the better option.^{18,22,28} These authors concluded that a silica coating on the ceramic surface achieves a chemical interaction with the resin cement similar to the silica based ceramics.

It is important to observe that even though no statistical differences were found among Cercon, IPS Empress and In Ceram Alumina when sandblasted, the bond strength

value for Cercon ceramic is almost double that of the control group; for IPS Empress the value relative to the control group increased 30% and for In Ceram Alumina 50%. The same can be observed for Cergogold when etching with hydrofluoric acid that demonstrated a doubled value.

Panavia F contains the phosphate monomer (MDP) . When used on sandblasted zirconia surfaces, Panavia F has been shown to have bond strengths that are statistically higher than the bond strengths for other cements.¹⁸ These results are consistent with a previous study that used Panavia F and showed better resin bonding to air-particle abraded alumina ceramic.⁸ Therefore, the combination of sandblasting and Panavia F could be a good option when luting these ceramics.

In the present study micro-shear bond testing¹¹ was performed. This methodology consists of small bonding areas, and compared to the micro-tensile bond test, trimming of the sample after the bonding procedure is not necessary. Preparing the specimens for this test is relatively straightforward and multiple samples, even using brittle materials, can easily be made. In spite of the fact that Shimada et al²⁴ originally indicated the use of a wire to carry out the micro shear test, a pilot study indicated no difference using a wire or a stainless steel edge.

Even though *in vitro* studies aim to reflect *in vivo* conditions, the intraoral environment is complicated and has not been entirely replicated. A further limitation of this study was that it was carried out in a different condition than what occurs in a dental office. Therefore, more studies are needed to confirm these findings and to determine the impact of long term conditions using these treatments.

Conclusions

The micro shear test showed that air abrasion treatment effectively increases the bond strength between a resin luting agent and the ceramics evaluated in this study.

For the evaluated materials, hydrofluoric acid etching is not an effective treatment for a zirconia ceramic surface as demonstrated by a decreased bond strength between the zirconia ceramic and resin luting agent.

Table 1. Material type, brand name, manufacturer, and composition of materials.

Material type	Brand name	Manufacturer	Composition
Lithium disilicate ceramic	IPS Empress 2	Ivoclar-Vivadent	SiO ₂ , Al ₂ O ₃ , La ₂ O ₃ , MgO , ZnO , K ₂ O , Li ₂ O , P ₂ O ₅
Feldspathic ceramic	Cergogold	Degussa Dental	SiO ₂ , Al ₂ O ₂ , K ₂ O, Na ₂ O, CaO
Zirconia ceramic	Cercon	DeguDent	9ZrO ₂ stabilized by Y ₂ O ₃
Alumina ceramic	In Ceram Alumina	Vita Zanafabrik	Al ₂ O ₃ , La ₂ O ₃ , SiO ₂ , CaO, other oxides
Resin Luting agent	Panavia F	Kuraray	PasteA: Silanated silica, microfiller, DP, dimethacrylates, photo/chemical initiator Paste B: Silanated barium glass, surface-treated NaF, dimethacrylates, chemical initiator
Porcelain Primer	Clearfil Porcelain Bond	Kuraray	Bisphenol A polyethoxy dimethacrylate 3-Methacryloyloxypropyl trimethoxysilane

* Manufactures information

Table 2. Two-way ANOVA comparison for ceramics and surface treatments

Source of variation	D.F.	Sum of Square	Mean square	F value	P
Ceramics	3	34.07	11.36	44.65	<.001
Treatments	2	30.50	15.25	59.90	<.001
Ceramics X Treatments	6	35.10	5.85	22.97	<.001
Residual	168	42.77	0.26		
Total	179	142.44	0.80		

Table 3. Shear bond strength (MPa) of ceramics in accordance with surface treatment (Mean \pm Sd; n=15).

Ceramics	Surface Treatment		
	Control	Hydrofluoric acid	Air abrasion
IPS Empress 2	19.18 \pm 4.2 A, a	32.28 \pm 2.6 C, a	26.98 \pm 3.4 B, a
Cergogold	11.39 \pm 3.6 A,b	22.80 \pm 3.7 B, b	19.97 \pm 4.7 B, b
In Ceram	16.07 \pm 4.5 A, cb	20.85 \pm 4.2 B, b	23.02 \pm 5.0 B, ab
Cercon	13.30 \pm 5.0 B, c	9.04 \pm 2.5 A, c	25.08 \pm 6.0 C, a

Distinct capital letter within row denote significant differences among treatments; lower case letters within column among ceramics, $P < .05$ (Tukey's test).

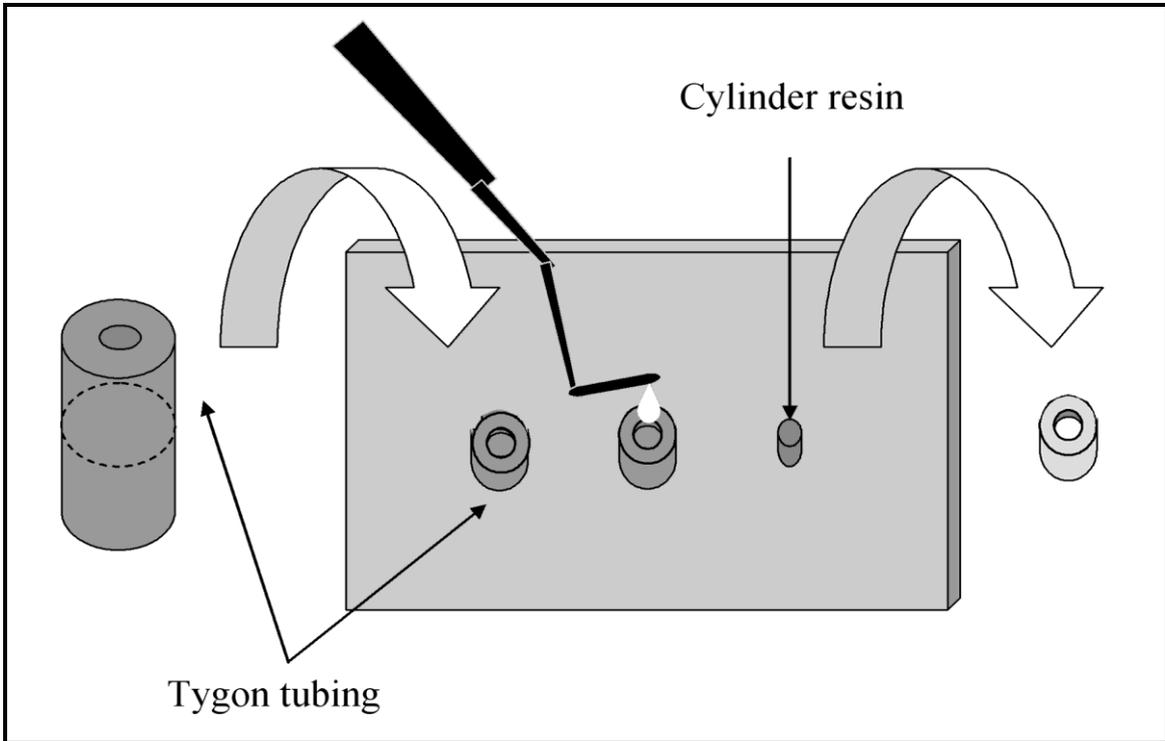


Figure 7.

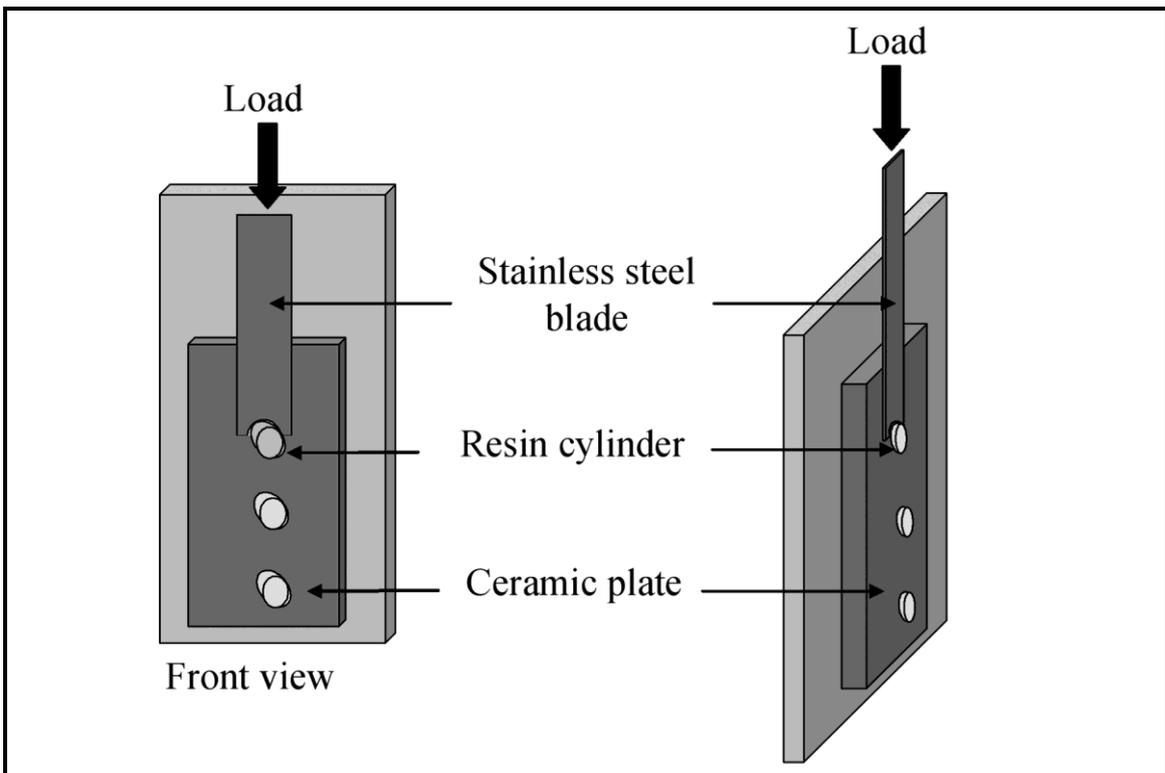


Figure 8.

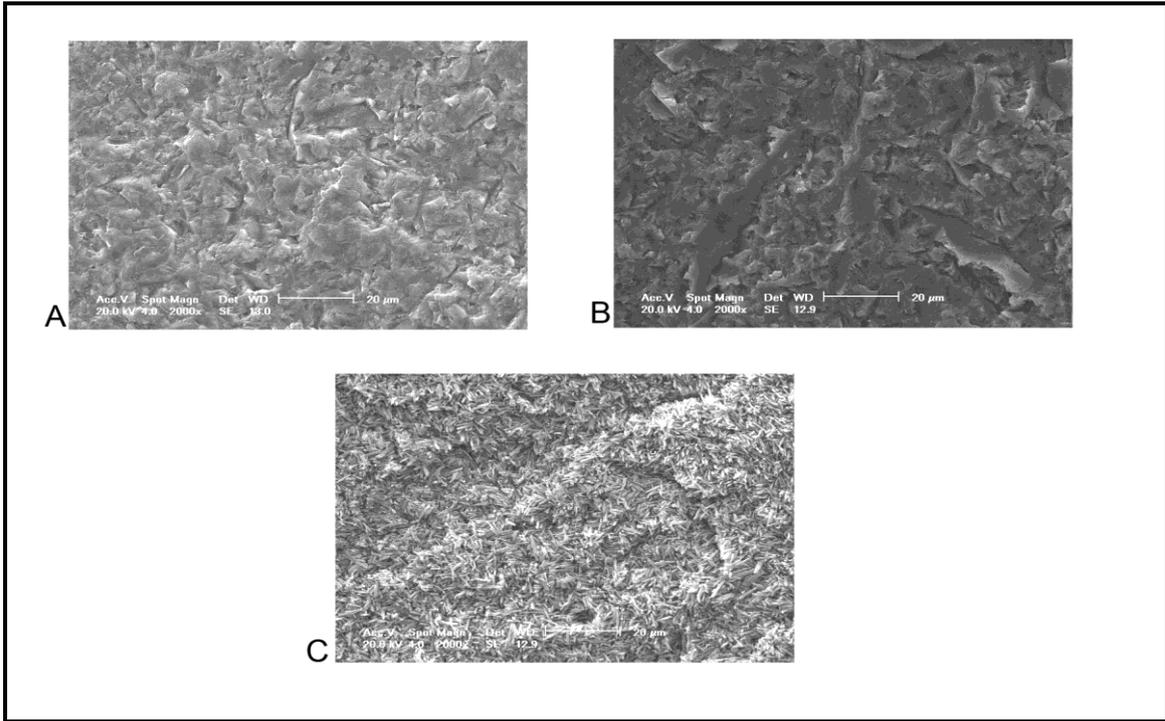


Figure 9.

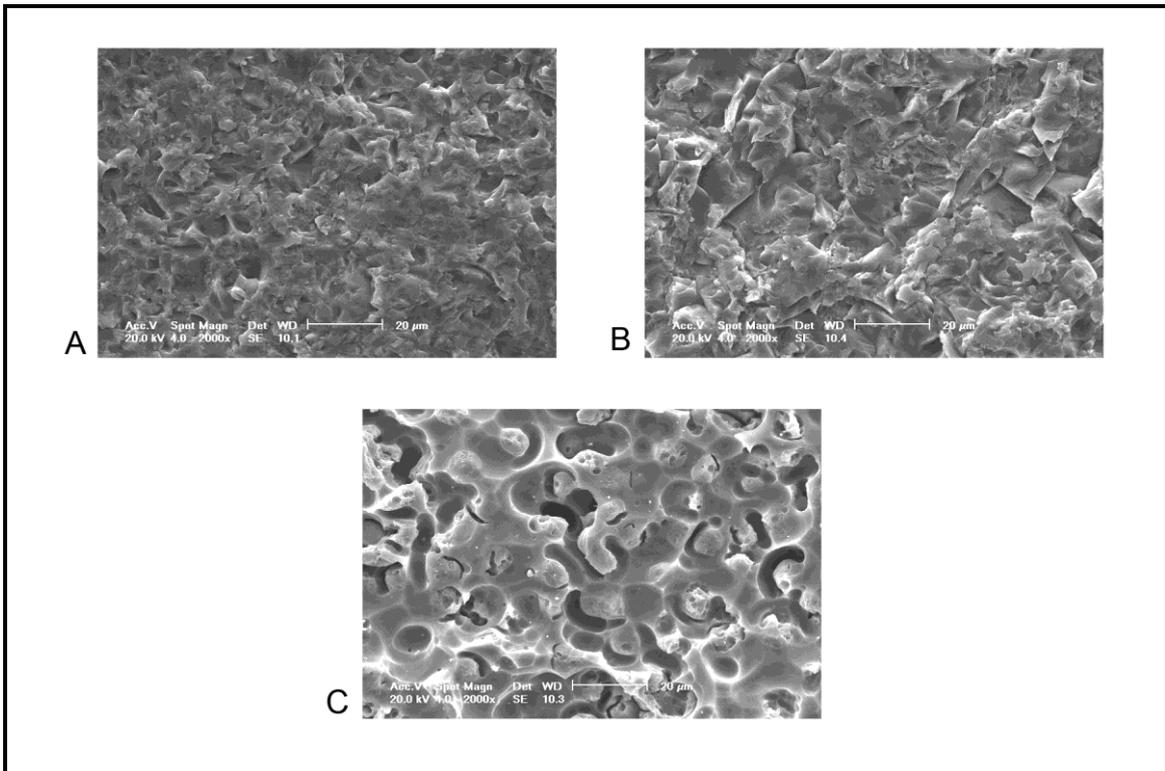


Figure 10.

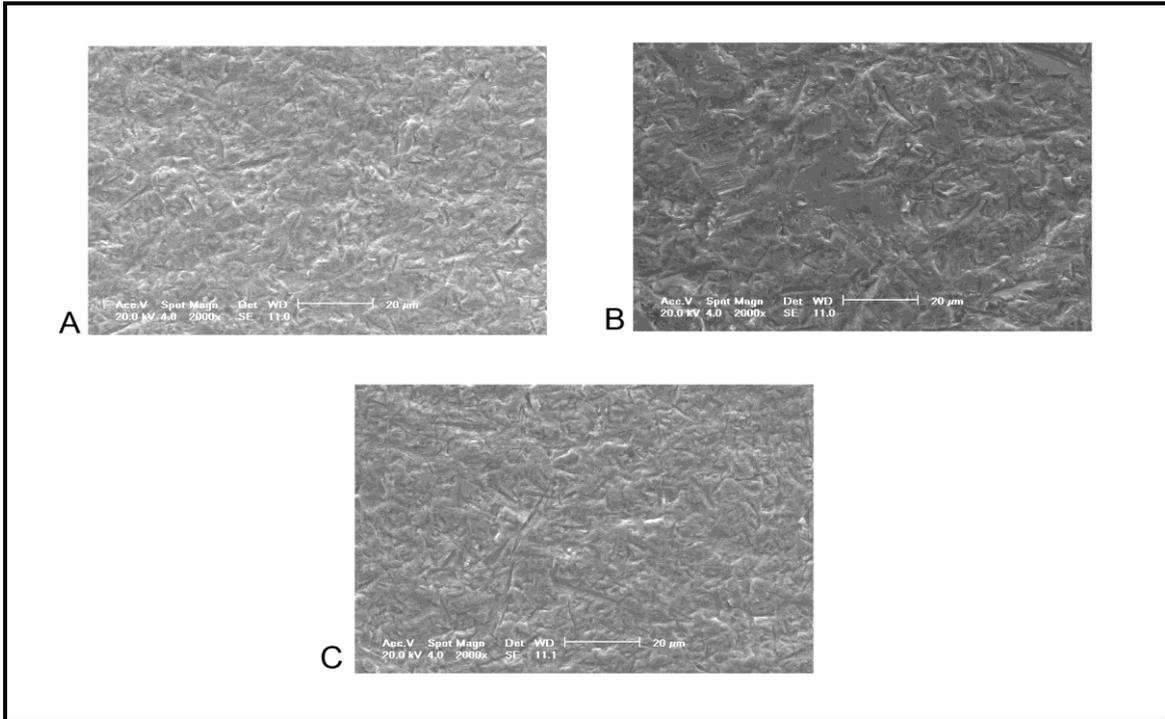


Figure 11.

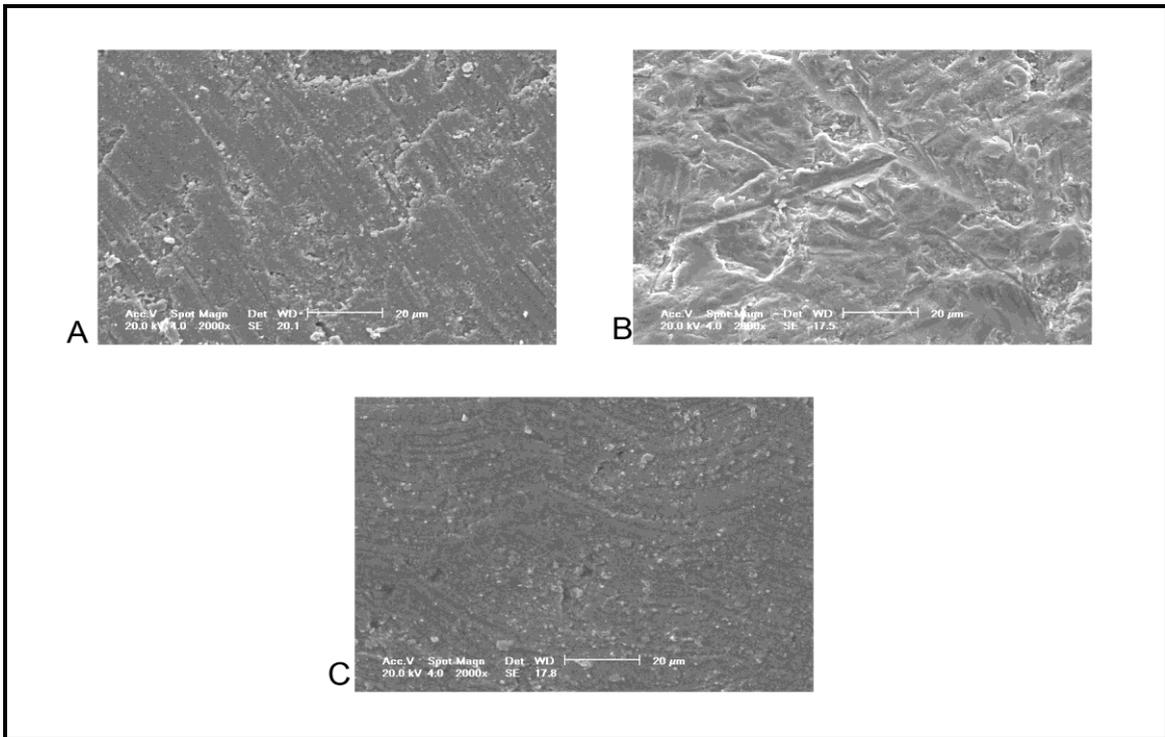


Figure 12.

Captions

Fig 7. Scheme of the bonding procedure.

Fig 8. Schematic views of the micro shear bond test.

Fig 9. SEM of IPS Empress. (a), Control. (Original magnification X 2000.), (b) Airborne particle abrasion with 50- μ m aluminum oxide for 15 seconds. (Original magnification X 2000.), (c) Etching with 9.5% hydrofluoric acid for 20 seconds. (Original magnification X 2000.)

Fig 10. SEM of Cergogold. (a), Control. (Original magnification X 2000.), (b) Airborne particle abrasion with 50- μ m aluminum oxide for 15 seconds. (Original magnification X 2000.), (c) Etching with 9.5% of hydrofluoric acid for 60 seconds. (Original magnification X 2000.)

Fig 11. SEM of In-Ceram Alumina. (a), Control. (Original magnification X 2000.), (b) Airborne particle abrasion with 50- μ m aluminum oxide for 15 seconds. (Original magnification X 2000.), (c) Etching with 9.5% hydrofluoric acid for 2 minutes. (Original magnification X 2000.)

Fig 12. (a) SEM of Cercon (a) Control. (Original magnification X 2000.) (b), Airborne particle abrasion with 50- μ m aluminum oxide for 15 seconds. (Original magnification X 2000.) (c) Etching with 9.5% of hydrofluoric acid for 2 minutes. (Original magnification X 2000.)

REFERENCES

1. Heydecke G, Thomason JM, Lund JP, Feine JS. The impact of conventional and implant supported prostheses on social and sexual activities in edentulous adults Results from a randomized trial 2 months after treatment. *J Dent* 2005;33:649-57.
2. Raptis NV, Michalakis KX, Hirayama H. Optical behavior of current ceramic systems. *Int J Periodontics Restorative Dent* 2006; 26:31-41.
3. Mitchell CA, Orr JF. Engineering properties and performance of dental crowns. *Proc Inst Mech Eng* 2005;219:245-55.
4. Chu S, Ahmad I. A historical perspective of synthetic ceramic and traditional feldspathic porcelain. *Pract Proced Aesthet Dent* 2005; 17:593-8.
5. Xible AA, de Jesus Tavares RR, de Araujo Cdos R, Bonachela WC. Effect of silica coating and silanization on flexural and composite-resin bond strengths of zirconia posts: An in vitro study. *J Prosthet Dent* 2006; 95:224-9.
6. Fradeani M, D'Amelio M, Redemagni M, Corrado M. Five-Year follow-up with Procera all-ceramic crows. *Quintessence Int* 2005; 36:105-13.
7. Hondrum SO. A review of the strength properties of dental ceramics. *J Prosthet Dent* 1992; 67: 859-64.
8. Blatz MB, Sadan A, Kern M. Resin-ceramic bonding: a review of the literature. *J Prosthet Dent* 2003; 89:268-74.
9. Nakabayashi N, Kojima K, Masuhara E. The promotion of adhesion by the infiltration of monomers into tooth substrates. *J Biomed Mater Res* 1982;16:265-73.
10. Fusayama T, Nakamura M, Kurosaki N, Iwaku M.. Non-pressure adhesion of a new adhesive restorative resin. *J Dent Res* 1979; 58:1364-1370.
11. Bitter K, Paris S, Hartwig C, Neumann K, Kielbassa AM. Shear bond strengths of different substrates bonded to lithium disilicate ceramics. *Dent Mater J* 2006; 25:493-502.

12. Kato H, Matsumura H, Atsuta M. Effect of etching and sandblasting on bond strength to sintered porcelain of unfilled resin. *J Oral Rehabil* 2000; 27:103-10.
13. Holand W, Schweiger M, Frank M, Rheinberger V. A comparison of the microstructure and properties of the IPS Empress 2 and the IPS Empress glass-ceramics. *J Biomed Mater Res* 2000; 53:297-303.
14. Beall GH. Glass-ceramics: Recent developments and application. In: Weinberg MC, editor. *Nucleation and crystallization in liquids and glasses*. *Ceram Trans* 1993;30:189 –203.
15. Borges GA, Spohr AM, Correr Sobrinho L, de Goes, M.F., Chan, D. Effect of etching and airborne particle abrasion on the microstructure of different dental ceramics. *J Prosthet Dent* 2003; 89:479-88.
16. Kumbuloglu O, Lassila LV, User A, Vallittu PK. Bonding of resin composite luting cements to zirconium oxide by two air-particle abrasion methods. *Oper Dent* 2006; 31:248-55.
17. Kern M, Thompson VP. Bonding to glass infiltrated alumina ceramic: adhesive methods and their durability. *J Prosthet Dent* 1995;73:240-9.
18. Atsu SS, Kilicarslan MA, Kucukesmen HC, Aka PS. Effect of zirconium-oxide ceramic surface treatments on the bond strength to adhesive resin. *J Prosthet Dent* 2006;95:430-6.
19. Wolfart M, Lehmann F, Wolfart S, Kern M. Durability of the resin bond strength to zirconia ceramic after using different surface conditioning methods. *Dent Mater* 2007; 23:45-50.
20. Madani M, Chu FC, McDonald AV, Smales RJ. Effects of surface treatments on shear bond strengths between resin cement and an alumina core. *J Prosthet Dent* 2000; 83:644-7.
21. Spohr AM, Sobrinho LC, Consani S, Sinhoreti MA, Knowles JC. Influence of surface conditions and silane agent on the bond of resin to IPS Empress 2 ceramic. *Int J Prosthodont* 2003; 16:277-82.
22. da Silveira BL, Paglia A, Burnett LH, Shinkai RS, Eduardo Cde P, Spohr AM. Micro-tensile bond strength between a resin cement and an aluminous ceramic treated with Nd:YAG laser, Rocatec System, or aluminum oxide sandblasting. *Photomed Laser Surg* 2005;23:543-8.

23. Filho AM, Vieira LC, Araujo E, Monteiro Junior S. Effect of different ceramic surface treatments on resin microtensile bond strength. *J Prosthodont* 2004; 13:28-35.
24. Shimada Y, Yamaguchi S, Tagami J. Micro-shear bond strength of dual-cured resin cement to glass ceramics. *Dent Mater* 2002;18:380-8.
25. Soares CJ, Soares PV, Pereira JC, Fonseca RB. Surface treatment protocols in the cementation process of ceramic and laboratory-processed composite restorations: a literature review. *J Esthet Restor Dent* 2005;17:224-235.
26. Ozden AN, Akaltan F, Can G. Effect of surface treatments of porcelain on the shear bond strength of applied dual-cured cement. *J Prosthet Dent* 1994;72:85-8.
27. Yen TW, Blackman RB, Baez RJ. Effect of acid etching on the flexural strength of a feldspathic porcelain and a castable glass ceramic. *J Prosthet Dent* 1993;70:224-33.
28. Kim BK, Bae HE, Shim JS, Lee KW. The influence of ceramic surface treatments on the tensile bond strength of composite resin to all-ceramic coping materials. *J Prosthet Dent* 2005;94:357-62.
29. Stewart GP, Jain P, Hodges J. Shear bond strength of resin cements to both ceramic and dentin. *J Prosthet Dent* 2002;88:277-84.

CONCLUSÕES GERAIS

1- As técnicas e agentes de cimentação influenciam a resistência de união entre a cerâmica e dentina humana.

2- Agentes de cimentação resinosos duais associados com sistemas adesivos convencionais ou autocondicionantes apresentam desempenho superior ao sistema autoadesivo testado.

3- O tratamento de superfície por jateamento com partículas de óxido de alumínio efetivamente aumenta a resistência de união entre as cerâmicas e o agente de cimentação resinoso.

4- O condicionamento com ácido fluorídrico não é um efetivo tratamento de superfície para cerâmica Zircônia pelo decréscimo da resistência de união entre a cerâmica e o agente de cimentação resinoso utilizado neste estudo.

REFERÊNCIAS GERAIS

ANUSAVICE, K.J. Recent developments in restorative dental ceramics. **J Am Dent Assoc**, 124: p.72-4, 76-8, 80-4, 1993.

ATSU, S.S; KILICARSLAN, M.A; KUCUKESMEN, H.C; AKA, P.S. Effect of zirconium-oxide ceramic surface treatments on the bond strength to adhesive resin. **J Prosthet Dent** ,95: p.430-6, 2006.

BEALL, G.H. Glass-ceramics: Recent developments and application. In: Weinberg MC, editor. Nucleation and crystallization in liquids and glasses. **Ceram Trans** , 30: p.189 – 203,1993.

BITTER, K; PARIS, S;HARTWIG, C;NEUMANN, K; KIELBASSA, A.M. Shear bond strengths of different substrates bonded to lithium disilicate ceramics. **Dent Mater J** ,25: p.493-502, 2006.

BLATZ , M.B. Long-term success of all-ceramic posterior restorations. **Quintessence Int** , 33: p.415-26, 2002.

BLATZ, M.B; SADAN, A; KERN, M. Resin-ceramic bonding: a review of the literature. **J Prosthet Dent** , 89: p.268-74, 2003.

BORGES, G.A; SPOHR, A.M; CORREA SOBRINHO, L; DE GOES, M.F; CHAN, D. Effect of etching and airborne particle abrasion on the microstructure of different dental ceramics. **J Prosthet Dent** , 89: p.479-88, 2003.

BORGES, G.A; MIRANZI, B.A.S; AGARWAL, P; PLATT, J.A; VALENTINO, T.A; SANTOS, P.H. Influence of different ceramics on resin cement Knoop Hardness number. **Operative Dentistry** ,33-6: p.624-630, 2008.

BRAGA, RR; CÉSAR, PF; GONZAGA, CC. Tensile bond strength of filled and infilled adhesives to dentin. **Am J Dent**,13: p.73-6, 2000.

BRAGA, RR; CÉSAR, PF; GONZAGA, CC. Mechanical properties of resin cements with different activation modes. **J Oral Rehabil**, 29: p. 257-62, 2002.

BRECKER, S.C. Porcelain baked to gold- a new medium in prosthodontics. **J Prosthet Dent** , 6: p.801-10, 1956.

BUONOCORE, M.G. A simple Method of Increasing the Adhesion of Acrylic Filling Material to Enamel Surfaces. **J Dent Res** , 34: p.849-853, 1955.

CANTORO, A; GORACCI, C; CARVALHO, C.A; CONIGLIO, I; FERRARI, M. Bonding potential of self-adhesive luting agents used at different temperatures to lute composite onlays. **J of Dentistry** ,37: p.454-461, 2009.

CARVALHO, RM; PEGORARO ,TA; TAY, FR; PEGORARO, LF; SILVA, NRFA; PASLEY, DH. Adhesive permeability affects coupling of resin cements that utilize self-etching primers to dentine. **J Dent**, 32: p. 55-65, 2004.

CHEN, J.H; MATSUMURA, H; ATSUTA, M. Effect of different etching periods on the bond strength of a composite resin to a machinable porcelain. **J Dent** 26: p.53-8,1998.

CHU, S; AHMAD, I. A historical perspective of synthetic ceramic and traditional feldspathic porcelain. **Pract Proced Aesthet Dent** , 17: p.593-8, 2005.

DA SILVEIRA, B.L; PAGLIA, A; BURNETT, L.H;SHINKAI ,R.S; SPOHR ,A.M. Micro-tensile bond strength between a resin cement and an aluminous ceramic treated with Nd:YAG laser, Rocatec System, or aluminum oxide sandblasting. **Photomed Laser Surg** , 23: p.543-8, 2005.

DELLA BONA, A; ANUSAVICE, KJ; SHEN,C. Microtensile strength of composite bonded to hot-pressed ceramics. **J Adhes Dent**, 2: p.305-13, 2000.

DE MUNCK, J; VAN LANDUYT, K; PEUMANS, M; POITEVIN, A; LAMBRECHTS, P; BRAEM, M; VAN MEERBEEK, B. A critical review of the durability of adhesion to tooth tissue: Methods and Results. **J Dent Res**, 84(2): p. 118-132, 2005.

DERAND, T; MOLIN, M; KLEVEN, E; HAAG, P; KARLSSON ,S. Bond strength of luting materials to ceramic crowns after different surface treatments. **Eur J Prosthodont Restor Dent.Mar** , 16: n.1, p.35-38, 2008.

FILHO, A.M; VIEIRA, L.C; ARAUJO,E; MONTEIRO, JUNIOR.S. Effect of different ceramic surface treatments on resin microtensile bond strength. **J Prosthodont** ,13: p.28-35, 2004.

FRADEANI, M; D'AMELIO, M; REDEMAGNI, M; CORRADO, M. Five-Year follow-up with Procera all-ceramic crows. **Quintessence Int** , 36: p.105-13, 2005.

- FRANKENBERGER,R; SINDEL,J; KRAMER,N; PETSCHULT,A. Dentine bond strength and marginal adaptation : direct composite resins vs ceramic inlays.**Oper Dent**,24: p.147-55, 1999.
- FUSAYAMA, T; NAKAMURA, M; KUROSAKI, N; IWAKU, M. Non-pressure adhesion of a new adhesive restorative resin. **J Dent Res** , 58: p.1364-1370, 1979.
- GWINNETT, A.J; MATSUI, A. A study of enamel adhesives. The physical relationship between enamel and adhesive. **Arch Oral Biol** ,12: p.1615-20, 1967.
- HALLER,B; HASSNER,K; MOLL,K. Marginal adaptation of dentine bonded ceramic inlays: effects of bonding systems and luting resin composites. **Oper Dent**,28: p.574-84,2003.
- HEYDECKE, G; THOMASON, J.M; LUND, J.P; FEINE, J.S. The impact of conventional and implant supported prostheses on social and sexual activities in edentulous adults Results from a randomized trial 2 months after treatment. **J Dent** , 33: p. 649-57, 2005.
- HIKITA, K; VAN MEERBEEK, B; DE MUNCK, J; IKEDA, T; VAN LANDUYT,K; MAIDA, T. Bonding effectiveness of adhesive luting agents to enamel and dentin. **Dental Materials** , 23: p.71-80, 2007.
- HOLAND, W; SCHWEIGER, M; FRANK, M; RHEINBERGER, V. A comparison of the microstructure and properties of the IPS Empress 2 and the IPS Empress glass-ceramics. **J Biomed Mater Res** , 53: p.297-303,2000.
- HONDRUM, S.O. A review of the strength properties of dental ceramics. **J Prosthet Dent** , 67: p. 859-64, 1992.
- ITTHAGARUN, A; TAY FR. Self-contamination of deep dentin by dentin fluid. **Am J Dent**, 13: p.195-200, 2000.
- KATO, H; MATSUMURA, H; ATSUTA, M. Effect of etching and sandblasting on bond strength to sintered porcelain of unfilled resin. **J Oral Rehabil** ,27: p.103-10, 2000.
- KERN ,M & THOMPSON, V.P. Bonding to glass infiltrated alumina ceramic: adhesive methods and their durability. **J Prosthet Dent** ,73: p.240-9, 1995.

KIM, B.K; BAE ,H.E; SHIM, J.S; LEE, K.W. The influence of ceramic surface treatments on the tensile bond strength of composite resin to all-ceramic coping materials. **J Prosthet Dent** , 94: p.357-62, 2005.

KUMBULOGLU, O; LASSILA, L.V; USER; VALLITTU,P.K. Bonding of resin composite luting cements to zirconium oxide by two air-particle abrasion methods. **Oper Dent** , 31: p.248-55, 2006.

LAWN, B.R; PAJARES, A; ZHANG ,Y; DENG,Y; POLACK, M.A; LLOYD, I.K; REKOW, E.D & THOMPSON, V.P. Materials design in the performance of all-ceramic crowns. **Biomaterials** , 25(14): p. 2885-2892, 2004.

MADANI, M; CHU, F.C; MCDONALD, A.V; SMALES, R.J. Effects of surface treatments on shear bond strengths between resin cement and an alumina core. **J Prosthet Dent** ,83: p. 644-7, 2000.

MAK ,Y.F; LAI, S.C.N; CHEUNG, G.S.P; CHAN, A.W.K; TAY ,F.R; PASHLEY, D.H. Micro-tensile bond testing of resin cements to dentin and indirect resin composite. **Dent Mater** ,18: p. 609-21, 2002.

MAZZITELLI,C; MONTICELLI,F; OSORIO,R; CASUCCI,A; TOLEDANO,M; FERRARI,M. Effect of simulated pulpal pressure on self-adhesive cements bonding to dentin. **Dent Mater** 24: p.1156-1163, 2008.

MCLEAN ,J.W; HUGHES, T.H. The reinforcement of dental porcelain with ceramic oxides. **Br Dent J** , 119: p.251-67,1965.

MITCHELL, C.A; ORR, J.F. Engineering properties and performance of dental crowns. **Proc Inst Mech Eng** , 219: p. 245-55, 2005.

MONTICELLI ,F; OSÓRIO,R; MAZZITELLI,C; FERRARI,M; TOLEDANO,M. Limited Decalcification/ Diffusion of self-adhesive cements into dentin. **J Dent Res**, 87(10): p.974-979, 2008.

NAKABAYASHI, N; KOJIMA, K; MASUHARA, E. The promotion of adhesion by the infiltration of monomers into tooth substrates. **J Biomed Mater Res** , 16: p.265-73,1982.
OSORIO, R; PISANI-PROENCA, J; ERHARDT, M.C.G. Resistance of ten Contemporary adhesives to resin–dentine bond degradation. **J Dent** , 36: p.163–169, 2008.

OZDEN, A.N; AKALTAN; F, CAN, G. Effect of surface treatments of porcelain on the shear bond strength of applied dual-cured cement. **J Prosthet Dent** , 72 : p.85-8, 1994.

PASHLEY, DH; CARVALHO ,RM; SANO,H; NAKAJIMA, M; YOSHIYAMA, M; SHONO, Y; FERNANDES, CA; TAY, F. The microtensile Bond test: a review. **J Adhes Dent**,1: p.299-309, 1999.

PATEL, MP; JOHNSTONE, MB; HUGHES, FJ; BRADEN,M. The effect of two hydrophilic monomers on the water uptake of a heterocyclic methacrylate system. **Biomaterials**,22: p.81-6, 2001

RAPTIS, N.V; MICHALAKIS, K.X; HIRAYAMA, H. Optical behavior of current ceramic systems **Int J Periodontics Restorative Dent** , 26: p.31-41, 2006.

SHIMADA, Y; YAMAGUCHI, S; TAGAMI, J. Micro-shear bond strength of dual-cured resin cement to glass ceramics. **Dent Mater** , 18: p.380-8., 2002.

SOARES, C.J; SOARES, P.V; PEREIRA, J.C; FONSECA, R.B. Surface treatment protocols in the cementation process of ceramic and laboratory-processed composite restorations: a literature review. **J Esthet Restor Dent** , 17: p. 224-35, 2005.

SORENSEN, J.A; KANG, S.K; AVERA, S.P. Porcelain-composite interface microleakage with various porcelain surface treatments. **Dent Mat** , 7: p. 118-23, 1991.

SPOHR, A.M; SOBRINHO, L.C; CONSANI, S; SINHORETI, M.A; KNOWLES, J.C. Influence of surface conditions and silane agent on the bond of resin to IPS Empress 2 ceramic. **Int J Prosthodont** , 16: p.277-82, 2003.

STEWART, GP; JAIN, P; HODGES, J. Shear bond strength of resin cements to both ceramic and dentin. **J Prosthet Dent** , 88: p.277-84, 2002.

TAKAHASHI,A; SATO,Y; UNO,S; PEREIRA,PNR; SANO,H. Effects of mechanical properties of adhesive resins on bond strength to dentin. **Dental Mater**,18: p.263-68, 2002.

TAY, FR; PASHLEY, DH; KING, NM; CARVALHO, RM; TSAI, J; LAI, SCN; ET AL. Aggressiveness of self-etch adhesives on unground enamel. **Oper Dent**,29: p.309-16, 2004.

VAN LANDUYT, KL; PEUMANS, M; DE MUNCK, J; LAMBRECHTS, P; VAN MEERBEEK, B. Extension of a one-step self-etch adhesive into a multi-step adhesive. **Dental Materials**, 22: p.533-44, 2006.

WOLFART, M; LEHMANN, F; WOLFART, S; KERN M. Durability of the resin bond strength to zirconia ceramic after using different surface conditioning methods. **Dent Mater** , 23: p. 45-50, 2007.

XIBLE, A.A; DE JESUS TAVARES, R.R; DE ARAUJO, C.R.P ; BONACHELA , W.C. Effect of silica coating and silanization on flexural and composite-resin bond strengths of zirconia posts: An in vitro study. **J Prosthet Dent** , 95: p.224-9, 2006.

YEN, T.W; BLACKMAN, R.B; BAEZ, R.J. Effect of acid etching on the flexural strength of a feldspathic porcelain and a castable glass ceramic. **J Prosthet Dent** , 70: p.224-33, 1993.



UNIVERSIDADE DE UBERABA



Ata da Sessão Pública de defesa de dissertação para obtenção do título de Mestre em Odontologia, área de concentração em Biomateriais, a que se submeteu a aluna Sônia Maria Paiva Torres – matrícula 6100083, orientada pelo Prof. Gilberto Antônio Borges.

Ao primeiro dia do mês de dezembro do ano de dois mil e nove, às 9 horas, sala 2C05 da Universidade de Uberaba, reuniu-se a Comissão Julgadora da defesa em epígrafe indicada pelo Colegiado do Programa de Mestrado da Universidade de Uberaba, composta pelos Professores doutores: Gilberto Antônio Borges - **Presidente**, Lourenço Correr Sobrinho e Fernando Carlos Hueb de Menezes, para julgar o trabalho da candidata **Sônia Maria Paiva Torres**, apresentado sob o título: "Influência do Tratamento de Superfície e Técnicas de Cimentação na Resistência de União entre Sistemas Cerâmicos e Agentes de Cimentação". O Presidente declarou abertos os trabalhos e agradeceu a presença de todos os Membros da Comissão Julgadora. A seguir o candidato dissertou sobre o seu trabalho e foi argüido pela Comissão Julgadora, tendo a todos respondido às respectivas argüições. Terminada a exposição, a Comissão reuniu-se e deliberou pelo seguinte resultado:

APROVADO

REPROVADO (anexar parecer circunstanciado elaborado pela Comissão Julgadora)

Para fazer jus ao título de MESTRE EM ODONTOLOGIA ÁREA DE CONCENTRAÇÃO BIOMATERIAIS, a versão final da tese, considerada Aprovada devidamente conferida pela Secretaria do Mestrado em Odontologia, deverá ser entregue à Secretaria dentro do prazo máximo de 30 dias, a partir da data da defesa. O aluno Aprovado que não atender a esse prazo será considerado Reprovado. Após a entrega do exemplar definitivo, o resultado será homologado pela Universidade de Uberaba, conferindo título de validade nacional aos aprovados. Nada mais havendo a tratar, O Senhor Presidente declara a sessão encerrada, cujos trabalhos são objeto desta ata, lavrada por mim, que segue assinada pelos Senhores Membros da Comissão Julgadora, pelo Coordenador do Programa de Mestrado em Odontologia da Uniube, com ciência do aluno. Uberaba, ao primeiro dia do mês de dezembro de dois mil e nove.

Prof. Dr. Gilberto Antônio Borges _____

Prof. Dr. Lourenço Correr Sobrinho _____

Prof. Dr. Fernando Carlos Hueb de Menezes _____

Prof. Dr. José Bento Alves _____
Coordenador do Programa de Mestrado em Odontologia da UNIUBE

Poliana Gomes da Silva Alves _____
Secretária do Programa de Mestrado em Odontologia da UNIUBE

Ciência do Aluno: _____

