



PUCPR PONTIFÍCIA UNIVERSIDADE CATÓLICA DO PARANÁ
ESCOLA DE SAÚDE E BIOCIÊNCIAS
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ODONTOLOGIA

ALBANO LUIS NOVAES BUENO

**AVALIAÇÃO DA EFETIVIDADE DO SILANO NA CIMENTAÇÃO DE CERÂMICA
DE DISSILICATO DE LÍTIO POR MEIO DE TESTE DE MICROCISALHAMENTO.**

CURITIBA

2014

ALBANO LUIS NOVAES BUENO

**AVALIAÇÃO DA EFETIVIDADE DO SILANO NA CIMENTAÇÃO DE CERÂMICA
DE DISSILICATO DE LÍTIO POR MEIO DE TESTE DE MICROCISALHAMENTO**

Tese de Doutorado apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Odontologia da Pontifícia Universidade Católica do Paraná como parte dos requisitos para a obtenção de Título de Doutor em Odontologia – Área de Concentração em Dentística.

Orientador: Profa. Dra. Evelise Machado de Souza

CURITIBA

2014

Dados da Catalogação na Publicação
Pontifícia Universidade Católica do Paraná
Sistema Integrado de Bibliotecas – SIBI/PUCPR
Biblioteca Central

B928a
2014

Bueno, Albano Luis Novaes
Avaliação da efetividade do silano na cimentação de cerâmica de dissilicato de lítio por meio de teste de microcisalhamento / Albano Luis Novaes Bueno ; orientadora, Evelise Machado de Souza. – 2014.
64 f. : il. ; 30 cm

Tese (doutorado) – Pontifícia Universidade Católica do Paraná, Curitiba, 2014
Inclui bibliografias
Texto em português e inglês

1. Odontologia. 2. Restauração (Odontologia). 3. Cerâmica odontológica. 4. Temperatura. I. Souza, Evelise Machado de. II. Pontifícia Universidade Católica do Paraná. Programa de Pós-Graduação em Odontologia. III. Título.

CDD 20. ed. – 617.6


TERMO DE APROVAÇÃO


ALBANO LUIS NOVAES BUENO

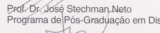
AVALIAÇÃO DA EFETIVIDADE DO SILANO NA CIMENTAÇÃO DE CERÂMICAS DE DISSILICATO DE LÍTIO POR MEIO DE TESTE DE MICROCISALHAMENTO

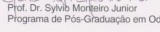
Tese apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Odontologia da Pontifícia Universidade Católica do Paraná, como parte dos requisitos parciais para a obtenção do Título de **Doutor em Odontologia**, Área de Concentração em **Dentística**.

Orientador (a): 
Prof. Dr. Evelise Machado de Souza
Programa de Pós-Graduação em Odontologia, PUCPR


Prof. Dr. Rodrigo Nunes Rached
Programa de Pós-Graduação em Odontologia, PUCPR


Prof. Dr. Rui Fernando Mazur
Programa de Pós-Graduação em Odontologia, PUCPR


Prof. Dr. José Stechman Neto
Programa de Pós-Graduação em Distúrbios da Comunicação, UTP


Prof. Dr. Sylvio Monteiro Junior
Programa de Pós-Graduação em Odontologia, UFSC

Curitiba, 22 de agosto de 2014.

SUMÁRIO

1 – Artigo em Português	
1.1 – Página Título	01
1.2 – Resumo	02
1.3 – Introdução	03
1.4 – Material e Método	04
1.5 – Resultados	08
1.6 – Discussão	11
1.7 – Conclusão	14
1.8 – Referências bibliográficas	15
2 – Artigo em Inglês	19
3 – Anexos	36
3.1 – Anexos A – Ilustrações de Materiais e Métodos	36
3.2 – Anexo B - Análise estatística completa	41
3.3 – Anexo C - Normas da revista	48
4 – Anexos em Inglês	54

ARTIGO EM PORTUGUÊS

Título: Avaliação da efetividade do silano na cimentação de cerâmicas de Dissilicato de Lítio por meio de teste de microcislamento.

Título curto: Fatores que afetam a efetividade do silano

Albano Luis Novaes Bueno

Aluno de Doutorado, Pontifícia Universidade Católica do Paraná
Escola de Saúde e Biociências, Pós-Graduação em Odontologia, Área de
Concentração em Dentística

Imaculada Conceição, 1155, Prado Velho
Curitiba – Paraná – Brasil
80215-901

Evelise M. Souza

Professora Titular, Pontifícia Universidade Católica do Paraná
Escola de Saúde e Biociências, Pós-Graduação em Odontologia, Área de
Concentração em Dentística

Imaculada Conceição, 1155, Prado Velho
Curitiba – Paraná – Brasil
80215-901

Tel: + 55 41 3271-2511; Fax: + 55 41 3271-1405

E-mail: evelise.souza@pucpr.br

RESUMO

O objetivo deste estudo foi determinar os efeitos da temperatura do silano, da acidificação do meio e do tratamento de superfície sobre a resistência de união entre uma cerâmica de dissilicato de lítio e um cimento resinoso dual. Espécimes cilíndricos (N=240) de cerâmica injetada de dissilicato de lítio foram confeccionados e divididos em 8 grupos (n=30). Metade dos espécimes recebeu tratamento de superfície com ácido fluorídrico 10% (HF) e a outra metade não recebeu nenhum tratamento. Os espécimes foram divididos e um subgrupo foi submetido apenas à aplicação do agente silano e o outro foi submetido à aplicação de ácido fosfórico (H₃PO₄) 37% para acidificação do meio. Cada um desses dois subgrupos foi dividido em dois grupos para serem submetidos a diferentes temperaturas de aplicação do silano, (23°C e 5°C). Após os tratamentos, cilindros de cimento resinoso foram aderidos à superfície cerâmica e posteriormente foram armazenados por 24 h a 37°C. Os testes de microcisalhamento foram realizados na máquina de testes universal com velocidade de 0,5 mm/min. Os dados foram submetidos a ANOVA a 3 critérios e Teste de Games-Howell HSD ($\alpha=5\%$). O único fator significativo foi a acidificação da superfície. Os grupos não apresentaram diferença, independente do tipo de tratamento superficial. Concluiu-se que o tratamento superficial não foi um fator determinante na resistência de união de uma cerâmica de dissilicato a um cimento resinoso dual.

Palavras-chave: Silano, dissilicato de lítio, tratamento de superfície, Resistência de União, microcisalhamento, temperatura, acidificação.

Relevância Clínica

O tratamento superficial com ácido fluorídrico e o resfriamento do silano não exerceu influência sobre a resistência de união do cimento dual em cerâmica de dissilicato de lítio.

INTRODUÇÃO

As cerâmicas odontológicas são consideradas um dos materiais de escolha para inlays, onlays, facetas laminadas e coroas.¹ O sucesso clínico das restaurações cerâmicas chega a 97% nos primeiros anos². Porém, este índice depende principalmente de um procedimento de cimentação correto, já que as taxas de sobrevivência com o tempo diminuem, principalmente devido a problemas de união adesiva.^{3,4}

Fatores como composição dos materiais cerâmicos, condicionamento da superfície cerâmica, composição e tipo de ativação do agente cimentante devem ser levados em consideração durante o processo de cimentação adesiva.⁵⁻⁷

As cerâmicas feldspáticas e as de dissilicato de lítio são classificadas como cerâmicas ácidossensíveis, pois sofrem alterações químico-estruturais na superfície quando condicionadas com ácido fluorídrico, criando nanorretenções na superfície devido à dissolução seletiva da matriz vítrea. A cimentação adesiva é a mais indicada para essas cerâmicas condicionáveis por ácido.⁸⁻¹⁰ Entretanto, o ácido fluorídrico é um material reconhecidamente tóxico e de uso perigoso durante a fase de cimentação. Além disso, produz sais de fluoretos de sílica que permanecem na interface adesiva reduzindo as ligações químicas entre a estrutura cristalina das cerâmicas condicionáveis e o cimento resinoso.¹¹⁻¹⁵

Para a cimentação adesiva de cerâmicas recomenda-se a utilização de um agente de união a base de silano previamente ao agente cimentante onde o agente promove a ligação entre a fase inorgânica da cerâmica e a matriz orgânica dos agentes cimentantes resinosos⁵. Além disso, o agente silano aumenta a energia de superfície melhorando o contato do agente de cimentação sobre a cerâmica, promovendo uma interação microscópica entre as partes.⁵ O agente silano é usado rotineiramente no tratamento da superfície interna das cerâmicas para aumentar a sua adesão ao cimento resinoso e favorecer a longevidade das restaurações livres de metal.^{6,16-18}

Estudos têm demonstrado que o desempenho do silano pode ser melhorado quando há eliminação da água, do álcool e outros subprodutos da superfície das cerâmicas após a sua aplicação, além de auxiliar na reação de condensação entre os grupamentos silicato e silano formando ligações

covalentes na interface.^{7,17,19-20} Um dos mecanismos apontados como catalizador da reação de condensação entre os grupamentos silicato e silano é a promoção de acidez do meio que possui a finalidade de aumentar a quantidade e a efetividade das ligações hidroxila.²¹⁻²²

A eliminação do condicionamento ácido só é possível se o processo de silanização for extremamente eficiente,²³ sendo necessária interação química, pois a reatividade deste agente é dual, através dos grupos hidrolisáveis alcóxi e hidroxila.¹⁷

O objetivo deste estudo foi determinar os efeitos da temperatura do silano, da acidez do meio e do tratamento de superfície sobre a resistência de união entre uma cerâmica de dissilicato de lítio e um cimento resinoso dual. A hipótese nula a ser testada é de não haver diferenças entre os diferentes tratamentos de superfície na resistência ao cisalhamento de uma cerâmica de dissilicato de lítio a um cimento resinoso dual.

MATERIAIS E MÉTODOS

Preparo dos espécimes

Para a realização deste estudo foram confeccionados 240 cilindros de cerâmica injetada a base de dissilicato de lítio – LS2 (IPS e.max Press, Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein) com dez milímetros (10 mm) de altura e cinco (5) mm de diâmetro utilizando o forno (EP 5000, Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein), seguindo as orientações do fabricante. Após o término da confecção dos cilindros, estes foram lavados em ultrassom (Sultan Pró-Sonic 300, Englewood, NJ) por dez (10) minutos para remoção das impurezas provenientes da inclusão. Em seguida, os cilindros foram incluídos em resina acrílica quimicamente ativada incolor (JET, Artigos Odontológicos Clássico, São Paulo, SP, Brasil), deixando exposta uma superfície de meio milímetro (0,5 mm) de altura.

As superfícies dos cilindros foram polidas em politriz rotatória (Aropol-E, AROTEC, São Paulo, SP, Brasil) com lixas de SiC de granulação 220, 320, 400, 600, 1200, 1500, 2000 (3M do Brasil, Sumaré, SP, Brasil) e pastas diamantadas de 3, 1 e $\frac{1}{4}$ μm (AROTEC, São Paulo, SP, Brasil), com avaliação

em microscópio óptico binocular com 50X de magnificação (Macro View MVX10, Olympus, Tóquio, Japão).

Em seguida, os cilindros foram lavados em água corrente por um minuto e posteriormente levados ao banho de ultrassom (Sultan Pró-Sonic 300, Englewood, NJ) com água destilada por 10 minutos para remoção das impurezas provenientes do polimento. Os materiais utilizados no estudo estão descritos na Tabela 1.

Tabela 1: Descrição dos materiais utilizados no estudo.

Materiais	Fabricante	Composição	Lote
IPS E-max Press	Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein	SiO ₂ , Li ₂ O, K ₂ O, MgO, ZnO, Al ₂ O ₃ , P ₂ O ₅ e outros óxidos metálicos	M26686
Condac Porcelana	FGM Produtos Odontológicos, Joinville, SC, Brasil	HF 10%	L039248A
Condac 37	FGM Produtos Odontológicos, Joinville, SC, Brasil	H ₃ PO ₄ 37%	L003860A
Rely X Ceramic Primer	3M ESPE, St Paul, MN, EUA	Y-MPS (Metacrilato de 3- Trimetoxissililpropilo < 2), água (20 - 30%) e álcool etílico (70 – 80%)	8YX
Single Bond 2	3M ESPE, St Paul, MN, EUA	Bis-GMA, HEMA, UDMA, copolímero do ácido polialcenóico, água, etanol	9WP
Rely X ARC	3M ESPE, St Paul, MN, EUA	Bis-GMA, TEGDMA, sílica e zircônia	7WY

Os espécimes foram então divididos em dois grupos, onde metade foi condicionado com ácido fluorídrico 10% (Condac Porcelana, FGM Produtos Odontológicos, Joinville, SC, Brasil) e a outra metade não recebeu nenhum condicionamento. Após o tratamento com ácido fluorídrico (HF), os espécimes foram lavados por 2 minutos em água corrente e levados à cuba ultrassônica (Ultrasonic Cleaner 1440D, Odontobrás, SP, Brasil) com água destilada durante 5 minutos para a limpeza da superfície.

Os espécimes foram novamente divididos em dois sub-grupos. Um subgrupo foi submetido apenas à aplicação do agente silano (Rely X™ Ceramic Primer, 3M ESPE, St Paul, MN) e o outro foi submetido à aplicação de ácido fosfórico 37% (Condac 37, FGM Produtos Odontológicos, Joinville, SC, Brasil) para acidificação do meio previamente ao silano. O ácido foi aplicado durante 30 s, seguido de rinsagem durante 60 s e secagem com ar livre de óleo.

Cada um desses dois subgrupos foi novamente dividido em dois grupos (n=30) para serem submetidos a diferentes temperaturas de aplicação do silano, a saber, 23°C (controle - temperatura ambiente em sala controlada) e 5°C (temperatura do agente silano retirado imediatamente da geladeira). A descrição dos grupos está apresentada na Tabela 2.

Tabela 2: Descrição dos grupos experimentais.

Tratamento da Cerâmica	Acidificação	Temp. do Silano	Código do Grupo
Não Condicionada (P)	Não	23°C	PN-23°C
		5°C	PN-5°C
	Sim	23°C	PA-23°C
		5°C	PA-5°C
Condicionada (C)	Não	23°C	CN-23°C
		5°C	CN-5°C
	Sim	23°C	CA-23°C
		5°C	CA-5°C

O agente silano foi aplicado em uma camada, seguido de um leve jato de ar para remoção do excesso. Depois de 5 minutos, o sistema adesivo Single Bond 2 (3M ESPE, St. Paul, MN) foi aplicado conforme as instruções do fabricante. A fotoativação do sistema adesivo foi realizada por 20 s com uma unidade fotopolimerizadora (Optilux 500, Demetron, Sybron Dental Specialties Inc., Orange, CA) operando com irradiância de 450 mW/cm².

Para confecção dos cilindros de cimento resinoso um tubo plástico incolor com 0,75 mm de diâmetro interno e 0,50 mm de altura foi posicionado sobre a superfície da cerâmica tratada coberta por uma fita adesiva dupla-face com um

orifício de mesmo diâmetro. O tubo foi mantido em posição até o cimento resinoso (Rely X™ ARC, 3M ESPE, St. Paul, MN) ser introduzido no interior do mesmo com uma ponta metálica acoplada a uma seringa (C-R® Syringe, Centrix Inc., Shelton, CT). Após a inserção, o cimento foi fotoativado com o aparelho de fotopolimerização (Optilux 500, Demetron, Sybron Dental Specialties Inc., Orange, CA) por 60 s. A unidade fotopolimerizadora foi submetida a um monitoramento com radiômetro a cada 10 espécimes para assegurar a manutenção da irradiância em um mínimo de 450 mW/cm².

Após armazenamento em água destilada a 37°C por 24 h, os tubos plásticos foram seccionados utilizando uma lâmina de bisturi (BD, São Paulo, SP, Brasil). O diâmetro de cada cilindro de cimento resinoso foi mensurado com paquímetro digital (CD6 CS, Mitutoyo, Kanagawa, Japão).

Os espécimes foram analisados em microscópio óptico binocular com 50× de magnificação (Macro View MVX10, Olympus, Tóquio, Japão) para avaliar a existência de falhas ou fendas na interface. Em seguida, os espécimes foram submetidos à realização do teste de microcisalhamento.

Teste de resistência ao microcisalhamento

Para a realização do teste de resistência de união, os espécimes foram posicionados em uma máquina de ensaio universal (EMIC, São José dos Pinhais, PR, Brasil). Cada cilindro de cimento resinoso foi fixado em um dispositivo metálico e submetido a uma força de cisalhamento exercida por uma lâmina metálica posicionada o mais próximo possível da interface entre o cimento resinoso e a superfície cerâmica. O teste foi realizado com célula de carga de 5 Kgf e velocidade de 1 mm/min. Os dados obtidos após a fratura dos espécimes foram registrados em kgf e transformados posteriormente em MPa.

Análise do tipo de fratura

As imagens das fraturas foram capturadas com aumento de 50× por uma câmera de vídeo (Sony Iris CCD, Sony, Tóquio, Japão) acoplada a um microscópio de luz binocular (BX 50, Olympus, Tóquio, Japão) e enviadas a um computador. As fraturas foram analisadas e classificadas como: A – adesiva entre a cerâmica e o cimento resinoso; C – coesiva no cimento resinoso; M – mista, com áreas de fratura adesiva e coesiva no mesmo espécime.

Análise estatística

Os valores médios de resistência ao microcisalhamento foram submetidos ao teste de normalidade de Kolmogorov-Smirnov e ao teste de Lèvene para a verificação da homogeneidade de variâncias. Os dados foram submetidos a ANOVA a três critérios, onde os fatores considerados foram tratamento da superfície da cerâmica, acidificação do meio e temperatura do silano. As comparações múltiplas foram realizadas pelo teste de Games-Howell. Todos os testes foram realizados com nível de significância de 5% ($\alpha=0,05$). Os programas estatísticos utilizados foram Statistica 7.0 (StatSoft Inc., Tulsa, AZ) e SPSS 17.0 (SPSS Inc., Chicago, IL).

RESULTADOS

A Tabela 3 apresenta os resultados de ANOVA, indicando diferença significativa somente para o fator acidificação ($p<0,05$). A Tabela 4 apresenta os valores médios de todos os grupos avaliados, os quais não apresentaram diferenças significantes entre si ($p>0,05$).

Quanto aos tipos de fratura, a maior parte dos grupos apresentou falhas predominantemente coesivas no cimento resinoso e mistas. (Tabela 5).

Tabela 3: Resultados de ANOVA para os grupos avaliados.

Source	Type III Sum of Squares	df	Mean Square	fF	Sig.	Observed Power ^b
Tratamento	29,190	1	29,190	,268	0,6049	0,0810
Acidificação	717,950	1	717,950	6,600	0,0108	0,7252
Temperatura	11,397	1	11,397	,105	0,7465	0,0620
Tratamento * ácido	170,185	1	170,185	1,565	0,2123	0,2382
Tratamento * Temperatura	1,276	1	1,276	,012	0,9138	0,0513
Acidificação * Temperatura	108,407	1	108,407	,997	0,3192	0,1686
Tratamento * Acidificação * Temperatura	11,051	1	11,051	,102	0,7502	0,0616
Error	25236,185	232	108,777			
Total	377260,010	240				
Corrected Total	26285,642	239				

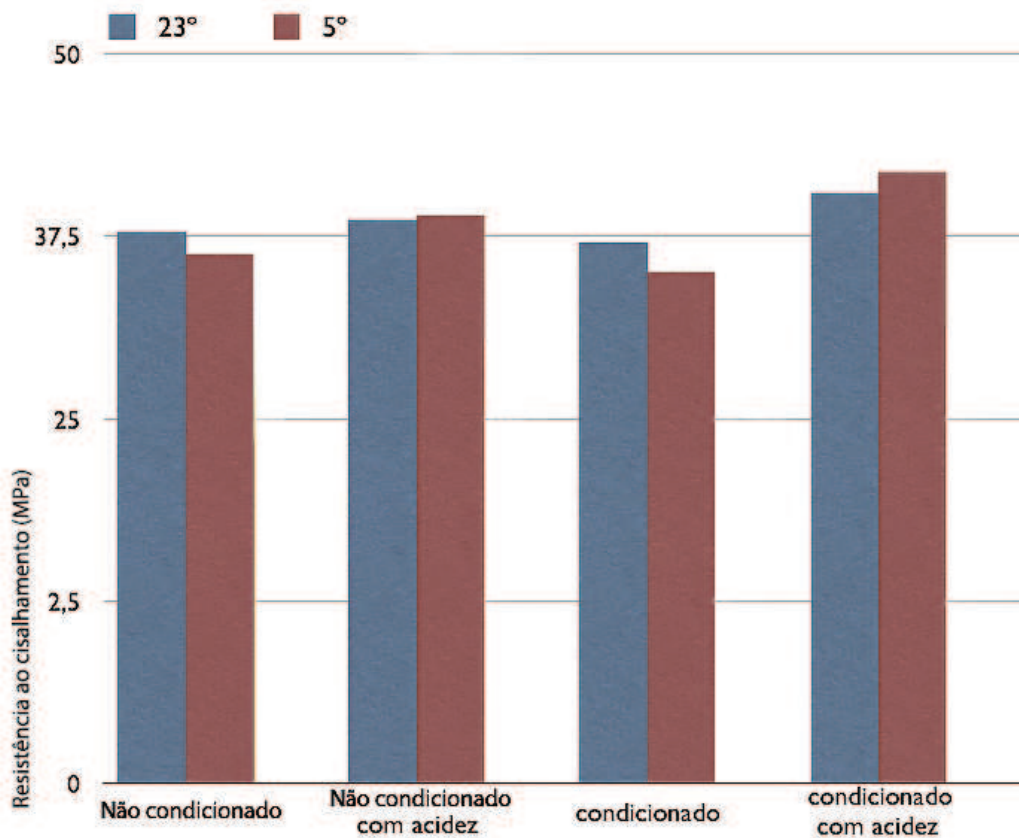
Tabela 4: Valores médios de resistência ao cisalhamento dos grupos experimentais (MPa).

Grupos	Média ± DP
CA-5°C	41,90 ± 10,37
CA-23°C	40,42 ± 8,25
PA-5°C	38,95 ± 11,21
PA-23°C	38,61 ± 12,42
PS-23°C	37,75 ± 10,13
CS-23°C	37,05 ± 9,79
PS-5°C	36,26 ± 11,78
CS-5°C	34,99 ± 8,80

Tabela 5: Distribuição percentual dos tipos de fratura dos grupos avaliados.

Grupos	Tipo A (%)	Tipo C (%)	Tipo M (%)
CA-5°C	0	86,7	13,3
CA-23°C	0	86,7	13,3
PA-5°C	6,7	63,3	30,0
PA-23°C	0	26,7	73,3
PS-23°C	3,8	53,3	42,9
CS-23°C	13,1	47,6	39,3
PS-5°C	11,4	26,3	62,3
CS-5°C	5,3	49,1	45,6

Figura 1 – Gráfico representativo das médias de resistência ao cisalhamento dos grupos avaliados de acordo com os tratamentos realizados.



DISCUSSÃO

Com o intuito de melhorar a reatividade do silano durante a cimentação, o presente estudo avaliou os efeitos da temperatura do silano, a acidificação e o tratamento da superfície de uma cerâmica a base de dissilicato de lítio.

Estudos demonstram que o condicionamento com ácido fluorídrico na superfície de dissilicato de lítio aumenta a sua rugosidade superficial e melhora a retenção mecânica do cimento resinoso.^{10,24} Todavia, o tempo de condicionamento e concentração do ácido são fatores que devem ser bem controlados, pois, com o aumento da concentração ou tempo de ação do ácido sobre a superfície, pode ocorrer dissolução dos cristais dentro da matriz vítrea da cerâmica.²⁵⁻³⁰ Por ser hidrófilo, o ácido fluorídrico tem potencial para

enfraquecer a superfície cerâmica.^{25,29,31-33} Além disso, a sua utilização em consultório pode causar risco à saúde como queimaduras por contato, cegueira e irritações.³⁴⁻³⁵ Adicionando esses fatores negativos ao fato de que uma resistência de união adequada entre a resina composta e a cerâmica pode ser obtida sem a necessidade da aplicação do condicionamento com ácido fluorídrico, alguns autores chegam a reportar que o condicionamento com ácido fluorídrico pode ser suprimido.^{17,23}

Para padronização da superfície cerâmica e com o intuito de eliminar o efeito da retenção micromecânica com aumento da rugosidade, neste estudo, os discos de cerâmica foram polidos. Com base nos resultados obtidos pode-se sugerir ser principalmente química e não mecânica a interação entre a cerâmica avaliada e o cimento resinoso, pois os espécimes não condicionados obtiveram resistência de união semelhante aos condicionados com ácido fluorídrico. Este achado concorda com aqueles reportados em outros estudos que não demonstraram alterações significativas na resistência de cimentos resinosos com o condicionamento ácido com HF prévio de uma cerâmica a base de dissilicato de lítio.^{23,30,36}

O silano é o agente que participa de forma efetiva no processo de cimentação adesiva de cerâmicas dentais, garantindo a união química dos componentes inorgânicos da cerâmica à porção orgânica do cimento resinoso.²⁹ A silanização funciona como um mediador, promovendo a união entre a matriz orgânica e inorgânica por uma dupla reatividade. O silano é um éster organofuncional de fórmula geral R-Y-SiX₃, onde o R é um grupo orgânico não-hidrolisável, Y é um agente de ligação (geralmente um propileno) e X é um grupo hidrolisável.³⁷ Estes grupamentos possuem uma reatividade dual, ou seja, o grupo funcional não hidrolisável liga-se por dupla ligação ao carbono do agente resinoso, enquanto o grupo hidrolisável alcóxi (por exemplo, metoxi-O-CH₃, etoxi-O-CH₂CH₃) reage com os grupos hidroxila, encontrados em abundância na superfície cerâmica.¹⁷ A questão é que após o condicionamento ácido, a cerâmica é lavada e a sua superfície absorve água, dificultando a ligação com o silano, pois os grupos hidroxila da cerâmica estão ligados à água.^{10,37}

A qualidade da ligação do agente silano depende não só das especificações técnicas (pH da solução, concentração, natureza do solvente e tempo de hidrólise), mas também do protocolo de aplicação utilizado (condições

de secagem, tempo de evaporação do silano, temperatura, umidade do ar).^{38,39} Quando aumenta a reatividade, melhora as ligações covalentes,^{35, 41-42} se removida a película mais externa do silano, pode-se deixar somente a camada mais estável e quimicamente reativa.⁴²⁻⁴⁵ Para acelerar o mecanismo de interação química entre o silano e as superfícies inorgânicas, a reação pode ser catalisada por tratamento térmico (aquecimento)³⁴⁻³⁶ ou acidificação do meio.^{22,40}

A secagem após a silanização com ar quente em temperaturas que variam de 38°C até 100°C tem demonstrado um aumento significativo da resistência de união entre a cerâmica e o agente cimentante resinoso.^{17,29,41-42} A elevação da temperatura aumenta a reatividade das moléculas do silano, melhorando as ligações covalentes durante a silanização.^{35,41,42} Vários estudos tem demonstrado também que esse tipo de tratamento permite a remoção da película mais externa do silano, deixando somente a camada mais estável e quimicamente reativa.⁴²⁻⁴⁴ Roulet et al.,⁴⁵ variando a temperatura de secagem do silano, reportaram que o jato de ar a 100°C por 60 s aumentou significativamente a resistência de união ao cisalhamento quando comparado à secagem em temperatura ambiente pelo mesmo tempo. Desta forma, o tratamento térmico adequado do silano dispensaria as retenções micromecânicas, pois favoreceram a evaporação e adsorção do silano à superfície da cerâmica⁴².

Cotes et al.⁴⁶ realizaram um estudo onde espécimes de cerâmica feldspática silanizados foram submetidos ao tratamento em forno a 100°C ou jato de ar quente a 50°C. O grupo controle, somente condicionado com ácido fluorídrico e silanizado, resultou em maior resistência de união do que os grupos não condicionados e com aquecimento do silano, o que fez os autores concluírem que o tratamento térmico de silanos pré-hidrolizados, não substitue o uso do HF em cerâmicas feldspáticas.⁴⁶ Com base nessa conclusão, o presente estudo não utilizou a técnica de aquecimento, pois como o silano é pré-hidrolizado, não responderia bem ao aquecimento.

O ácido fosfórico não altera a morfologia da superfície cerâmica e, por isso, deve ser utilizado somente como agente de limpeza.⁴⁷ Porém, como qualquer substância ácida, tem a capacidade de limpar a superfície removendo os sais de fluoreto e tornar o pH da superfície cerâmica acidificado, o que pode otimizar a ativação do agente silano.^{21,22,40} A reação entre o metoxisilano (Si-

)CH₃ do agente silano e o grupo OH da superfície cerâmica que forma ligações siloxano é iniciado e acelerado por catálise ácida.²¹ Silanos contendo monômeros funcionais fosfatados não necessitariam de superfície com pH mais baixo para aumentar a quantidade de moléculas hidrolisadas. Já os silanos não fosfatados, como o utilizado no presente estudo, tem sua efetividade dependente da concentração de íons H⁺ na superfície cerâmica.²¹ Aida et al.⁴⁸ investigaram e relataram que o componente ácido do silano aumenta a formação de ligações siloxanos e melhora a união entre agentes resinosos e cerâmica, mesmo sem o condicionamento com ácido fluorídrico. Assim, o uso de um ácido sobre a superfície a ser silanizada melhoraria a reação com silano, como foi demonstrado no presente estudo, onde a acidez promoveu a limpeza da superfície e aumentou a efetividade do silano, independente do tratamento superficial da cerâmica.

Entre os protocolos existentes para a cimentação adesiva de restaurações cerâmicas de feldspato e dissilicato de Lítio, o condicionamento de superfície cerâmica de matriz vítrea com ácido fluorídrico seguido da aplicação do agente silano ainda é o método mais utilizado para obtenção de adequada resistência de união. Este estudo demonstrou, que o condicionamento prévio visando um aumento da retenção mecânica pode ser substituído por uma acidificação do meio com um ácido menos corrosivo. além da utilização do silano em temperatura de 5°C a 23°C e a adequada evaporação do solvente com de jatos de ar.

CONCLUSÃO

Dentro das limitações do presente estudo, pôde-se concluir que:

- o tratamento com ácido fluorídrico (HF) não afetou a resistência de união entre o cimento resinoso dual e a cerâmica de dissilicato de lítio;
- a temperatura do silano não afetou a resistência de união entre a cerâmica de dissilicato de lítio e o cimento resinoso, independente do pré-tratamento utilizado;
- a acidificação do meio com ácido fosfórico resultou em aumento da resistência adesiva do cimento ao dissilicato de lítio.

REFERÊNCIAS

1. Garber DA, Goldstein RE & Feinman RA (1998) Porcelain laminate veneers *Quintessence*, Chicago 11-50.
2. Della Bona A & Anusavice KJ (2002) Microstructure, composition and etching topography of dental Ceramics *International Journal of Prosthodontics* **15(2)** 159-167
3. Guess PC, Strub JR, Steinhart N, Wolkewitz M, Stappert CF. (2009) All-ceramic partial coverage restorations—midterm results of a 5-year prospective clinical splitmouth study. *Journal Dentistry*; 37(8): 627-637.10.101
4. Fradeani M, Redemagni M, Corrado M. (2005) Porcelain laminate veneers: 6- to 12-year clinical evaluation—a retrospective study. *International Journal Periodontics Restorative Dentistry*; 25(1): 9-17
5. Matinlinna JP, Lassila LV, Özcan M, Yli-Urpo A & Vallittu PK (2004) An introduction to silanes and their clinical applications in dentistry *International Journal of Prosthodontics* **17(2)** 155-164.
6. Saraçoglu A, Cura C & Cotert HS (2004) Effect of various surface treatment methods on the bond strength of the heat-pressed ceramic samples *Journal of Oral Rehabilitation* **31(8)** 790-797.
7. De Carvalho RF, Martins ME, De Queiroz JR, Leite FP & Özcan M (2011) Influence of silane heat treatment on bond strength of resin cement to a feldspathic ceramic *Dental Materials Journal* **30(3)** 392-397.
8. Chen JH, Matsumura H & Atsuta M (1998) Effect of different etching periods on the bond strength of a composite resin to a machinable porcelain *Journal of Dentistry* **26(1)** 53-58.
9. Valandro LF, Della Bona A, Bottino MA & Neisser MP (2005) The effect of ceramic surface treatment on bonding to densely sintered alumina ceramic *Journal of Prosthetic Dentistry* **93(3)** 253-259.
10. Brum R, Mazur R, Almeida J Borges G & Caldas D (2011) The influence of surface standardization of lithium disilicate glass ceramic on bond strength to a dual resin cement *Operative Dentistry* **36(5)** 478-485.
11. Jones GE, Boksman L & McConell RL (1989) Effect of etching technique on the clinical performance of porcelain veneers *Quintessence Dent Technol* 15:635-637.
12. Magne P, Kwon KR, Belser UC, Hodges JS & Douglas WH (1999) Crack propensity of porcelain laminate veneers: a simulated operatory evaluation *Journal of Prosthetic Dentistry* **81(3)** 327-334.
13. Torres SMP, Borges GA, Spohr AM, Cury AADB, Yadav S & Platt JA (2009) The Effect of Surface Treatments on the Micro-shear Bond Strength of a Resin Luting Agent and Four All-ceramic Systems *Operative Dentistry*

- 34(4)** 399-407.
14. Guarda GB, Correr AB, Gonçalves LS, Costa AR, Borges GA, Sinhoreti MAC & Correr-Sobrinho L (2013) Effects of Surface Treatments, Thermocycling, and Cyclic Loading on the Bond Strength of a Resin Cement Bonded to a Lithium Disilicate Glass Ceramic *Operative Dentistry* **38(2)** 208-217.
 15. Debnath S, Wunder SL, McCool JI & Baran GR (2003) Silane treatment effects on glass/resin interfacial shear strengths *Dental Materials* **19(5)** 441-448.
 16. Jardel U, Degrange M, Picard B & Derrien G (1999) Surface energy of etched ceramic *International Journal of Prosthodontics* **12(5)** 415-418.
 17. Shen C, Oh WS & Williams JR (2004) Effect of post-silanization drying on the bond strength of composite to ceramic *Journal of Prosthetic Dentistry* **91(5)** 453-458.
 18. Matinlinna JP & Vallittu PK (2007) Bonding of resin composites to etchable ceramic surfaces – an insight review of the chemical aspects on surface conditioning *Journal of Oral Rehabilitation* **34(8)** 622-630.
 19. Hooshmand T, van Noort R & Keshvad A (2002) Bond durability of the resin-bonded and silane treated ceramic surface *Dental Materials* **18(2)** 179-188.
 20. Fabianelli A, Poynton S, Papacchini F, Goracci C, Cantoro A, Ferrari M & van Noort R. (2010) The effect of different surface treatments on bond strength between leucite reinforced feldspathic ceramic and composite resin *Journal of Dentistry* **38(1)** 39-43.
 21. Foxton RM, Nakajima M, Hiraishi N, Kitasako Y, Tagami J, Nomura S & Miura H (2003) Relationship between ceramic primer and ceramic surface pH on the bonding of dual-cure resin cement to ceramic *Dental Materials* **19(8)** 779-789.
 22. Rüttermann S, Fries L, Raab WH, Janda R (2008) The effect of different bonding techniques on ceramic/ resin shear bond strength, *Journal Adhesive Dentistry* **10(3)** 197-203.
 23. Meng X, Yoshida K & Atsuta M (2008) Microshear Bond Strength of Resin Bonding Systems to Machinable Ceramic with Different Surface Treatments *The Journal of Adhesive Dentistry* **10(3)** 189-196.
 24. Fabianelli A, Poynton S, Papacchini F, Goracci C, Cantoro A, Ferrari M & van Noort R (2010) The effect of different surface treatments on bond strength between leucite reinforced feldspathic ceramic and composite resin *Journal of Dentistry* **38(1)** 39-43.
 25. Luo XP, Silikas N, Allaf M, Wilson NHF & Watts DC (2001) AFM and SEM

- study of the effects of etching on IPS Empress 2tm dental ceramic *Surface Science* **491(3)** 388-394.
26. Borges GA, Sophr AM, de Goes MF, Sobrinho LC & Chan DC (2003) Effect of etching and airborne particle abrasion on the microstructure of different dental ceramics *Journal of Prosthetic Dentistry* **89(5)** 479 - 488.
 27. Meyer Filho A & Nunes de Souza C (2005) Demystifying cimentação of adhesive restorations ceramics *Clínica International Journal of Brazilian Dentistry* **1(1)** 50-57.
 28. Camargo FP (2002) Effect of thermocycling on the adhesion between ceramic lithium disilicate and a resin cement *Pesquisa Odontológica Brasileira* **16** 83.
 29. Peixoto LMF, Batitucci E, Daroz CBS & Sampaio FHR (2013) Silane heat treatment to improve cementation of ceramic dental restorations *Cerâmica* **59** 460-465.
 30. Sato TP, Cotes C, Yamamoto LT, Rossi NR, Macedo VC & Kimpara ET (2013) Flexural strength of a pressable lithium disilicate ceramic: influence of surface treatments *Applied Adhesion Science* **1(7)** 1-5.
 31. Holland W, Schweiger M, Frank M & Rheinberger V (2000) A comparison of the microstructure and properties of the IPS Empress 2 and the IPS Empress glass-ceramic *J Biomed Material Restorative* **53** (4) 297.
 32. Della Bona A, Anusavice KJ & Mecholsky JJ Jr (2003) Failure analysis of resin composite bonded to ceramic *Dental Materials* **19(8)** 693-699.
 33. Della Bona A, Anusavice KJ & Mecholsky JJ Jr (2006) Apparent interfacial fracture toughness of resin/ceramic systems *Journal of Dental Research* **85(11)** 1037-1041.
 34. Özcan M, Allahbeickaraghi A & DüNDAR M (2012) Possible hazardous effects of hydrofluoric acid and recommendations for treatment approach: a review *Clinical Oral Investigation* **16(1)** 15-23.
 35. Yucel MT, Aykent F, Akman S & Yondem I (2012) Effect of surface treatment methods on the shear bond strength between resin cement and all-ceramic core materials *Journal of Non-Crystalline Solids* **358(5)** 925-930.
 36. Zogheib LV, Della Bona A, Kimpara ET & McCabe JF (2011) Effect of Hydrofluoric Acid Etching Duration on the Roughness and Flexural Strength of a Lithium Disilicate-Based Glass Ceramic *Journal of Brazilian Dentistry* **22(1)** 45-50
 37. Matinlinna JP & Vallittu PK (2007) Bonding of resin composites to etchable ceramic surfaces – an insight review of the chemical aspects on surface conditioning *Journal of Oral Rehabilitation* **34(8)** 622-630.
 38. Abel ML, Aiiington LD, Digby RP, Porritt N, Shaw SJ & Watts JF (2006) Understanding the relationship between silane application conditions, bond

- durability and locus of failure *International Journal of Adhesion and Adhesives* **26(1-2)** 2-15.
39. Corazza PH, Cavalcanti SC, Queiroz JR, Bottino MA & Valandro LF (2013) Effect of post-silanization heat treatments of silanized feldspathic ceramic on adhesion to resin cement *Journal of Adhesive Dentistry* **15(5)** 473-479.
 40. Altmann S & Pfeiffer J (2003) The hydrolysis/condensation behaviour of methacryloyloxyalkylfunctional alkoxysilanes: Structure-reactivity relations *Monatshefte für Chemie* **134** 1081-1092.
 41. Monticelli F, Toledano M, Osorio R & Ferrari M (2006) Effect of temperature on the silane coupling agents when bonding core resin to quartz fiber posts *Dental Materials* **22(11)** 1024-1028.
 42. Hooshmand T, van Noort R & Keshvad A (2002) Bond durability of the resinbonded and silane treated ceramic surface *Dental Materials* **18(2)** 179-188.
 43. Hooshmand T, van Noort R & Keshvad A (2004) Storage effect of a pre-activated silane on the resin to ceramic bond *Dental Materials* **20(7)** 635-642.
 44. Queiroz JRC, Benetti P, Ozcan M, de Oliveira LF, Della Bona A, Takahashi FE & Bottino MA (2012) Surface characterization of feldspathic ceramic using ATR FT-IR and ellipsometry after various silanization protocols *Dental Materials* **28(2)** 189-196.
 45. Roulet JF, Söderholm KJ & Longmate J (1995) Effects of treatment and storage conditions on ceramic/composite bond strength *Journal of Dental Research* **74(1)** 381-387.
 46. Cotes C, de Carvalho RF, Kimparac ET, Leited FPP & Özcan M (2013) Can Heat Treatment Procedures of Pre hydrolyzed Silane Replace Hydrofluoric Acid in the Adhesion of Resin Cement to Feldspathic Ceramic? *Journal of Adhesive Dentistry* **15(6)** 569-574.
 47. Belli R, Guimarães JC, Filho AM & Vieira LC (2010) Post-etching cleaning and resin/ceramic bonding: microtensile bond strength and EDX analysis *Journal of Adhesive Dentistry* **12(4)** 295-303
 48. Aida M, Hayakawa T & Mizukawa K (1995) Adhesion of composite to porcelain with various surface conditions *Journal of Prosthetic Dentistry* **73(5)** 464-470.

ARTIGO EM INGLÊS

Title: Evaluation of the effectiveness of silane in cementing lithium disilicate ceramics using a microshear bond strength test.

Short title: Factors affecting silane effectiveness

Albano Luis Novaes Bueno

PhD Student, Pontifícia Universidade Católica do Paraná, School of Health and Biosciences, Graduate Program in Dentistry, Restorative Dentistry Area

Imaculada Conceição, 1155, Prado Velho

Curitiba – Paraná – Brasil

80215-901

Evelise M. Souza

Full Professor, Pontifícia Universidade Católica do Paraná, School of Health and Biosciences, Graduate Program in Dentistry, Restorative Dentistry Area

Imaculada Conceição, 1155, Prado Velho

Curitiba – Paraná – Brasil

80215-901

Tel: + 55 41 3271-2511; Fax: + 55 41 3271-1405

E-mail: evelise.souza@pucpr.br

ABSTRACT

The aim of this study was to determine the effects of silane temperature, acidification and surface treatment on the bond strength between a lithium disilicate ceramic and a dual resin cement. Cylindrical specimens (N = 240) were built with a lithium disilicate ceramic and divided into 8 groups (n = 30). Half of the specimens were treated with 10% hydrofluoric acid (HF), and the other half received no treatment. The specimens were divided, and one subgroup was subjected only to the application of the silane agent, while the other subgroup was subjected to the application of 37% phosphoric acid (H₃PO₄) for surface acidification. Each of these two subgroups was divided into two groups that underwent silane application with different temperatures (23° C or 5° C). After the treatments, composite cement cylinders were bonded to the ceramic surface and stored at 37° C for 24 hours. Microshear bond strength tests were performed in a universal testing machine at a speed of 0.5 mm/min. Data were analyzed by a 3-way ANOVA and the Games-Howell HSD test ($\alpha = 5\%$). The only significant factor was acidification of the surface. Microshear bond strength results did not differ between groups with different types of surface treatments. Surface treatment was not a factor in the bond strength between a disilicate ceramic and a dual resin cement.

Keywords: Silane, lithium disilicate, surface treatment, bond strength, microshear bond strength, temperature, acidification.

Clinical Relevance

Surface treatment with HF and silane did not influence the bond strength between a dual resin cement and a lithium disilicate ceramic.

INTRODUCTION

Dental ceramics are considered the materials of choice for inlays, onlays, veneers and crowns.¹ The clinical success of ceramic restorations is 97% in the first 2 years.² However, this index depends primarily on a correct cementation procedure, as survival rates decrease over time, primarily due to poor bonding.^{3,4}

Factors such as the composition of the ceramic material, the ceramic surface conditioning and the cementing agent composition and activation type must be taken into consideration during the adhesive cementation process.⁵⁻⁷

Feldspathic and lithium disilicate ceramics are considered as acid-sensitive ceramics. Thus, they suffer chemical and structural changes on their surface when conditioned with hydrofluoric acid (HF), creating mechanical interlocking on the surface due to the selective dissolution of the glass matrix. Adhesive cementation is the most indicated procedure for acid-sensitive ceramics.⁸⁻¹⁰ However, HF is highly toxic and dangerous to use during the side-chair luting procedure. Furthermore, HF produces silica fluoride salts that remain in the adhesive interface, weakening the chemical bonds between the crystalline structure of acid-sensitive ceramics and the resin cement.¹¹⁻¹⁵

For the adhesive cementation of ceramics, the use of a silane-based agent prior to the luting agent is recommended. This agent causes bonding between the inorganic ceramic phase and the organic matrix of the resin cement agent.⁵ In addition, the silane agent increases the surface energy by improving the contact between the cementing agent and the ceramic, promoting a microscopic interaction between the parts.⁵ A silane agent is routinely used in the treatment of the inner surface of ceramics to increase their adhesion to resin cement and promote the longevity of metal free restorations.^{6,16-18}

Studies have shown that the performance of silane can be improved when there is an elimination of water, alcohol and other by-products from the surface of the ceramics following application. This process promotes a condensation reaction between the silicate and silane groups, forming covalent bonds at the interface.^{7,17,19-20} One of the mechanisms suggested as a catalyst for the condensation reaction between silicate and silane groups is the promotion of the acidity of the surface, which increases the number and effectiveness of the

hydroxyl bonds.²¹⁻²²

The elimination of acid conditioning is possible only if the silanization process is extremely efficient,²³ as chemical interactions are necessary due to the dual reactivity of this agent, via the hydrolysable alkoxy and hydroxyl groups.¹⁷

The aim of the current study was to determine the effects of silane temperature, acidity and surface treatment on the bond strength between a lithium disilicate ceramic and a dual resin cement. The null hypothesis was that there would be no differences in the shear bond strength between a lithium disilicate ceramic and a dual resin cement between the groups with different surface treatments.

MATERIALS AND METHODS

Preparation of specimens

For this study, 240 ceramic cylinders, 10 mm in height and 5 mm in diameter, were created by injecting a lithium disilicate base (LS2, IPS e.max Press, Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein) and using an oven (EP 5000, Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein), following the manufacturer's recommendations. After the cylinders were manufactured, they were cleaned in an ultrasound (Sultan Pro-Sonic 300, Englewood, NJ) for 10 minutes to remove impurities from the inclusion. The cylinders were then embedded in a chemically activated acrylic resin (JET, Artigos Odontológicos Clássico, São Paulo, SP, Brazil), leaving an exposed surface 0.5 mm high.

The surfaces of the cylinders were polished on a rotary polishing machine (Aropol-E, AROTEC, São Paulo, SP, Brazil) with 220, 320, 400, 600, 1200, 1500, and 2000 SiC paper (3M do Brasil, Sumaré, SP, Brazil) and 3, 1 and $\frac{1}{4}$ μm grain diamond pastes (AROTEC, São Paulo, SP, Brazil). The cylinders were evaluated using a binocular optical microscope with 50 \times magnification (MVX10 Macro View, Olympus, Tokyo, Japan).

The cylinders were then washed in running water for 1 minute and immersed in an ultrasound bath (Sultan Pro-Sonic 300, Englewood, NJ) with distilled water for 10 minutes to remove impurities. The materials used in the study are described in Table 1.

Table 1: Description of materials used in the study.

Materials	Manufacturer	Composition	Lot
IPS E-max Press	Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein	SiO ₂ , Li ₂ O, K ₂ O, MgO, ZnO, Al ₂ O ₃ , P ₂ O ₅ and other metal oxides	M26686
Condac Porcelain	FGM Produtos Odontológicos, Joinville, SC, Brasil	10% HF	L039248A
Condac 37	FGM Produtos Odontológicos, Joinville, SC, Brasil	37% H ₃ PO ₄	L003860A
Rely X Ceramic Primer	3M ESPE, St Paul, MN, USA	Y-MPS (3-(Trimethoxysilyl)propyl methacrylate < 2), water (20 - 30%) and ethanol (70 – 80%)	8YX
Single Bond 2	3M ESPE, St Paul, MN, USA	Bis-GMA, HEMA, UDMA, polyalkenoic acid copolymer, water, ethanol	9WP
Rely X ARC	3M ESPE, St Paul, MN, USA	Bis-GMA, TEGDMA, silica and zirconia	7WY

The specimens were then divided into two groups, one was conditioned with 10% HF (Condac Porcelana, FGM Produtos Odontológicos, Joinville, SC, Brazil) and the other not conditioned. After treatment with HF, the specimens were rinsed for 2 minutes in running water and immersed in an ultrasonic bath (Ultrasonic Cleaner 1440D, Odontobrás, SP, Brazil) with distilled water for 5 minutes to clean the surface.

The specimens were again divided into two subgroups. One subgroup was subjected only to the application of the silane agent (Rely X™ Ceramic Primer, 3M ESPE, St Paul, MN) and the other subgroup was subjected to the application of 37% phosphoric acid (Condac 37, FGM Produtos Odontológicos, Joinville, SC, Brazil) to acidify the surface prior to the silane application. The acid was applied for 30 seconds, rinsed for 60 seconds, and dried with oil free air.

Each of these two subsets was again divided into two groups (n = 30) and subjected to one of two silane application temperatures, either 23° C (room

temperature in a controlled room) or 5° C (temperature of silane agent immediately upon removal from the refrigerator). Descriptions of the groups are shown in Table 2.

Table 2: Description of the experimental groups.

Ceramic treatment	Acidification	Silane temp.	Group code
Not Conditioned (P)	No	23° C	PN-23°C
		5° C	PN-5°C
	Yes	23° C	PA-23°C
		5° C	PA-5°C
Conditioned (C)	No	23° C	CN-23°C
		5° C	CN-5°C
	Yes	23° C	CA-23°C
		5° C	CA-5° C

The silane agent was applied in one layer, followed by a gentle air jet to remove excess material. After 5 minutes, the Single Bond 2 adhesive system (3M ESPE, St. Paul, MN) was applied, according the manufacturer's instructions. The adhesive system was light-cured for 20 seconds with a light curing unit (Optilux 500, Demetron, Sybron Dental Specialties Inc., Orange, CA) operating at 450 mW/cm² irradiance.

The composite cement cylinders were built using a colorless plastic tube with a 0.75 mm inner diameter and a 0.50 mm height placed on the treated ceramic surface and coated with double-sided adhesive tape with a hole of the same diameter. The tube was kept in position until the cement (Rely X™ ARC, 3M ESPE, St. Paul, MN) was introduced into the interior of the tube with a metallic tip coupled to a syringe (CR® Syringe, Centrix Inc., Shelton, CT). After insertion, the cement was lightly cured with a curing unit (Optilux 500, Demetron, Sybron Dental Specialties Inc., Orange, CA) for 60 seconds. The curing unit was monitored with a radiometer after every 10 samples to ensure maintenance of a minimum irradiance level of 450 mW/cm².

After storage in distilled water at 37° C for 24 hours, the plastic tubes were sectioned using a scalpel blade (BD, São Paulo, SP, Brazil). The diameter of each

resin cement cylinder was measured with a digital caliper (CD6 CS, Mitutoyo, Kanagawa, Japan).

The specimens were examined under a binocular optical microscope with 50× magnification (Macro View MVX10, Olympus, Tokyo, Japan) to evaluate the existence of faults or cracks in the interface.

Microshear bond strength test

The specimens were placed in a universal testing machine (EMIC, São José dos Pinhais, PR, Brazil). Each resin cement cylinder was fixed on a metallic device and subjected to a shear load exerted by a metal plate positioned as closely as possible to the interface between the resin cement and the ceramic surface. The test was performed with a load cell of 5 kgf and a cross-head speed of 1 mm/min. The data obtained after the fracture of the specimens were recorded in kgf and subsequently transformed into MPa.

Analysis of mode of failure

The images of the fractures surfaces were captured at 50× magnification by a video camera (Sony Iris CCD, Sony, Tokyo, Japan) coupled to a binocular light microscope (BX 50, Olympus, Tokyo, Japan) and sent to a computer. The fractures were analyzed and classified into the following: A - adhesive between the ceramic and resin cement; C - cohesive in the resin cement; and M - mixed with areas of adhesive and cohesive fractures in the same specimen.

Statistical analysis

The mean values of the microshear bond strength were assessed by the Kolmogorov-Smirnov test and the Levene test to verify the normality of distribution and homogeneity of variances respectively. Data were analyzed by a 3-way ANOVA, where the factors were surface treatment, acidification and the silane temperature. Multiple comparisons were performed using the Games-Howell test. All tests were performed with a significance level of 5% ($\alpha = 0.05$). The statistical programs used were Statistica 7.0 (StatSoft Inc., Tulsa, AZ) and SPSS 17.0 (SPSS Inc., Chicago, IL).

RESULTS

Table 3 shows the results of the ANOVA, which indicate a significant difference only for the acidification factor ($p < 0.05$). Table 4 presents the mean values of all the evaluated groups, which showed no significant differences ($p > 0.05$).

The majority of the groups showed predominantly cohesive and mixed failures in the resin cement (Table 5).

Table 3: ANOVA results.

Source	Type III Sum of Squares	df	Mean Square	F	Sig.	Observed Power ^b
treatment	29,190	1	29,190	,268	0,6049	0,0810
acidification	717,950	1	717,950	6,600	0,0108	0,7252
temperature	11,397	1	11,397	,105	0,7465	0,0620
treatment * acid	170,185	1	170,185	1,565	0,2123	0,2382
treatment * temperature	1,276	1	1,276	,012	0,9138	0,0513
acidification * temperature	108,407	1	108,407	,997	0,3192	0,1686
treatment * acidification * temperature	11,051	1	11,051	,102	0,7502	0,0616
Error	25236,185	232	108,777			
Total	377260,010	240				
Corrected Total	26285,642	239				

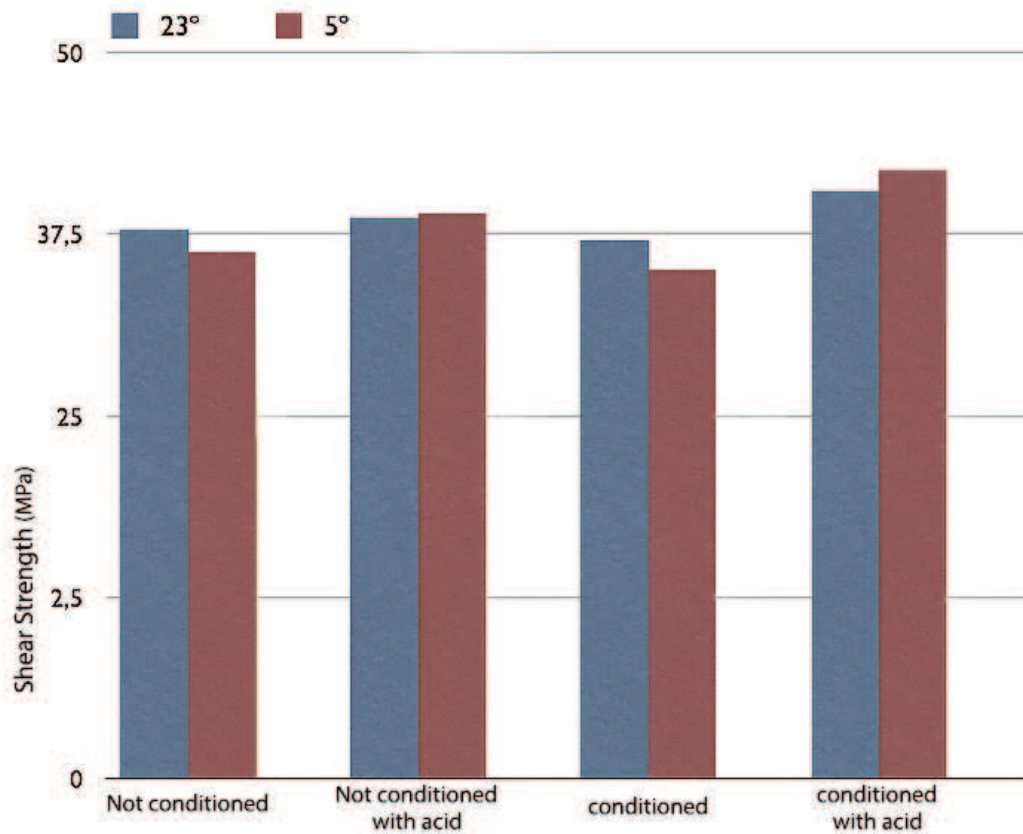
Tabela 4: Mean shear strength values (MPa).

Group	Mean ± DP
CA-5°C	41,90 ± 10,37
CA-23°C	40,42 ± 8,25
PA-5°C	38,95 ± 11,21
PA-23°C	38,61 ± 12,42
PS-23°C	37,75 ± 10,13
CS-23°C	37,05 ± 9,79
PS-5°C	36,26 ± 11,78
CS-5°C	34,99 ± 8,80

Tabela 5: Fracture type percentage distributions.

Group	Type A (%)	Type C (%)	Type M (%)
CA-5°C	0	86,7	13,3
CA-23°C	0	86,7	13,3
PA-5°C	6,7	63,3	30,0
PA-23°C	0	26,7	73,3
PS-23°C	3,8	53,3	42,9
CS-23°C	13,1	47,6	39,3
PS-5°C	11,4	26,3	62,3
CS-5°C	5,3	49,1	45,6

Figure 1: Representative graph of the mean microshear bond strength by treatment group.



DISCUSSION

The present study evaluated the effects of silane temperature, acidification and surface treatment on a lithium disilicate-based ceramic to improve the reactivity of silane during cementation.

Previous studies show that HF conditioning on the surface of lithium disilicate increases surface roughness and improves the mechanical retention of resin cement.^{10,24} However, conditioning time and acid concentration are variables that must be properly controlled. Therefore, with increasing concentration or time of application of the acid, the dissolution of crystals can occur within the ceramic's glassy matrix.²⁵⁻³⁰ Because it is hydrophilic, HF has the

potential to weaken the ceramic surface.^{25,29,31-33} In addition, the use of HF in practice may cause health risks, such as contact burns, blindness and irritation.³⁴⁻
³⁵ Coupling these negatives with the finding that adequate bond strength can be obtained between the resin composite and ceramic without the application of HF has led some authors to suggest that the use of HF can be eliminated.^{17,23}

In the current study, the ceramic discs were polished to standardize the ceramic surface and to eliminate the increased roughening as a result of micromechanical retention. The results of this study suggest that the interaction between the evaluated ceramic and resin cement is primarily chemical and not mechanical, as specimens not treated with HF showed similar bond strengths as those conditioned with HF. This finding agrees with those reported in previous studies, which showed no significant changes in the bond strength of resin cements with prior HF conditioning of a lithium disilicate-based ceramic.^{23,30,36}

Silane participates effectively in the adhesive cementation process of dental ceramics and ensures the chemical bonding of the inorganic components of the ceramic with the organic components of the resin cement.²⁹ Silane works as a mediator, promoting the bond between the organic and inorganic matrix through a double reactive process. Silane is an organo-functional ester with the general formula $R-Y-SiX_3$, where R is a non-hydrolysable organic group, Y is a coupling agent (typically a polypropylene) and X is a hydrolyzable group.³⁷ These groups have dual reactivity, such that the non-hydrolyzable functional group is attached to the carbon of the resinous agent by a double bond, while the hydrolyzable alkoxy group (e.g., methoxy-O-CH₃, ethoxy-O-CH₂CH₃) reacts with hydroxyl groups, found in abundance on the ceramic surface.¹⁷ One complication with this process is that the surface of the ceramic absorbs water when the ceramic is rinsed following conditioning; this absorption compromises the silane bonding because the hydroxyl groups of the ceramic are bonded to water.^{10,37}

The bonding quality of the silane agent depends not only on technical specifications (solution pH, concentration, solvent nature and hydrolysis time) but also on the application protocol used (drying conditions, silane evaporation time, temperature, and humidity).^{38,39} When reactivity increases, covalent bonds improve,^{35,41-42} and if the outermost film of the silane is removed, only the most stable and chemically reactive layer remains.⁴²⁻⁴⁵ To accelerate the chemical interaction mechanism between silane and inorganic surfaces, the reaction may

be catalyzed by heat treatment³⁴⁻³⁶ or moderate acidification.^{22,40}

Post-silanization drying with hot air at temperatures ranging from 38° C to 100° C has been shown to significantly increase the bond strength between the ceramic and resin cement.^{17,29,41-42} A rise in temperature increases the reactivity of the silane molecules, improving the covalent bonds during silanization.^{35,41,42} Several studies have also demonstrated that this type of treatment allows the removal of the outermost film of the silane, leaving only the most stable and chemically reactive layer.⁴²⁻⁴⁴ Roulet et al.,⁴⁵ varying the silane drying temperature, reported that an air blast at 100° C for 60 seconds significantly increased the shear bond strength compared to drying at room temperature for the same length of time. Thus, appropriate heat treatment of the silane negates micromechanical retentions because the heat causes evaporation and adsorption of the silane into the ceramic surface.⁴²

Cotes et al.⁴⁶ conducted a study where silanized feldspathic ceramic specimens were treated in an oven at 100° C or with an air blast at 50° C. The results for the control group, which was only conditioned with HF and silanized, showed higher bond strength than groups without conditioning and with silane heating, which led the authors to conclude that the heat treatment of pre-hydrolyzed silanes does not replace the use of HF in feldspathic ceramics.⁴⁶ Based on this conclusion, the present study did not use the heating technique because pre-hydrolyzed silane would not respond well to high temperatures.

Phosphoric acid does not alter the morphology of the ceramic surface and, therefore, should only be used as a cleaning agent.⁴⁷ However, as with any acidic substance, phosphoric acid has the ability to clean the surface by removing fluoride salts and reducing the pH of the ceramic surface, which can optimize the activation of the silane agent.^{21,22,40} The reaction between the methoxysilane (Si)-CH₃ of the silane agent and the OH group of the ceramic surface, forming siloxane bonds, is initiated and accelerated by an acidic catalysis.²¹ Silanes containing phosphatized functional monomers do not require the surface to have a lower pH to increase the number of hydrolyzed molecules. The effectiveness of non-phosphatized silanes, as used in this study, depends on the concentration of H⁺ ions on the ceramic surface.²¹ Aida et al.⁴⁸ reported that the acid component of silane increases the formation of siloxane bonds and improves the bond between ceramic and resin agents, even without HF conditioning. Thus, the use of

an acid on the surface improves the reaction with silane, as shown in the current study, where acidity promoted cleaning and increased the effectiveness of the silane, regardless of the ceramic surface treatment.

Among the existing adhesive cementation protocols for feldspar and lithium disilicate ceramic restorations, glassy matrix ceramic surface conditioning with HF followed by the application of a silane agent remains the most commonly used method for obtaining adequate bond strength. The current study demonstrated that preconditioning to increase mechanical retention may be replaced by moderate acidification with a less corrosive acid, with the use of silane at temperatures of 5° C to 23° C, and with proper evaporation of the solvent with air blast.

CONCLUSION

Within the limitations of this study, the following conclusions can be reached:

- treatment with HF did not affect the bond strength between dual resin cement and lithium disilicate ceramic;
- silane temperature did not affect the bond strength between the lithium disilicate ceramic and resin cement, regardless of the pre-treatment used;
- moderate acidification with phosphoric acid increased the bond strength of the cement and lithium disilicate.

REFERENCES

1. Garber DA, Goldstein RE & Feinman RA (1998) Porcelain laminate veneers. Quintessence; Chicago: 11-50.
2. Della Bona A & Anusavice KJ (2002) Microstructure, composition and etching topography of dental ceramics. International Journal of Prosthodontics; 15(2): 159-167.
3. Guess PC, Strub JR, Steinhart N, Wolkewitz M & Stappert CF. (2009) All-ceramic partial coverage restorations: Midterm results of a 5-year prospective clinical splitmouth study. Journal Dentistry; 37(8): 627-637.10.101
4. Fradeani M, Redemagni M & Corrado M. (2005) Porcelain laminate veneers: 6- to 12-year clinical evaluation—a retrospective study.

- International Journal Periodontics Restorative Dentistry; 25(1): 9-17.
5. Matinlinna JP, Lassila LV, Özcan M, Yli-Urpo A & Vallittu PK (2004) An introduction to silanes and their clinical applications in dentistry. *International Journal of Prosthodontics*; 17(2): 155-164.
 6. Saraçoğlu A, Cura C & Cotert HS (2004) Effect of various surface treatment methods on the bond strength of the heat-pressed ceramic samples. *Journal of Oral Rehabilitation*; 31(8): 790-797.
 7. De Carvalho RF, Martins ME, De Queiroz JR, Leite FP & Özcan M (2011) Influence of silane heat treatment on bond strength of resin cement to a feldspathic ceramic. *Dental Materials Journal*; 30(3): 392-397.
 8. Chen JH, Matsumura H & Atsuta M (1998) Effect of different etching periods on the bond strength of a composite resin to a machinable porcelain. *Journal of Dentistry*; 26(1): 53-58.
 9. Valandro LF, Della Bona A, Bottino MA & Neisser MP (2005) The effect of ceramic surface treatment on bonding to densely sintered alumina ceramic. *Journal of Prosthetic Dentistry* 93(3): 253-259.
 10. Brum R, Mazur R, Almeida J Borges G & Caldas D (2011) The influence of surface standardization of lithium disilicate glass ceramic on bond strength to a dual resin cement. *Operative Dentistry*; 36(5): 478-485.
 11. Jones GE, Boksman L & McConell RL (1989) Effect of etching technique on the clinical performance of porcelain veneers. *Quintessence Dent Technol*; 15: 635-637.
 12. Magne P, Kwon KR, Belser UC, Hodges JS & Douglas WH (1999) Crack propensity of porcelain laminate veneers: A simulated operator evaluation. *Journal of Prosthetic Dentistry*; 81(3): 327-334.
 13. Torres SMP, Borges GA, Spohr AM, Cury AADB, Yadav S & Platt JA (2009) The effect of surface treatments on the micro-shear bond strength of a resin luting agent and four all-ceramic systems. *Operative Dentistry*; 34(4): 399-407.
 14. Guarda GB, Correr AB, Gonçalves LS, Costa AR, Borges GA, Sinhorette MAC & Correr-Sobrinho L (2013) Effects of surface treatments, thermocycling, and cyclic loading on the bond strength of a resin cement bonded to a lithium disilicate glass ceramic. *Operative Dentistry*; 38(2): 208-217.
 15. Debnath S, Wunder SL, McCool JI & Baran GR (2003) Silane treatment effects on glass/resin interfacial shear strengths. *Dental Materials*; 19(5): 441-448.
 16. Jardel U, Degrange M, Picard B & Derrien G (1999) Surface energy of etched ceramic International. *Journal of Prosthodontics*; 12(5): 415-418.
 17. Shen C, Oh WS & Williams JR (2004) Effect of post-silanization drying on the bond strength of composite to ceramic. *Journal of Prosthetic Dentistry*;

- 91(5): 453-458.
18. Matinlinna JP & Vallittu PK (2007) Bonding of resin composites to etchable ceramic surfaces – an insight review of the chemical aspects on surface conditioning. *Journal of Oral Rehabilitation*; 34(8): 622-630.
 19. Hooshmand T, van Noort R & Keshvad A (2002) Bond durability of the resin-bonded and silane treated ceramic surface. *Dental Materials*; 18(2): 179-188.
 20. Fabianelli A, Poiington S, Papacchini F, Goracci C, Cantoro A, Ferrari M & van Noort R. (2010) The effect of different surface treatments on bond strength between leucite reinforced feldspathic ceramic and composite resin. *Journal of Dentistry*; 38(1): 39-43.
 21. Foxton RM, Nakajima M, Hiraishi N, Kitasako Y, Tagami J, Nomura S & Miura H (2003) Relationship between ceramic primer and ceramic surface pH on the bonding of dual-cure resin cement to ceramic. *Dental Materials*; 19(8): 779-789.
 22. Ruttermann S, Fries L, Raab WH & Janda R (2008) The effect of different bonding techniques on ceramic/resin shear bond strength. *Journal Adhesive Dentistry*; 10(3): 197-203.
 23. Meng X, Yoshida K & Atsuta M (2008) Microshear bond strength of resin bonding systems to machinable ceramic with different surface treatments. *The Journal of Adhesive Dentistry*; 10(3): 189-196.
 24. Fabianelli A, Pollington S, Papacchini F, Goracci C, Cantoro A, Ferrari M & van Noort R (2010) The effect of different surface treatments on bond strength between leucite reinforced feldspathic ceramic and composite resin. *Journal of Dentistry*; 38(1): 39-43.
 25. Luo XP, Silikas N, Allaf M, Wilson NHF & Watts DC (2001) AFM and SEM study of the effects of etching on IPS Empress 2tm dental ceramic. *Surface Science*; 491(3): 388-394.
 26. Borges GA, Sophr AM, de Goes MF, Sobrinho LC & Chan DC (2003) Effect of etching and airborne particle abrasion on the microstructure of different dental ceramics. *Journal of Prosthetic Dentistry*; 89(5): 479-488.
 27. Meyer Filho A & Nunes de Souza C (2005) Demystifying cimentação of adhesive restorations ceramics. *Clínica International Journal of Brazilian Dentistry*; 1(1): 50-57.
 28. Camargo FP (2002) Effect of thermocycling on the adhesion between ceramic lithium disilicate and a resin cement. *Pesquisa Odontológica Brasileira*; 16: 83.
 29. Peixoto LMF, Batitucci E, Daroz CBS & Sampaio FHR (2013) Silane heat treatment to improve cementation of ceramic dental restorations. *Cerâmica*; 59: 460-465.
 30. Sato TP, Cotes C, Yamamoto LT, Rossi NR, Macedo VC & Kimpara ET

- (2013) Flexural strength of a pressable lithium disilicate ceramic: Influence of surface treatments. *Applied Adhesion Science*; 1(7): 1-5.
31. Holland W, Schweiger M, Frank M & Rheinberger V (2000) A comparison of the microstructure and properties of the IPS Empress 2 and the IPS Empress glass-ceramic. *J Biomed Material Restorative*; 53 (4): 297.
 32. Della Bona A, Anusavice KJ & Mecholsky JJ Jr (2003) Failure analysis of resin composite bonded to ceramic. *Dental Materials*; 19(8): 693-699.
 33. Della Bona A, Anusavice KJ & Mecholsky JJ Jr (2006) Apparent interfacial fracture toughness of resin/ceramic systems. *Journal of Dental Research*; 85(11): 1037-1041.
 34. Özcan M, Allahbeickaraghi A & DüNDAR M (2012) Possible hazardous effects of hydrofluoric acid and recommendations for treatment approach: A review. *Clinical Oral Investigation*; 16(1): 15-23.
 35. Yucel MT, Aykent F, Akman S & Yondem I (2012) Effect of surface treatment methods on the shear bond strength between resin cement and all-ceramic core materials. *Journal of Non-Crystalline Solids*; 358(5): 925-930.
 36. Zogheib LV, Della Bona A, Kimpara ET & McCabe JF (2011) Effect of hydrofluoric acid etching duration on the roughness and flexural strength of a lithium disilicate-based glass ceramic. *Journal of Brazilian Dentistry*; 22(1): 45-50..
 37. Matinlinna JP & Vallittu PK (2007) Bonding of resin composites to etchable ceramic surfaces – an insight review of the chemical aspects on surface conditioning. *Journal of Oral Rehabilitation*; 34(8): 622-630.
 38. Abel ML, Aiiington LD, Digby RP, Porritt N, Shaw SJ & Watts JF (2006) Understanding the relationship between silane application conditions, bond durability and locus of failure. *International Journal of Adhesion and Adhesives*; 26(1-2): 2-15.
 39. Corazza PH, Cavalcanti SC, Queiroz JR, Bottino MA & Valandro LF (2013) Effect of post-silanization heat treatments of silanized feldspathic ceramic on adhesion to resin cement. *Journal of Adhesive Dentistry*; 15(5): 473-479.
 40. Altmann S & Pfeiffer J (2003) The hydrolysis/condensation behaviour of methacryloyloxyalkyl functional alkoxy silanes: Structure-reactivity relations. *Monatshefte für Chemie*; 134: 1081-1092.
 41. Monticelli F, Toledano M, Osorio R & Ferrari M (2006) Effect of temperature on the silane coupling agents when bonding core resin to quartz fiber posts. *Dental Materials*; 22(11): 1024-1028.
 42. Hooshmand T, van Noort R & Keshvad A (2002) Bond durability of the resin bonded and silane treated ceramic surface. *Dental Materials*; 18(2): 179-188.

43. Hooshmand T, van Noort R & Keshvad A (2004) Storage effect of a pre-activated silane on the resin to ceramic bond. *Dental Materials*; 20(7): 635-642.
44. Queiroz JRC, Benetti P, Ozcan M, de Oliveira LF, Della Bona A, Takahashi FE & Bottino MA (2012) Surface characterization of feldspathic ceramic using ATR FT-IR and ellipsometry after various silanization protocols. *Dental Materials*; 28(2): 189-196.
45. Roulet JF, Söderholm KJ & Longmate J (1995) Effects of treatment and storage conditions on ceramic/composite bond strength. *Journal of Dental Research*; 74(1): 381-387.
46. Cotes C, de Carvalho RF, Kimparac ET, Leited FPP & Özcan M (2013) Can heat treatment procedures of pre-hydrolyzed silane replace hydrofluoric acid in the adhesion of resin cement to feldspathic ceramic? *Journal of Adhesive Dentistry*; 15(6): 569-574.
47. Belli R, Guimarães JC, Filho AM & Vieira LC (2010) Post-etching cleaning and resin/ceramic bonding: Microtensile bond strength and EDX analysis. *Journal of Adhesive Dentistry*; 12(4): 295-303
48. Aida M, Hayakawa T & Mizukawa K (1995) Adhesion of composite to porcelain with various surface conditions. *Journal of Prosthetic Dentistry*; 73(5): 464-470.

ANEXOS

Anexo A – Ilustrações de Materiais e Métodos



Figura 1: Cilindro de cerâmica injetada a base de Dissilicato de Lítio incluída em resina acrílica.

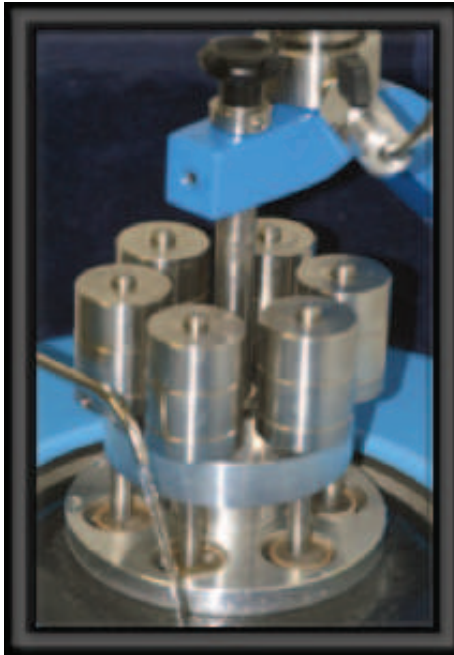


Figura 2: Politriz rotatória para polimento das superfícies dos espécimes de cerâmica.

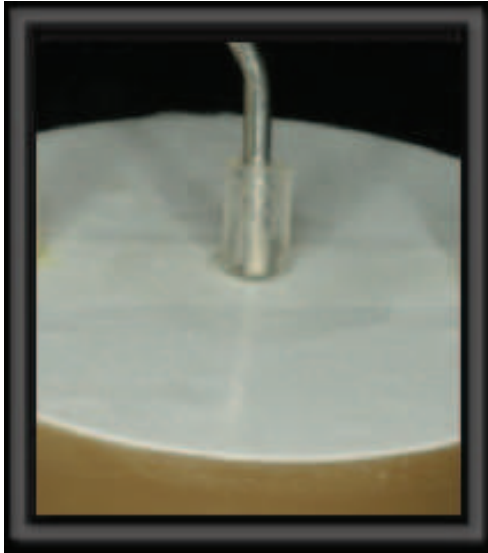


Figura 3: Tubo plástico posicionado para injetar o cimento resinoso com a ponta da seringa (Centrix).



Figura 4: Cilindros de cimento resinoso confeccionados após a remoção dos tubos plásticos.



Figura 5: Máquina de ensaio universal (EMIC).

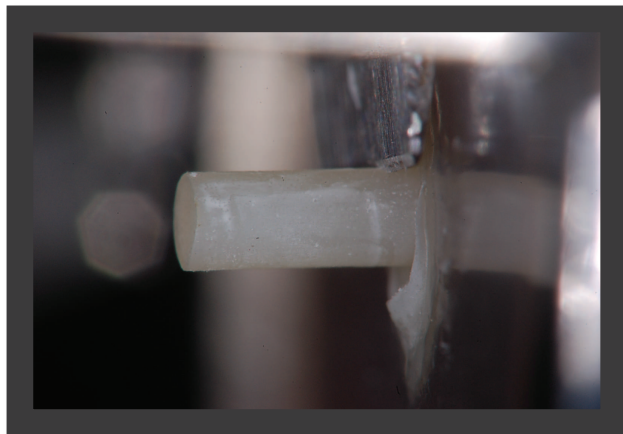


Figura 6: Espécime posicionado na máquina de testes universal para o teste de resistência ao microcisalhamento.

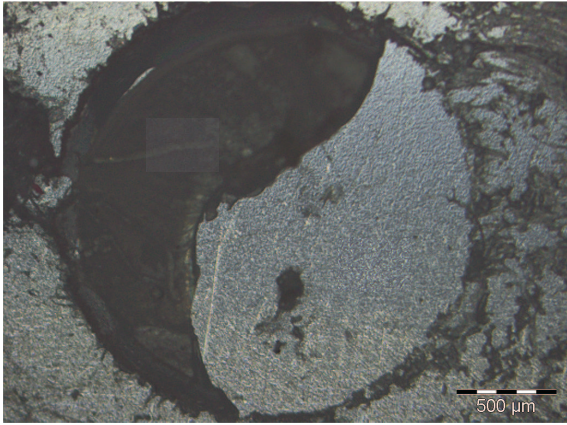
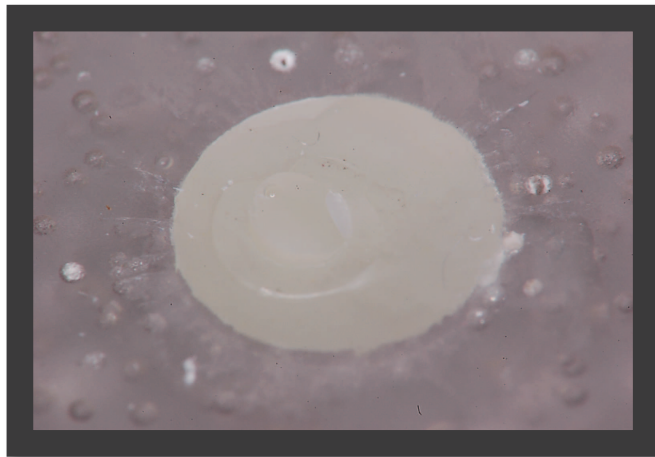


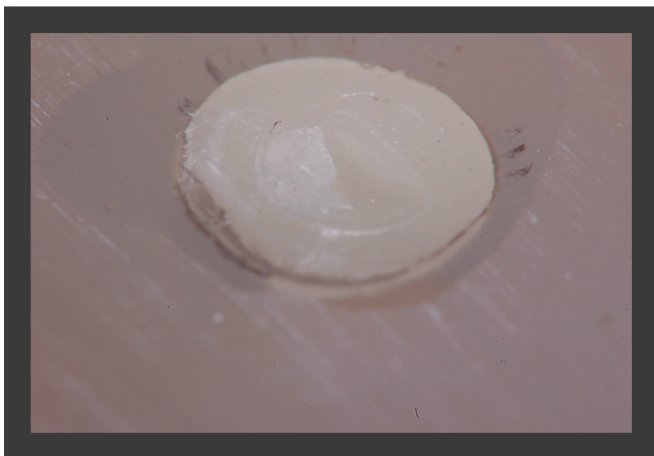
Figura 7: Microscopia óptica de uma falha do tipo mista. A – falha adesiva na interface cerâmica/cimento resinoso; B – falha coesiva no cimento resinoso.



A



B



C

Figura 8: Diferentes tipos de fraturas após o teste de resistência ao microcisalhamento.

A : Falha coesiva em cimento resinoso

B : Falha Mista

C : Falha coesiva em cerâmica

Anexo B – Tabelas de Análise Estatística

Teste de normalidade de Kolmogorov-Smirnov - Resistência ao cisalhamento (MPa) segundo Tratamento x Acidificação x Temperatura				
Tratamento x ácido x Temperatura	Statistic	df	Valor p	
Não condicionada/sem ácido/23 graus	0,187296248	30	0,99914	
Não condicionada/sem ácido/5 graus	0,187403089	30	0,99914	
Não condicionada/com ácido/23 graus	0,083513503	30	0,20000	
Não condicionada/com ácido/5 graus	0,136591069	30	0,18028	
Condicionada/sem ácido/23 graus	0,102758067	30	0,20000	
Condicionada/sem ácido/5 graus	0,126916476	30	0,20000	
Condicionada/com ácido/23 graus	0,136035908	30	0,18398	
Condicionada/com ácido/5 graus	0,157628134	30	0,05524	

Valor p < 0,05 indica que a variável não apresenta dist. Normal para o referido tratamento. Como apenas dois tratamentos não apresentaram dist. Normal, porém n = 30, utilizou-se o teste paramétrico ANOVA a três critérios, modelo fatorial completo, permitindo avaliar possíveis diferenças segundo cada fator e as interações entre eles, dois a dois e três a três.

Test of Homogeneity of Variance					
Resistência ao cisalhamento (MPa)	Based on Mean	Levene Statistic	df1	df2	Valor p
		0,8864	7	232	0,6179

Valor p > 0,05 indica que a variável apresenta homogeneidade de variâncias segundo os três fatores.

Resistência ao cisalhamento (MPa)									
Descriptives									
Tratamento	N	Mean	Std. Deviation	Std. Error	95% Confidence Interval for Mean		Minimum	Maximum	
					Lower Bound	Upper Bound			
Não condicionada	120	37,8925	11,32000	1,03337	35,8463	39,9387	12,00	61,00	
Condicionada	120	38,9900	9,81776	,87797	36,8515	40,3285	17,00	67,90	
Total	240	38,2413	10,48722	,87695	36,9077	39,5748	12,00	61,00	

Resistência ao cisalhamento (MPa)									
Descriptives									
Acidificação	N	Mean	Std. Deviation	Std. Error	95% Confidence Interval for Mean		Minimum	Maximum	
					Lower Bound	Upper Bound			
sem ácido	120	36,5117	10,10656	,92205	34,8548	38,3305	12,00	54,70	
com ácido	120	39,9708	10,61659	,96918	38,0518	41,8899	15,20	61,00	
Total	240	38,2413	10,48722	,87695	36,9077	39,5748	12,00	61,00	

Resistência ao cisalhamento (MPa)									
Descriptives									
Temperatura	N	Mean	Std. Deviation	Std. Error	95% Confidence Interval for Mean		Minimum	Maximum	
					Lower Bound	Upper Bound			
23 graus	120	38,4592	10,20523	,93161	36,6140	40,3038	15,20	61,00	
5 graus	120	38,0233	10,80026	,98992	36,0711	39,9756	12,00	58,80	
Total	240	38,2413	10,48722	,87695	36,9077	39,5748	12,00	61,00	

Resistência ao cisalhamento (MPa)									
Descriptives									
Tratamento x Acidificação	N	Mean	Std. Deviation	Std. Error	95% Confidence Interval for Mean		Minimum	Maximum	
					Lower Bound	Upper Bound			
Não condicionada/sem ácido	60	37,0050	10,92122	1,40992	34,1837	39,8303	12,00	52,00	
Não condicionada/com ácido	60	38,7800	11,72952	1,51427	35,7499	41,8101	15,20	61,00	
Condicionada/sem ácido	60	36,0183	9,28700	1,19895	33,6192	38,4174	17,00	54,70	
Condicionada/com ácido	60	41,1617	9,32033	1,20325	38,7540	43,6694	21,70	57,90	
Total	240	38,2413	10,48722	,87695	36,9077	39,5748	12,00	61,00	

Resistência ao cisalhamento (MPa)									
Descriptives									
Tratamento x Acidificação	N	Mean	Std. Deviation	Std. Error	95% Confidence Interval for Mean		Minimum	Maximum	
					Lower Bound	Upper Bound			
Não condicionada/sem ácido	60	37,0050	10,92122	1,40992	34,1837	39,8303	12,00	52,00	
Não condicionada/com ácido	60	38,7800	11,72952	1,51427	35,7499	41,8101	15,20	61,00	
Condicionada/sem ácido	60	36,0183	9,28700	1,19895	33,6192	38,4174	17,00	54,70	
Condicionada/com ácido	60	41,1617	9,32033	1,20325	38,7540	43,6694	21,70	57,90	
Total	240	38,2413	10,48722	,87695	36,9077	39,5748	12,00	61,00	

Resistência ao cisalhamento (MPa)									
Descriptives									
Tratamento x Temperatura	N	Mean	Std. Deviation	Std. Error	95% Confidence Interval for Mean		Minimum	Maximum	
					Lower Bound	Upper Bound			
Não condicionada/23 graus	60	38,1833	11,24493	1,45171	35,2785	41,0882	15,20	61,00	
Não condicionada/5 graus	60	37,6017	11,48199	1,48232	34,6366	40,5678	12,00	58,80	
Condicionada/23 graus	60	38,7350	9,13538	1,17937	36,3751	41,0949	17,50	54,70	
Condicionada/5 graus	60	38,4450	10,15234	1,31066	35,8224	41,0676	17,00	57,90	
Total	240	38,2413	10,48722	,87695	36,9077	39,5748	12,00	61,00	

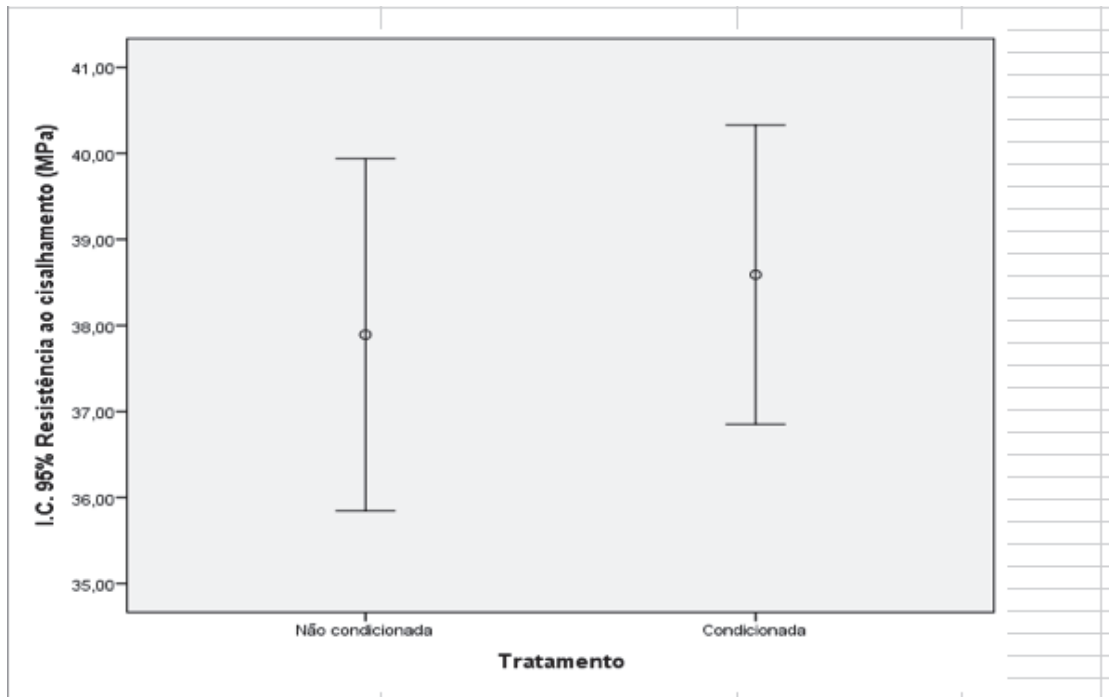
Resistência ao cisalhamento (MPa)									
Descriptives									
Acidificação x Temperatura	N	Mean	Std. Deviation	Std. Error	95% Confidence Interval for Mean		Minimum	Maximum	
					Lower Bound	Upper Bound			
sem ácido/23 graus	60	37,6177	9,88379	1,27599	34,8851	39,9509	17,50	54,70	
sem ácido/5 graus	60	36,6217	10,38034	1,33364	32,9511	38,2963	12,00	52,00	
com ácido/23 graus	60	39,5167	10,48260	1,35459	36,8061	42,2272	15,20	61,00	
com ácido/5 graus	60	40,4250	10,80834	1,39535	37,6329	43,2171	16,30	58,80	
Total	240	38,2413	10,48722	,87695	36,9077	39,5748	12,00	61,00	

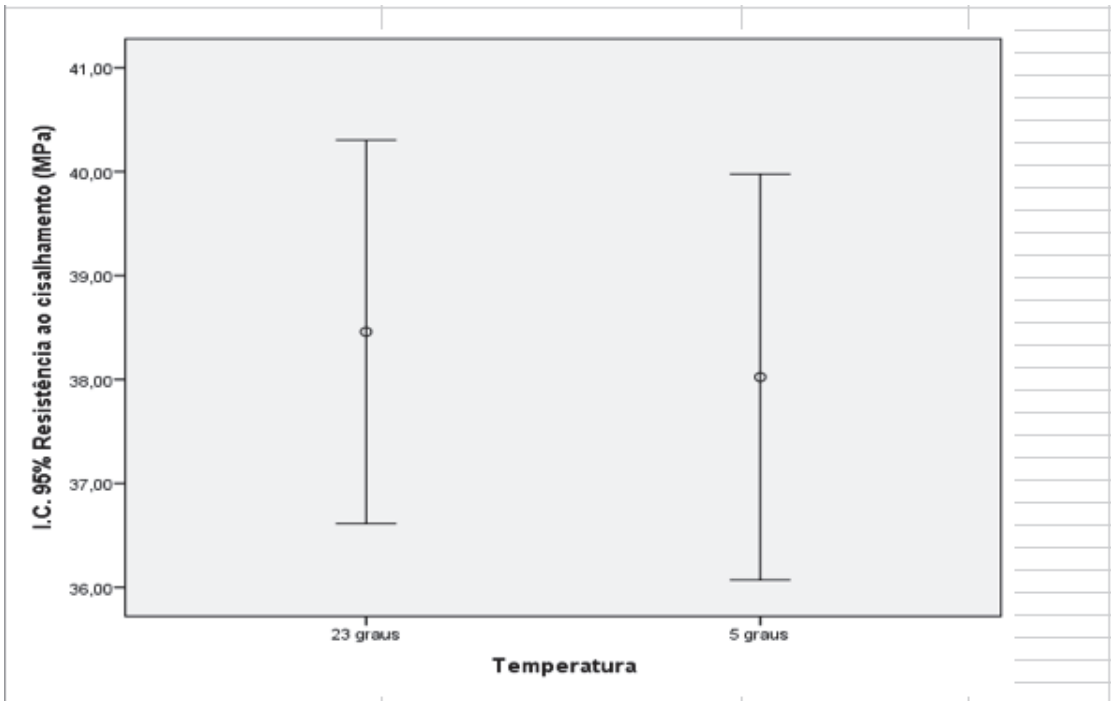
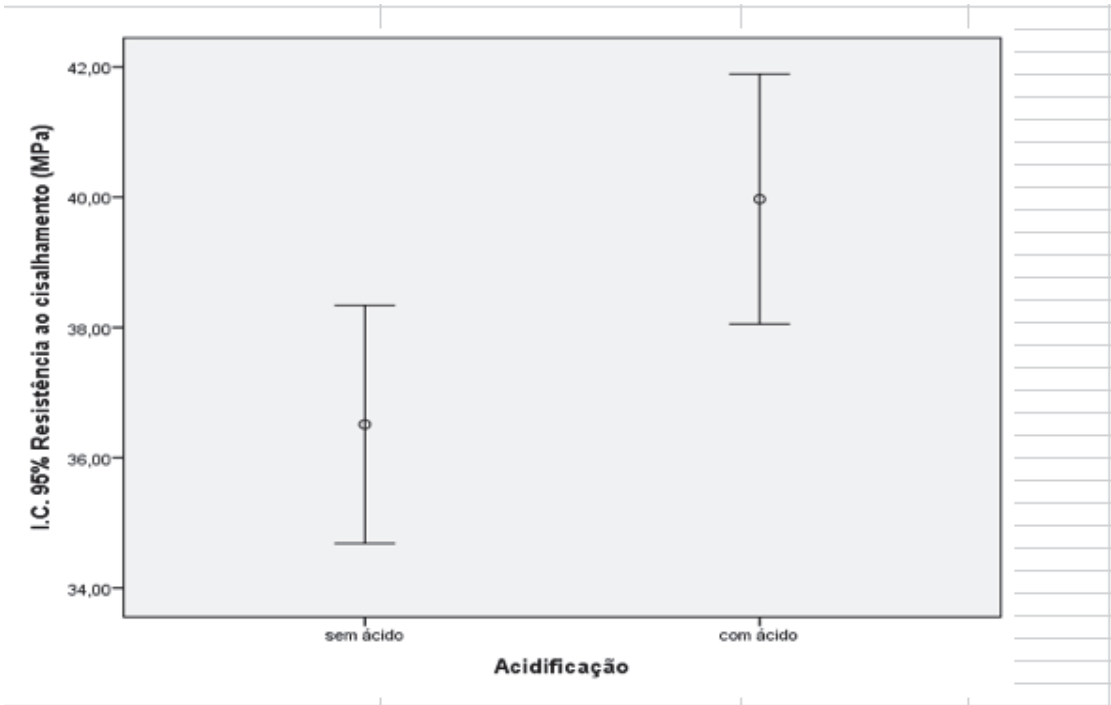
Descriptives									
Resistência ao cisalhamento (MPa)									
Tratamento x Acidificação x Temperatura	N	Mean	Std. Deviation	Std. Error	95% Confidence Interval for Mean		Minimum	Maximum	
					Lower Bound	Upper Bound			
Não condicionada/sem ácido/23 graus	30	37,7533	10,13222	1,84990	33,9590	41,5388	20,80	50,20	
Não condicionada/sem ácido/5 graus	30	36,2567	11,78268	2,15125	31,8569	40,6565	12,80	52,00	
Não condicionada/com ácido/23 graus	30	38,6133	12,41817	2,28724	33,9763	43,2504	16,20	61,60	
Não condicionada/com ácido/5 graus	30	38,9467	11,20889	2,04645	34,7612	43,1321	16,30	58,80	
Condicionada/sem ácido/23 graus	30	37,0500	9,78915	1,78725	33,3947	40,7053	17,50	54,70	
Condicionada/sem ácido/5 graus	30	34,9867	8,80007	1,60067	31,7007	38,2727	17,30	49,90	
Condicionada/com ácido/23 graus	30	40,4200	8,25145	1,50650	37,3399	43,5011	22,80	52,10	
Condicionada/com ácido/5 graus	30	41,9033	10,38860	1,89304	38,0316	45,7750	21,70	57,90	
Total	240	38,2413	10,48722	0,7695	36,9077	39,5748	12,80	61,60	

Tests of Between-Subjects Effects						
Dependent Variable: Resistência ao cisalhamento (MPa)						
	Type III Sum of Squares	df	Mean Square	F	Sig.	Observed Power
Tratamento	28,190	1	28,190	,268	0,6070	0,0810
Acidificação	717,950	1	717,950	6,600	0,0150	0,7252
Temperatura	11,397	1	11,397	,105	0,7465	0,0820
Tratamento * ácido	170,185	1	170,185	1,565	0,2123	0,2382
Tratamento * Temperatura	1,276	1	1,276	,012	0,9138	0,0513
Acidificação * temperatura	108,407	1	108,407	,997	0,3192	0,1888
Tratamento * Acidificação * Temperatura	11,551	1	11,551	,102	0,7502	0,0616
Error	26236,185	232	108,777			
Total	377260,010	240				
Corrected Total	26255,542	239				

b. Computed using alpha = ,05

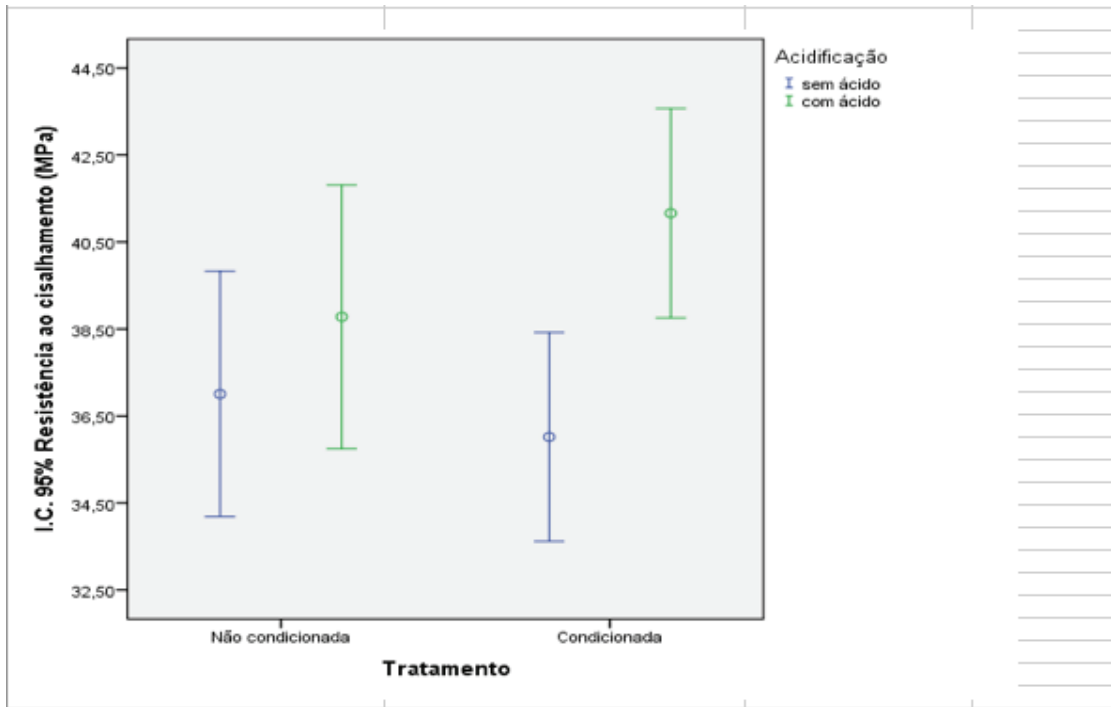
Existe diferença nos valores médios de Resistência ao cisalhamento (MPa) segundo Acidificação, não existindo interação entre os fatores analisados.



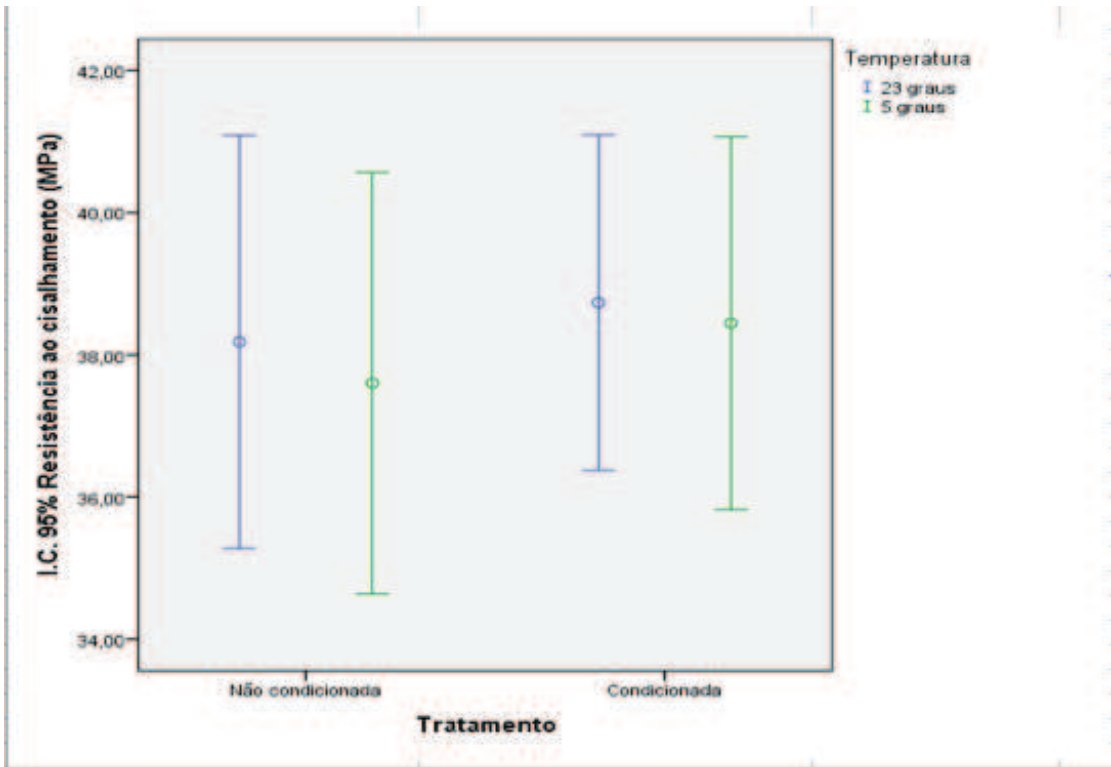


Multiple Comparisons						
Dependent Variable: Resistência ao cisalhamento (MPa)						
(I) Tratamento x Acidificação		Mean Difference (I-J)	Std. Error	Sig.	95% Confidence Interval	
					Lower Bound	Upper Bound
Não condicionada/sem ácido	Não condicionada/com ácido	-1,77500	1,89291	0,7846	-6,8728	3,1228
	Condicionada/sem ácido	,98667	1,89291	0,9539	-3,9111	5,8844
Não condicionada/com ácido	Condicionada/com ácido	-4,16667	1,89291	0,1273	-9,0544	,7411
	Não condicionada/sem ácido	1,77500	1,89291	0,7846	-3,1228	6,6728
Condicionada/sem ácido	Condicionada/com ácido	2,76167	1,89291	0,4641	-2,1361	7,6594
	Não condicionada/com ácido	-2,38167	1,89291	0,6905	-7,2794	2,5161
Condicionada/com ácido	Não condicionada/sem ácido	-,98667	1,89291	0,9539	-5,8844	3,9111
	Condicionada/sem ácido	-2,76167	1,89291	0,4641	-7,6594	2,1361
Condicionada/sem ácido	Condicionada/com ácido	-5,14333	1,89291	0,0384	-10,0411	-,2456
	Não condicionada/sem ácido	4,16667	1,89291	0,1273	-,7411	9,0644
Condicionada/com ácido	Não condicionada/com ácido	2,38167	1,89291	0,6905	-2,5161	7,2794
	Condicionada/sem ácido	5,14333	1,89291	0,0384	-,2456	10,0411

*. The mean difference is significant at the 0.05 level.



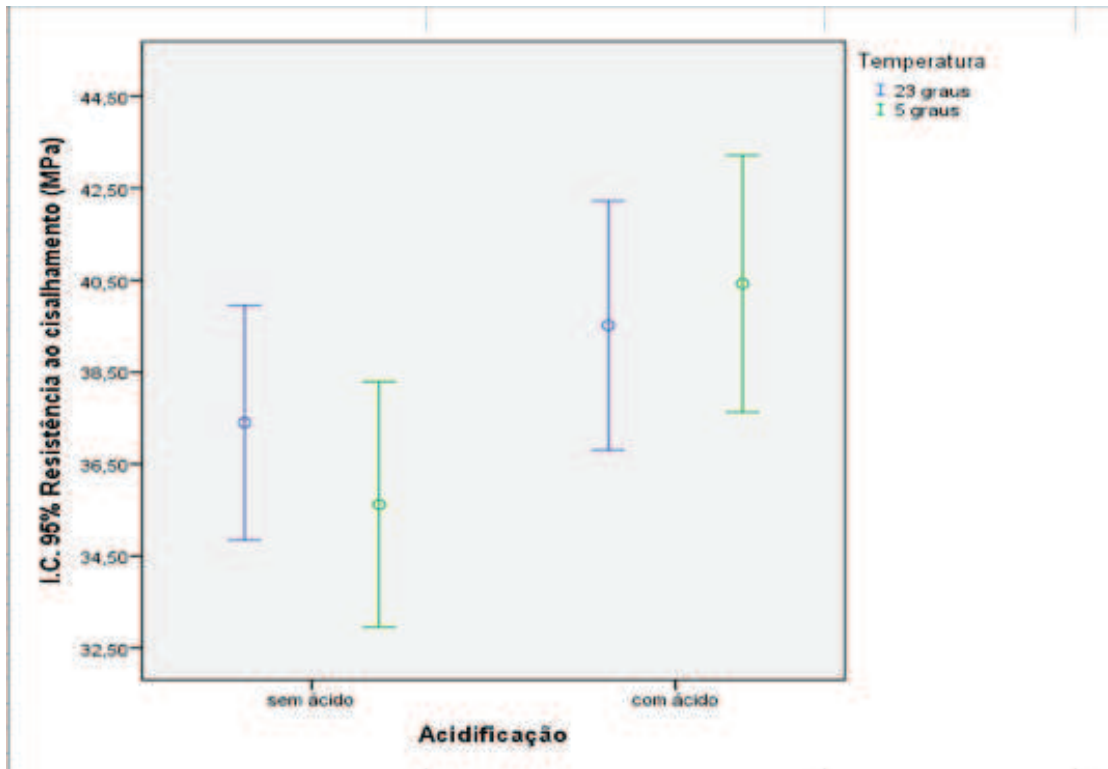
Multiple Comparisons						
Dependent Variable: Resistência ao cisalhamento (MPa)						
(I) Tratamento x Temperatura		Mean Difference (I-J)	Std. Error	Sig.	95% Confidence Interval	
					Lower Bound	Upper Bound
Não condicionada/23 graus	Não condicionada/5 graus	,68167	1,92529	0,9904	-4,3999	5,6632
	Condicionada/23 graus	-,65167	1,92529	0,9918	-5,5332	4,4299
Não condicionada/5 graus	Condicionada/5 graus	-,26167	1,92529	0,9991	-5,2432	4,7199
	Não condicionada/23 graus	-,68167	1,92529	0,9904	-5,5632	4,3999
Condicionada/23 graus	Condicionada/5 graus	-1,13333	1,92529	0,9354	-6,1149	3,8482
	Não condicionada/5 graus	-,84333	1,92529	0,9718	-5,8249	4,1382
Condicionada/5 graus	Não condicionada/23 graus	,65167	1,92529	0,9918	-4,4299	5,5332
	Condicionada/5 graus	1,13333	1,92529	0,9354	-3,8482	6,1149
Condicionada/5 graus	Não condicionada/23 graus	,29000	1,92529	0,9988	-4,6916	5,2716
	Não condicionada/5 graus	,26167	1,92529	0,9991	-4,7199	5,2432
Condicionada/23 graus	Não condicionada/5 graus	,84333	1,92529	0,9718	-4,1382	5,8249
	Condicionada/5 graus	-,29000	1,92529	0,9988	-5,2716	4,6916



Multiple Comparisons

Dependent Variable: Resistência ao cisalhamento (MPa)

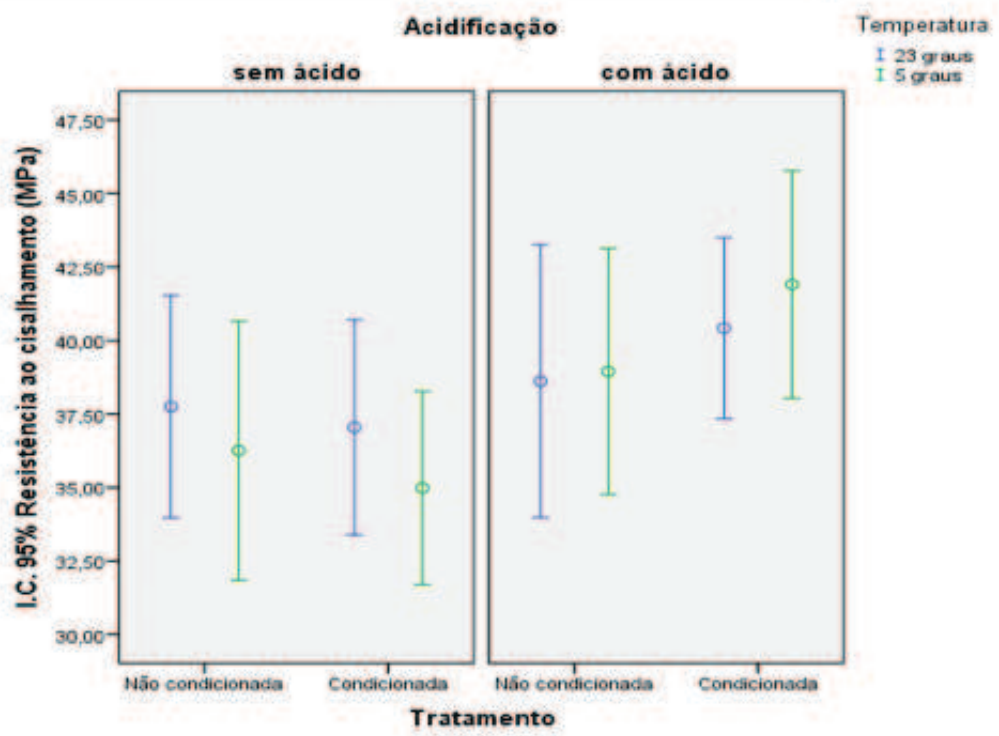
(I) Acidificação x Temperatura		Mean Difference (I-J)	Std. Error	Sig.	95% Confidence Interval	
					Lower Bound	Upper Bound
sem ácido/23 graus	sem ácido/5 graus	1,78000	1,89587	0,7839	-3,1294	6,6894
	com ácido/23 graus	-2,11500	1,89587	0,0803	-7,0204	2,7904
sem ácido/5 graus	com ácido/5 graus	-3,02333	1,89587	0,3836	-7,9288	1,8821
	sem ácido/23 graus	-1,78000	1,89587	0,7839	-6,6894	3,1294
com ácido/23 graus	com ácido/23 graus	-3,89600	1,89587	0,1713	-5,8004	1,0104
	com ácido/5 graus	-4,80333	1,89587	0,0574	-6,7088	1,021
com ácido/5 graus	sem ácido/23 graus	2,11500	1,89587	0,0803	-2,7904	7,0204
	sem ácido/5 graus	3,89600	1,89587	0,1713	-1,0104	8,8004
com ácido/23 graus	com ácido/5 graus	-3,08333	1,89587	0,0637	-5,8136	3,9071
	sem ácido/23 graus	3,02333	1,89587	0,3836	-1,8821	7,9288
com ácido/5 graus	sem ácido/5 graus	4,80333	1,89587	0,0574	-1,021	9,7088
	com ácido/23 graus	3,08333	1,89587	0,0637	-3,9071	5,8136



Multiple Comparisons

Dependent Variable: Resistência ao cisalhamento (MPa)

II Tratamento x Acidificação x Temperatura		Mean Difference (I, J)	Std. Error	Sig.	95% Confidence Interval	
					Lower Bound	Upper Bound
Não condicionada/sem ácido/23 graus	Não condicionada/sem ácido/5 graus	1.49667	2.69291	0.9993	-9.7405	9.7332
	Não condicionada/com ácido/23 graus	-.86000	2.69291	1.0000	-9.0971	7.3771
	Não condicionada/com ácido/5 graus	-1.19333	2.69291	0.9996	-9.4305	7.0436
	Condicionada/sem ácido/23 graus	.70333	2.69291	1.0000	-7.5338	8.9405
	Condicionada/sem ácido/5 graus	2.78667	2.69291	0.9699	-5.4705	11.0038
	Condicionada/com ácido/23 graus	-2.66667	2.69291	0.9755	-10.9038	5.5705
Não condicionada/sem ácido/5 graus	Condicionada/com ácido/5 graus	-4.18000	2.69291	0.7843	-12.3871	4.0871
	Não condicionada/sem ácido/23 graus	-1.49667	2.69291	0.9993	-9.7338	6.7405
	Não condicionada/com ácido/23 graus	-2.35667	2.69291	0.9880	-10.5938	5.8805
	Não condicionada/com ácido/5 graus	-2.69000	2.69291	0.9742	-10.9271	5.5471
	Condicionada/sem ácido/23 graus	-.79333	2.69291	1.0000	-9.0305	7.4436
	Condicionada/sem ácido/5 graus	1.27000	2.69291	0.9996	-6.9671	9.5071
Não condicionada/com ácido/23 graus	Condicionada/com ácido/23 graus	-4.16333	2.69291	0.7815	-12.4005	4.0736
	Condicionada/sem ácido/5 graus	-5.64667	2.69291	0.4200	-13.8838	2.5905
	Não condicionada/sem ácido/23 graus	.86000	2.69291	1.0000	-7.3771	9.0971
	Não condicionada/sem ácido/5 graus	2.35667	2.69291	0.9880	-6.8805	10.9338
	Não condicionada/com ácido/5 graus	-.33333	2.69291	1.0000	-8.5705	7.9036
	Condicionada/sem ácido/23 graus	1.59333	2.69291	0.9991	-6.6738	9.8005
Não condicionada/com ácido/5 graus	Condicionada/sem ácido/5 graus	3.62667	2.69291	0.8738	-4.6105	11.8638
	Condicionada/com ácido/23 graus	-1.80667	2.69291	0.9977	-10.0438	6.4305
	Condicionada/com ácido/5 graus	-3.29000	2.69291	0.9248	-11.5271	4.9471
	Não condicionada/sem ácido/23 graus	1.19333	2.69291	0.9998	-7.0438	9.4305
	Não condicionada/sem ácido/5 graus	2.69000	2.69291	0.9742	-5.5471	10.9271
	Não condicionada/com ácido/23 graus	-.33333	2.69291	1.0000	-7.9038	6.8705
Condicionada/sem ácido/23 graus	Condicionada/sem ácido/5 graus	1.89667	2.69291	0.9968	-6.3405	10.1338
	Condicionada/com ácido/5 graus	3.96000	2.69291	0.8223	-4.2771	12.1971
	Condicionada/com ácido/23 graus	-1.47333	2.69291	0.9994	-9.7105	6.7838
	Condicionada/sem ácido/5 graus	-2.95667	2.69291	0.9568	-11.1938	5.2805
	Não condicionada/sem ácido/23 graus	-.70333	2.69291	1.0000	-8.9405	7.5338
	Não condicionada/sem ácido/5 graus	-.79333	2.69291	1.0000	-7.4438	9.0305
Condicionada/sem ácido/5 graus	Não condicionada/com ácido/23 graus	-1.56333	2.69291	0.9991	-9.8005	6.6738
	Não condicionada/com ácido/5 graus	-1.89667	2.69291	0.9968	-10.1338	6.3405
	Condicionada/sem ácido/5 graus	2.06333	2.69291	0.9546	-6.1738	10.3005
	Condicionada/com ácido/23 graus	-3.37000	2.69291	0.8153	-11.6071	4.8671
	Condicionada/com ácido/5 graus	-4.85333	2.69291	0.6192	-13.0905	3.3838
	Condicionada/sem ácido/23 graus	-2.76667	2.69291	0.9699	-11.0038	5.4705
Condicionada/com ácido/23 graus	Não condicionada/sem ácido/5 graus	-1.27000	2.69291	0.9996	-9.5071	6.9671
	Não condicionada/com ácido/23 graus	-3.62667	2.69291	0.8738	-11.8638	4.6105
	Não condicionada/com ácido/5 graus	-3.96000	2.69291	0.8223	-12.1971	4.2771
	Condicionada/sem ácido/23 graus	-2.06333	2.69291	0.9946	-10.3005	6.1738
	Condicionada/com ácido/23 graus	-5.43333	2.69291	0.4723	-13.6705	2.8038
	Condicionada/com ácido/5 graus	-6.91667	2.69291	0.1730	-15.1538	1.3205
Condicionada/com ácido/5 graus	Não condicionada/sem ácido/23 graus	2.69667	2.69291	0.9755	-5.5705	10.9038
	Não condicionada/sem ácido/5 graus	4.18333	2.69291	0.7815	-4.0738	12.4005
	Não condicionada/com ácido/23 graus	1.89667	2.69291	0.9977	-6.4305	10.9438
	Não condicionada/com ácido/5 graus	1.47333	2.69291	0.9994	-6.7838	9.1071
	Condicionada/sem ácido/23 graus	3.37000	2.69291	0.8153	-4.8671	11.6071
	Condicionada/sem ácido/5 graus	5.43333	2.69291	0.4723	-8.8038	13.6705
Condicionada/com ácido/23 graus	Condicionada/com ácido/5 graus	-1.48333	2.69291	0.9993	-9.7205	6.7538
	Não condicionada/sem ácido/23 graus	4.19000	2.69291	0.7843	-4.0871	12.3871
	Não condicionada/sem ácido/5 graus	5.64667	2.69291	0.4200	-2.5905	13.8838
	Não condicionada/com ácido/23 graus	3.29000	2.69291	0.8248	-4.9471	11.5271
	Não condicionada/com ácido/5 graus	2.95667	2.69291	0.9568	-5.2805	11.1938
	Condicionada/sem ácido/23 graus	4.85333	2.69291	0.6192	-3.3838	13.0905
Condicionada/com ácido/5 graus	Condicionada/sem ácido/5 graus	6.91667	2.69291	0.1730	-1.3205	15.1538
	Condicionada/com ácido/23 graus	1.48333	2.69291	0.9993	-6.7838	9.7205



Anexo C – NORMAS DA REVISTA OPERATIVE DENTISTRY

Operative Dentistry requires electronic submission of all manuscripts. All submissions must be sent to Operative Dentistry using the Allen Track upload site. Your manuscript will only be considered officially submitted after it has been approved through our initial quality control check, and any problems have been fixed. You will have 6 days from when you start the process to submit and approve the manuscript. After the 6 day limit, if you have not finished the submission, your submission will be removed from the server. You are still able to submit the manuscript, but you must start from the beginning. Be prepared to submit the following manuscript files in your upload:

A Laboratory or Clinical Research Manuscript file must include:

- a title
- a running (short) title
- a clinical relevance statement
- a concise summary (abstract)
- introduction, methods & materials, results, discussion and conclusion
- references (see Below)

The manuscript **MUST NOT** include any:

- identifying information such as:
- Authors
- Acknowledgements
- Correspondence information
- Figures
- Graphs
- Tables

An acknowledgement, disclaimer and/or recognition of support (if applicable) must in a separate file and uploaded as supplemental material.

All figures, illustrations, graphs and tables must also be provided as individual files. These should be high resolution images, which are used by the editor in the actual typesetting of your manuscript. Please refer to the instructions below for acceptable formats.

All other manuscript types use this template, with the appropriate changes as listed below.

Complete the online form which includes complete author information and select the files you would like to send to Operative Dentistry. Manuscripts that do

not meet our formatting and data requirements listed below will be sent back to the corresponding author for correction.

GENERAL INFORMATION

All materials submitted for publication must be submitted exclusively to Operative Dentistry.

The editor reserves the right to make literary corrections.

Currently, color will be provided at no cost to the author if the editor deems it essential to the manuscript. However, we reserve the right to convert to gray scale if color does not contribute significantly to the quality and/or information content of the paper.

The author(s) retain(s) the right to formally withdraw the paper from consideration and/or publication if they disagree with editorial decisions.

International authors whose native language is not English must have their work reviewed by a native English speaker prior to submission.

Spelling must conform to the American Heritage Dictionary of the English Language, and SI units for scientific measurement are preferred.

While we do not currently have limitations on the length of manuscripts, we expect papers to be concise; Authors are also encouraged to be selective in their use of figures and tables, using only those that contribute significantly to the understanding of the research.

Acknowledgement of receipt is sent automatically. If you do not receive such an acknowledgement, please contact us at editor@jopdent.org rather than resending your paper.

IMPORTANT: Please add our e-mail address to your address book on your server to prevent transmission problems from spam and other filters. Also make sure that your server will accept larger file sizes. This is particularly important since we send page-proofs for review and correction as .pdf files.

REQUIREMENTS

FOR ALL MANUSCRIPTS

1. CORRESPONDING AUTHOR must provide a WORKING / VALID e-mail address which will be used for all communication with the journal.

NOTE: Corresponding authors MUST update their profile if their e-mail or postal address changes. If we cannot contact authors within seven days, their manuscript will be removed from our publication queue.

2. AUTHOR INFORMATION must include:

full name of all authors

complete mailing address for each author

degrees (e.g. DDS, DMD, PhD)

affiliation (e.g. Department of Dental Materials, School of Dentistry, University of Michigan)

3. MENTION OF COMMERCIAL PRODUCTS/EQUIPMENT must include:

full name of product

full name of manufacturer

city, state and/or country of manufacturer

4. MANUSCRIPTS AND TABLES must be provided as Word files. Please limit size of tables to no more than one US letter sized page. (8 ½" x 11")

5. ILLUSTRATIONS, GRAPHS AND FIGURES must be provided as TIFF or JPEG files with the following parameters

line art (and tables that are submitted as a graphic) must be sized at approximately 5" x 7" and have a resolution of 1200 dpi.

gray scale/black & white figures must have a minimum size of 3.5" x 5", and a maximum size of 5" x 7" and a minimum resolution of 300 dpi and a maximum of 400 dpi.

color figures must have a minimum size of 2.5" x 3.5", and a maximum size of 3.5" x 5" and a minimum resolution of 300 dpi and a maximum of 400 dpi.

color photographs must be sized at approximately 3.5" x 5" and have a resolution of 300 dpi.

OTHER MANUSCRIPT TYPES

1. CLINICAL TECHNIQUE/CASE STUDY MANUSCRIPTS must include:
 - a running (short) title
 - purpose
 - description of technique
 - list of materials used
 - potential problems
 - summary of advantages and disadvantages
 - references (see below)

2. LITERATURE AND BOOK REVIEW MANUSCRIPTS must include:
 - a running (short) title
 - a clinical relevance statement based on the conclusions of the review
 - conclusions based on the literature review...without this, the review is just an exercise
 - references (see below)

FOR REFERENCES

REFERENCES must be numbered (superscripted numbers) consecutively as they appear in the text and, where applicable, they should appear after punctuation.

The reference list should be arranged in numeric sequence at the end of the manuscript and should include:

1. Author(s) last name(s) and initial (ALL AUTHORS must be listed) followed by the date of publication in parentheses.
2. Full article title.
3. Full journal name in italics (no abbreviations), volume and issue numbers and first and last page numbers complete (i.e. 163-168 NOT attenuated 163-68).
4. Abstracts should be avoided when possible but, if used, must include the above plus the abstract number and page number.
5. Book chapters must include chapter title, book title in italics, editors' names (if appropriate), name of publisher and publishing address.

6. Websites may be used as references, but must include the date (day, month and year) accessed for the information.

7. Papers in the course of publication should only be entered in the references if they have been accepted for publication by a journal and then given in the standard manner with "In press" following the journal name.

8. DO NOT include unpublished data or personal communications in the reference list. Cite such references parenthetically in the text and include a date.

EXAMPLES OF REFERENCE STYLE

- Journal article: two authors

Evans DB & Neme AM (1999) Shear bond strength of composite resin and amalgam adhesive systems to dentin *American Journal of Dentistry* **12(1)** 19-25.

- Journal article: multiple authors

Eick JD, Gwinnett AJ, Pashley DH & Robinson SJ (1997) Current concepts on adhesion to dentin *Critical Review of Oral and Biological Medicine* **8(3)** 306-335.

- Journal article: special issue/supplement

Van Meerbeek B, Vargas M, Inoue S, Yoshida Y, Peumans M, Lambrechts P & Vanherle G (2001) Adhesives and cements to promote preservation dentistry *Operative Dentistry (Supplement 6)* 119-144.

- Abstract:

Yoshida Y, Van Meerbeek B, Okazaki M, Shintani H & Suzuki K (2003) Comparative study on adhesive performance of functional monomers *Journal of Dental Research* **82(Special Issue B)** Abstract #0051 p B-19.

- Corporate publication:

ISO-Standards (1997) ISO 4287 Geometrical Product Specifications Surface texture: Profile method – Terms, definitions and surface texture parameters Geneva: *International Organization for Standardization 1st edition* 1-25.

- Book: single author

Mount GJ (1990) *An Atlas of Glass-ionomer Cements* Martin Duntz Ltd, London.

- Book: two authors

Nakabayashi N & Pashley DH (1998) *Hybridization of Dental Hard Tissues* Quintessence Publishing, Tokyo.

- Book: chapter

Hilton TJ (1996) Direct posterior composite restorations In: Schwarts RS, Summitt JB, Robbins JW (eds) *Fundamentals of Operative Dentistry* Quintessence, Chicago 207-228.

- Website: single author

Carlson L (2003) Web site evolution; Retrieved online July 23, 2003 from: <http://www.d.umn.edu/~lcarlson/cms/evolution.html>

- Website: corporate publication

National Association of Social Workers (2000) NASW Practice research survey 2000. NASW Practice Research Network, 1. 3. Retrieved online September 8, 2003 from: <http://www.socialworkers.org/naswprn/default>

ANEXOS EM INGLÊS

APPENDICES

Appendix A – Illustrations of Materials and Methods



Figure 1: Lithium disilicate ceramic cylinder embedded in acrylic resin.



Figure 2: Polishing machine used for the flattening the ceramic specimen surfaces.

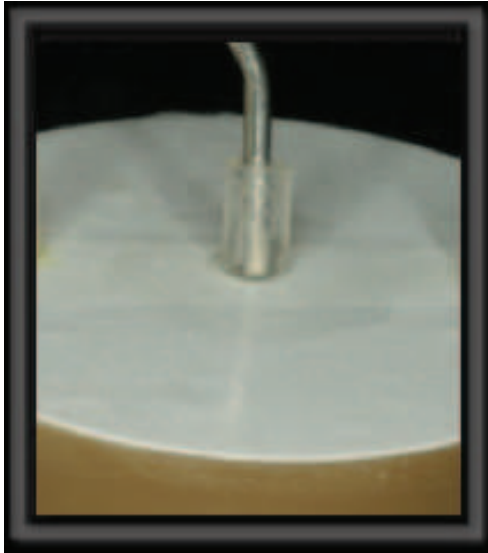


Figure 3: Plastic tube positioned for injecting the resin cement with the syringe tip (Centrix).



Figure 4: Resin cement cylinders bonded to the ceramic surfaces after the removal of plastic tubes.



Figure 5: Universal testing machine with the microshear bond strength testing device.

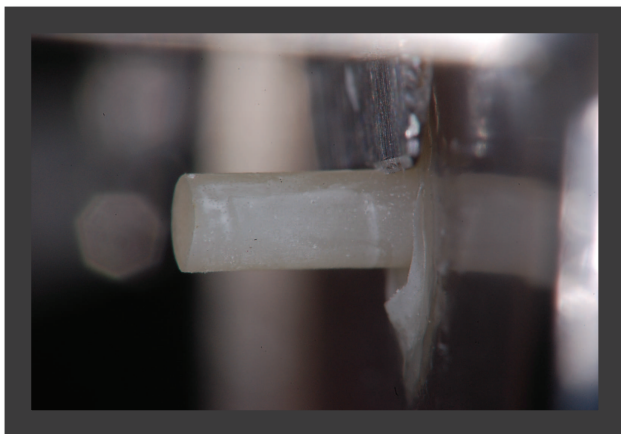


Figure 6: Specimen positioned in the universal testing machine for the microshear bond strength test.

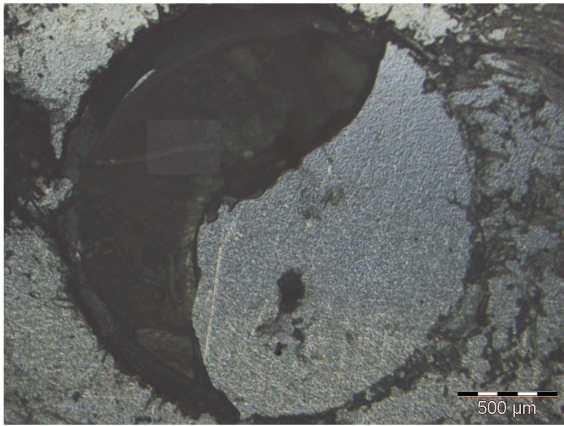
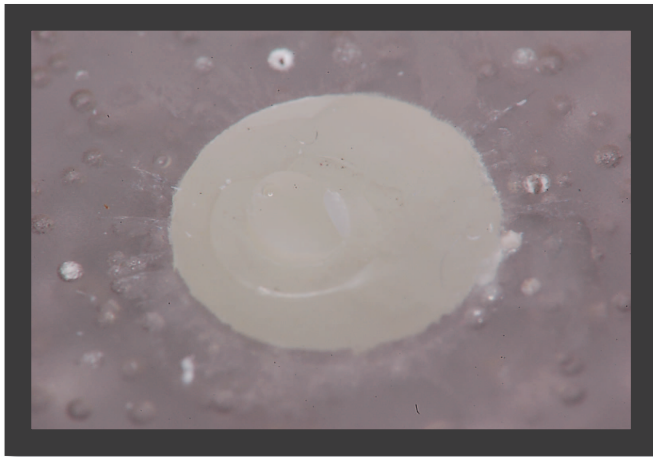


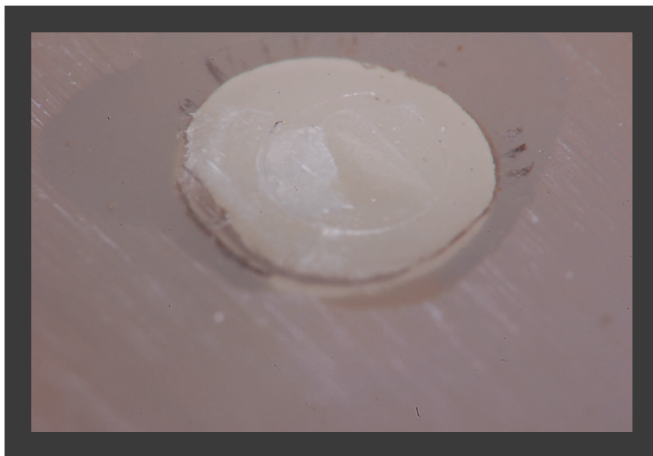
Figure 7: Fotomicrograph of a mixed-type failure. A – adhesive failure at the interface between ceramic and resin cement; B – cohesive failure in resin cement.



A



B



C

Figure 8: Different types of fractures observed after the microshear bond strength test. A: Cohesive failure in resin cement; B: Mixed failure; C: Cohesive failure in ceramic.

Appendix B – Statistical Analysis Tables

Kolmogorov-Smirnov normality test of Shear Strength (MPa) based on Treatment x Acidification x Temperature				
Treatment x Acid x Temperature	Statistic	df	p value	
Not conditioned/without acid/23 degrees	0.187298248	30	0.538174	
Not conditioned/without acid/5 degrees	0.187403969	30	0.55998	
Not conditioned/with acid/23 degrees	0.083513503	30	0.20000	
Not conditioned/with acid/5 degrees	0.136561069	30	0.16026	
Conditioned/without acid/23 degrees	0.102758067	30	0.20000	
Conditioned/without acid/5 degrees	0.126816476	30	0.20000	
Conditioned/with acid/23 degrees	0.136056606	30	0.16398	
Conditioned/with acid/5 degrees	0.157628134	30	0.05524	

P value < 0.05 indicates that the variable did not have a normal dist. for that treatment. As only two treatments did not show a normal dist., but had an n = 30, we used the three criteria ANOVA parametric test, full factorial design to evaluate possible differences within each factor, as well as the interactions between the factors, two by two and three by three.

Test of Homogeneity of Variance					
Shear Strength (MPa)	Based on Mean	Levene Statistic	df1	df2	p value
		0.8964	7	232	0.5179

P value > 0.05 indicates that the variable showed homogeneity of variance between each of the three factors.

Descriptives

Treatment	N	Mean	Std. Deviation	Std. Error	95% Confidence Interval for Mean		Minimum	Maximum
					Lower Bound	Upper Bound		
Not conditioned	120	37.8925	11.32500	1.63337	35.2583	39.9267	12.00	51.00
Conditioned	120	38.6900	9.81770	.87797	36.8515	40.3285	17.00	57.00
Total	240	38.2413	10.48722	.87695	36.9077	39.5748	12.00	61.00

Descriptives

Acidification	N	Mean	Std. Deviation	Std. Error	95% Confidence Interval for Mean		Minimum	Maximum
					Lower Bound	Upper Bound		
without acid	120	36.5117	10.10658	.92280	34.8848	38.3385	12.00	54.70
with acid	120	39.9708	10.81659	.96916	38.0518	41.8899	15.20	61.00
Total	240	38.2413	10.48722	.87695	36.9077	39.5748	12.00	61.00

Descriptives

Temperature	N	Mean	Std. Deviation	Std. Error	95% Confidence Interval for Mean		Minimum	Maximum
					Lower Bound	Upper Bound		
23 degrees	120	38.4592	10.20522	.91611	36.8145	40.3038	15.20	61.00
5 degrees	120	38.0233	10.80026	.98999	36.0711	39.9756	12.00	58.00
Total	240	38.2413	10.48722	.87695	36.9077	39.5748	12.00	61.00

Descriptives

treatment x acidification	N	Mean	Std. Deviation	Std. Error	95% Confidence Interval for Mean		Minimum	Maximum
					Lower Bound	Upper Bound		
not conditioned/without acid	60	37.0050	10.92122	1.40992	34.1837	39.8263	12.00	52.00
not conditioned/with acid	60	38.7800	11.72952	1.51427	35.7499	41.8101	15.20	61.00
conditioned/without acid	60	36.0183	9.28700	1.18996	33.6192	38.4174	17.00	54.70
conditioned/with acid	60	41.1817	9.32033	1.20326	38.7540	45.6094	21.70	57.00
Total	240	38.2413	10.48722	.87695	36.9077	39.5748	12.00	61.00

Descriptives

treatment x temperature	N	Mean	Std. Deviation	Std. Error	95% Confidence Interval for Mean		Minimum	Maximum
					Lower Bound	Upper Bound		
not conditioned/23 degrees	60	38.1833	11.24493	1.45171	35.2785	41.0882	15.20	61.00
not conditioned/5 degrees	60	37.6017	11.48199	1.48232	34.6356	40.6678	12.00	58.00
conditioned/23 degrees	60	38.7350	9.13638	1.17937	36.3751	41.0949	17.00	54.70
conditioned/5 degrees	60	38.4450	10.15234	1.31068	35.8224	41.0676	17.00	57.00
Total	240	38.2413	10.48722	.87695	36.9077	39.5748	12.00	61.00

Descriptives

acidification x temperature	N	Mean	Std. Deviation	Std. Error	95% Confidence Interval for Mean		Minimum	Maximum
					Lower Bound	Upper Bound		
without acid/23 degrees	60	37.4017	9.88379	1.27599	34.8484	39.9549	17.20	54.70
without acid/5 degrees	60	35.6217	10.33034	1.33964	32.9531	38.2903	12.00	52.00
with acid/23 degrees	60	39.5167	10.49260	1.35459	36.8061	42.2272	15.20	61.00
with acid/5 degrees	60	40.4250	10.80834	1.39535	37.8329	43.2171	16.30	58.00
Total	240	38.2413	10.48722	.87695	36.9077	39.5748	12.00	61.00

Descriptives

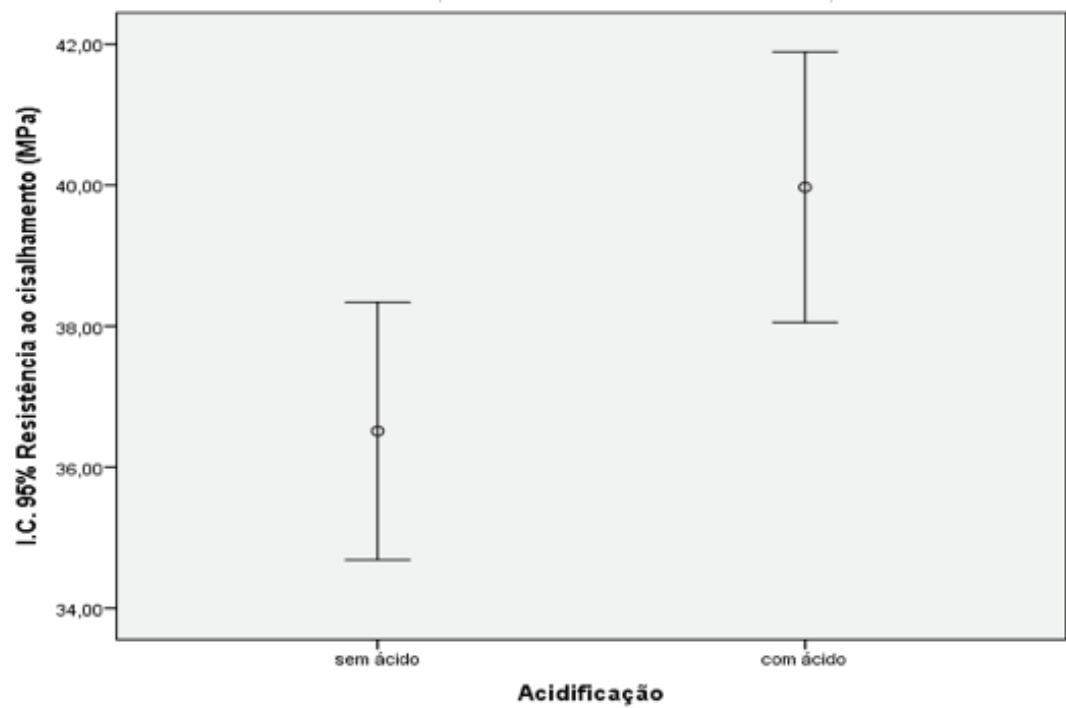
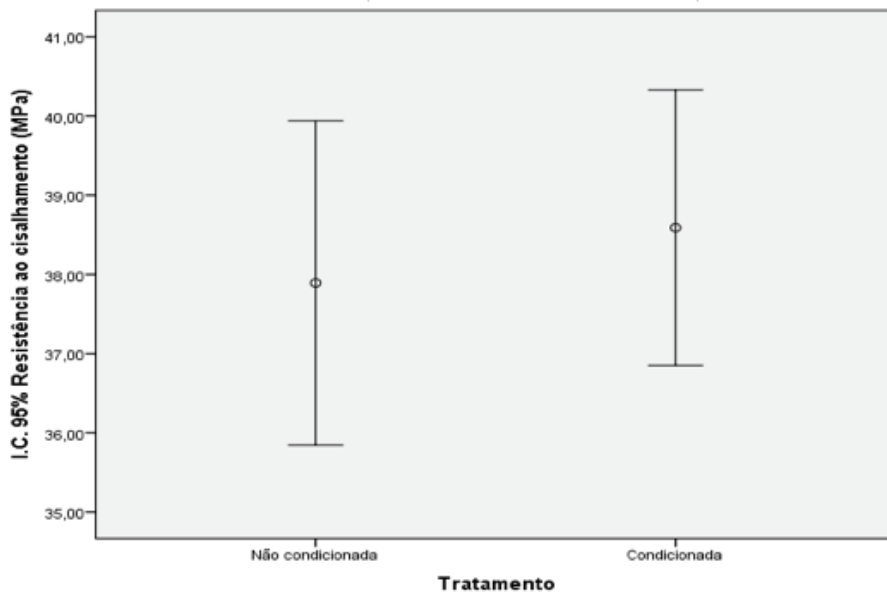
treatment x acidification x temperature	N	Mean	Std. Deviation	Std. Error	95% Confidence Interval for Mean		Minimum	Maximum
					Lower Bound	Upper Bound		
not conditioned/without acid/23 degrees	30	37.7533	10.15532	1.84999	33.9030	41.2038	21.00	60.20
not conditioned/without acid/5 degrees	30	36.2957	11.78288	2.15125	31.8569	40.6565	12.00	52.00
not conditioned/with acid/23 degrees	30	38.6133	12.41817	2.26724	33.9763	43.2504	15.20	61.00
not conditioned/with acid/5 degrees	30	38.9467	11.20889	2.04645	34.7612	43.1321	16.30	58.00
conditioned/without acid/23 degrees	30	37.0500	9.78915	1.78725	33.3947	40.7053	17.00	54.70
conditioned/without acid/5 degrees	30	34.9867	8.80007	1.60667	31.7067	38.2727	17.00	49.00
conditioned/with acid/23 degrees	30	40.4200	8.20145	1.50655	37.3389	43.5011	22.80	52.10
conditioned/with acid/5 degrees	30	41.9033	10.36860	1.89304	38.0316	45.7750	21.70	57.00
Total	240	38.2413	10.48722	.87695	36.9077	39.5748	12.00	61.00

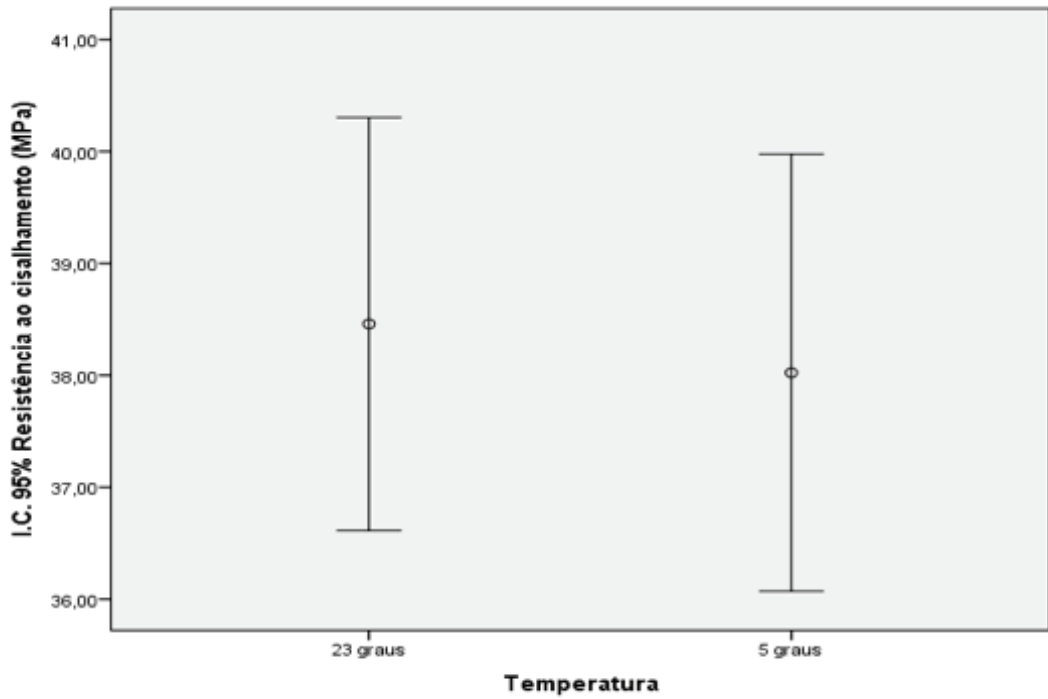
Tests of Between-Subjects Effects

Source	Type III Sum of Squares	df	Mean Square	F	Sig.	Observed Power
treatment	29.190	1	29.190	.268	0.6049	0.8810
acidification	717.960	1	717.960	6.900	0.0098	0.7252
temperature	11.397	1	11.397	.106	0.7485	0.0020
treatment * acid	170.185	1	170.185	1.666	0.2023	0.2382
treatment * temperature	1.276	1	1.276	.012	0.9138	0.0515
acidification * temperature	108.407	1	108.407	.997	0.3192	0.1686
treatment * acidification * temperature	11.051	1	11.051	.102	0.7602	0.0816
Error	25236.185	232	108.777			
Total	377260.010	240				
Corrected Total	26265.642	239				

b. Computed using alpha = 0.05

There was a difference in mean Shear Strength (MPa) values based on acidification levels, but there was no interaction between the factors.



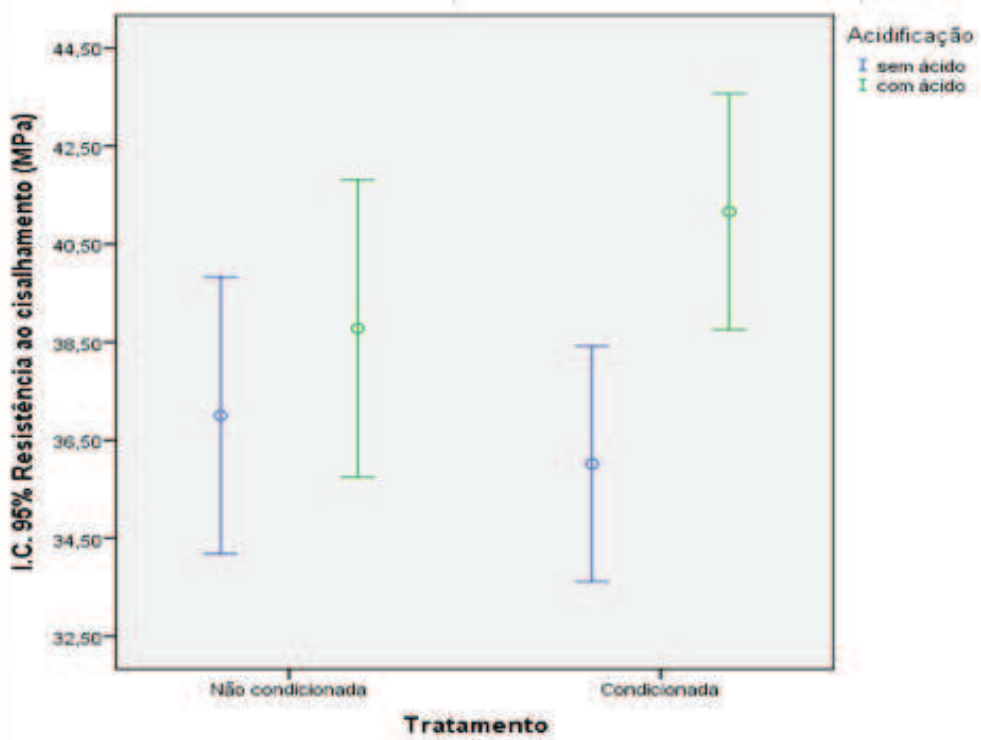


Multiple Comparisons

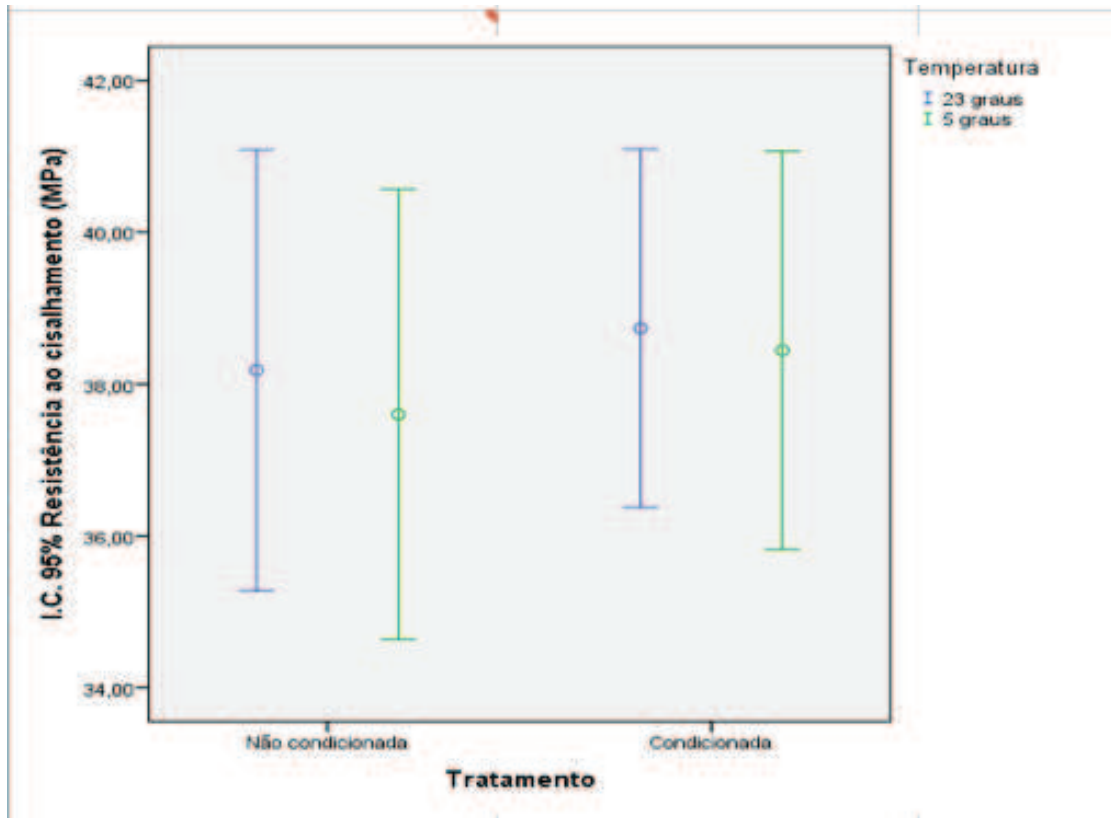
Dependent Variable: Shear Strength (MPa)

(I) treatment x acidification		Mean Difference (I-J)	Std. Error	Sig.	95% Confidence Interval	
					Lower Bound	Upper Bound
not conditioned/without acid	not conditioned/with acid	-1,77500	1,89291	0,7846	-6,6728	3,1228
	conditioned/without acid	,98667	1,89291	0,9539	-3,9111	5,8844
	conditioned/with acid	-4,16667	1,89291	0,1273	-9,0644	,7411
not conditioned/with acid	not conditioned/without acid	1,77500	1,89291	0,7846	-3,1228	6,6728
	conditioned/without acid	2,76167	1,89291	0,4641	-2,1361	7,6594
	conditioned/with acid	-2,38167	1,89291	0,6905	-7,2794	2,5161
conditioned/without acid	not conditioned/without acid	,98667	1,89291	0,9539	-5,8844	3,9111
	not conditioned/with acid	-2,76167	1,89291	0,4641	-7,6594	2,1361
	conditioned/with acid	-5,14333	1,89291	0,3364	-10,0411	-2,466
conditioned/with acid	not conditioned/without acid	-4,16667	1,89291	0,1273	-7,411	9,0644
	not conditioned/with acid	2,38167	1,89291	0,6905	-2,5161	7,2794
	conditioned/without acid	5,14333	1,89291	0,3364	,2466	10,0411

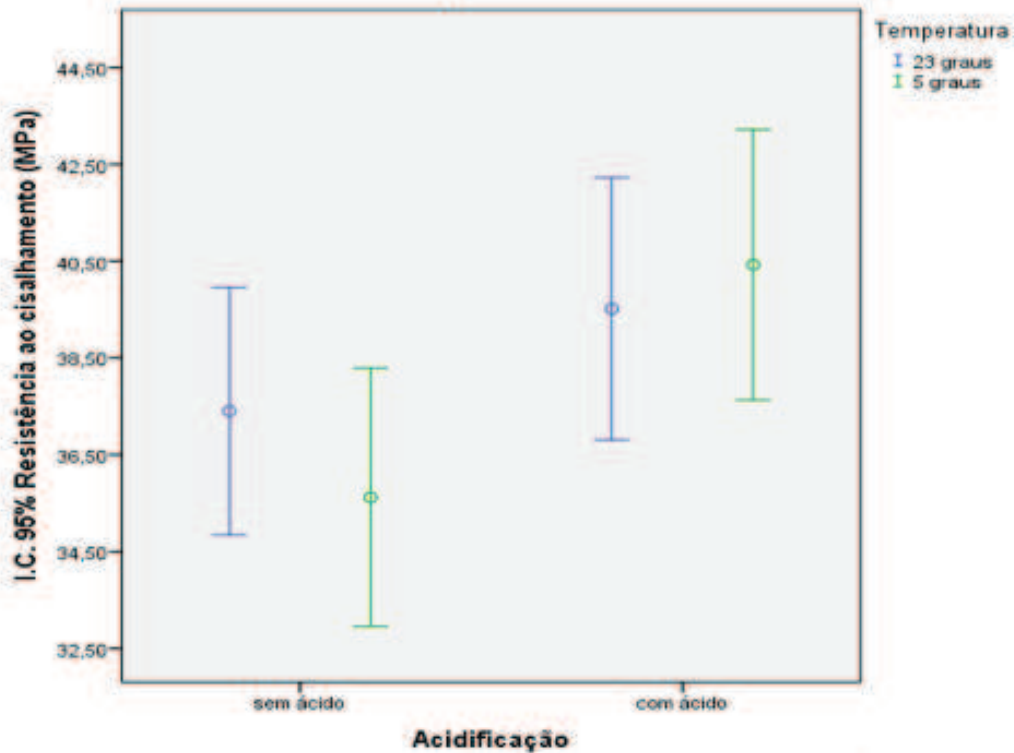
* The mean difference was significant at the 0,05 level



Multiple Comparisons						
Dependent Variable: Shear Strength (MPa)						
(I) treatment x temperature		Mean Difference (I-J)	Std. Error	Sig.	95% Confidence Interval	
					Lower Bound	Upper Bound
not conditioned/23 degrees	not conditioned/5 degrees	.58167	1,92529	0,9904	-4,3999	5,5832
	conditioned/23 degrees	-.58167	1,92529	0,9918	-5,6332	4,4299
	conditioned/5 degrees	-.26167	1,92529	0,9991	-5,2432	4,7199
not conditioned/5 degrees	not conditioned/23 degrees	-.58167	1,92529	0,9904	-5,6332	4,3999
	conditioned/23 degrees	-1,13333	1,92529	0,9364	-6,1148	3,8482
	conditioned/5 degrees	-.84333	1,92529	0,9718	-5,8249	4,1382
conditioned/23 degrees	not conditioned/23 degrees	.58167	1,92529	0,9918	-4,4299	5,6332
	not conditioned/5 degrees	1,13333	1,92529	0,9364	-3,8482	6,1149
	conditioned/5 degrees	.29000	1,92529	0,9988	-4,8916	5,2716
conditioned/5 degrees	not conditioned/23 degrees	-.26167	1,92529	0,9991	-4,7199	5,2432
	not conditioned/5 degrees	-.84333	1,92529	0,9718	-4,1382	5,6249
	conditioned/23 degrees	-.29000	1,92529	0,9988	-5,2716	4,8916



Multiple Comparisons						
Dependent Variable: Shear Strength (MPa)						
(I) acidification x temperature		Mean Difference (I-J)	Std. Error	Sig.	95% Confidence Interval	
					Lower Bound	Upper Bound
without acid/23 degrees	without acid/5 degrees	1,78000	1,89587	0,7839	-3,1254	6,6854
	with acid/23 degrees	-2,11500	1,89587	0,6803	-7,0204	2,7904
	with acid/5 degrees	-3,02333	1,89587	0,3836	-7,9288	1,8821
without acid/5 degrees	without acid/23 degrees	-1,78000	1,89587	0,7839	-6,6854	3,1254
	with acid/23 degrees	-3,89500	1,89587	0,1713	-8,8004	1,0104
	with acid/5 degrees	-4,80333	1,89587	0,0574	-9,7088	,1021
with acid/23 degrees	without acid/23 degrees	2,11500	1,89587	0,6803	-2,7904	7,0204
	without acid/5 degrees	3,89500	1,89587	0,1713	-1,0104	6,8004
	with acid/5 degrees	-.90833	1,89587	0,9637	-5,8138	3,9971
with acid/5 degrees	without acid/23 degrees	3,02333	1,89587	0,3836	-1,8821	7,9288
	without acid/5 degrees	4,80333	1,89587	0,0574	-,1021	8,7088
	with acid/23 degrees	.90833	1,89587	0,9637	-3,9971	5,8138



Multiple Comparisons		Mean Difference (I-J)	Std. Error	Sig.	95% Confidence Interval	
II treatment x acidification x temperature					Lower Bound	Upper Bound
not conditioned/without acid/23 degrees	not conditioned/without acid/5 degrees	1.49607	2.69291	0.9993	-6.7405	9.79329
	not conditioned/with acid/23 degrees	-.86000	2.69291	1.0000	-9.0971	7.3771
	not conditioned/with acid/5 degrees	-1.19333	2.69291	0.9996	-9.4305	7.0438
	conditioned/without acid/23 degrees	.70333	2.69291	1.0000	-7.5359	8.9400
	conditioned/without acid/5 degrees	2.76667	2.69291	0.9999	-5.4705	11.0038
	conditioned/with acid/23 degrees	-2.66667	2.69291	0.9755	-10.9038	5.5700
	conditioned/with acid/5 degrees	-4.18000	2.69291	0.7843	-12.3871	4.0871
	not conditioned/without acid/5 degrees	-1.49607	2.69291	0.9993	-9.7338	6.7400
	not conditioned/with acid/23 degrees	-2.36667	2.69291	0.9880	-10.9938	5.8800
	not conditioned/with acid/5 degrees	-2.69000	2.69291	0.9742	-10.9271	5.5471
not conditioned/with acid/23 degrees	conditioned/without acid/23 degrees	-.79333	2.69291	1.0000	-9.0305	7.4438
	conditioned/without acid/5 degrees	1.27000	2.69291	0.9998	-6.9671	9.5071
	conditioned/with acid/23 degrees	-4.16333	2.69291	0.7815	-12.4005	4.0738
	conditioned/with acid/5 degrees	-5.64667	2.69291	0.4200	-13.8838	2.5900
	not conditioned/without acid/23 degrees	.86000	2.69291	1.0000	-7.7771	9.0871
	not conditioned/without acid/5 degrees	2.35667	2.69291	0.9980	-5.8805	10.5938
	not conditioned/with acid/5 degrees	-.33333	2.69291	1.0000	-8.5705	7.5038
	conditioned/without acid/23 degrees	1.58333	2.69291	0.9991	-6.6738	9.8000
	conditioned/without acid/5 degrees	3.62667	2.69291	0.8798	-4.6105	11.8538
	conditioned/with acid/23 degrees	-1.80567	2.69291	0.9977	-10.0438	6.4200
not conditioned/with acid/5 degrees	conditioned/with acid/5 degrees	-3.29000	2.69291	0.9248	-11.5271	4.9471
	not conditioned/without acid/23 degrees	1.19333	2.69291	0.9996	-7.0438	9.4200
	not conditioned/without acid/5 degrees	2.69000	2.69291	0.9742	-5.5471	10.8271
	not conditioned/with acid/23 degrees	.33333	2.69291	1.0000	-7.9038	8.7000
	conditioned/without acid/23 degrees	1.89667	2.69291	0.9998	-6.3405	10.1338
	conditioned/without acid/5 degrees	3.96000	2.69291	0.8223	-4.2771	12.1971
	conditioned/with acid/23 degrees	-1.47333	2.69291	0.9994	-9.7105	6.7638
	conditioned/with acid/5 degrees	-2.95667	2.69291	0.9568	-11.1938	5.2800
	conditioned/without acid/23 degrees	-.70333	2.69291	1.0000	-8.9405	7.5338
	conditioned/without acid/5 degrees	.79333	2.69291	1.0000	-7.4438	9.0300
conditioned/without acid/23 degrees	not conditioned/with acid/23 degrees	-1.58333	2.69291	0.9991	-9.8005	6.6738
	not conditioned/with acid/5 degrees	-1.89667	2.69291	0.9998	-10.1338	6.3400
	conditioned/without acid/5 degrees	2.06333	2.69291	0.9948	-6.1738	10.3000
	conditioned/with acid/23 degrees	-3.37000	2.69291	0.9153	-11.6071	4.8671
	conditioned/with acid/5 degrees	-4.85333	2.69291	0.6192	-13.0905	3.3838
	not conditioned/without acid/23 degrees	-2.76667	2.69291	0.9999	-11.0038	5.4700
	not conditioned/without acid/5 degrees	-1.27000	2.69291	0.9998	-9.5071	6.9671
	not conditioned/with acid/23 degrees	-3.52667	2.69291	0.8798	-11.9638	4.6100
	not conditioned/with acid/5 degrees	-3.96000	2.69291	0.8223	-12.1971	4.2771
	conditioned/without acid/23 degrees	-2.06333	2.69291	0.9948	-10.3000	6.1738
conditioned/with acid/23 degrees	conditioned/with acid/23 degrees	5.43333	2.69291	0.4723	13.6700	2.8038
	conditioned/with acid/5 degrees	6.91667	2.69291	0.1730	15.1538	1.3200
	not conditioned/without acid/23 degrees	2.66667	2.69291	0.9755	-5.5705	10.9038
	not conditioned/without acid/5 degrees	4.18333	2.69291	0.7815	-4.0738	12.4000
	not conditioned/with acid/23 degrees	1.80667	2.69291	0.9977	-6.4305	10.0438
	not conditioned/with acid/5 degrees	1.47333	2.69291	0.9994	-6.7638	9.7100
	conditioned/without acid/23 degrees	3.37000	2.69291	0.9153	-4.8671	11.6071
	conditioned/without acid/5 degrees	5.43333	2.69291	0.4723	12.8038	13.6700
	conditioned/with acid/5 degrees	-1.48333	2.69291	0.9993	-9.7205	6.7538
	not conditioned/without acid/5 degrees	4.19000	2.69291	0.7843	-4.0871	12.3871
conditioned/with acid/5 degrees	not conditioned/without acid/5 degrees	5.64667	2.69291	0.4200	13.8838	2.5900
	not conditioned/with acid/23 degrees	3.29000	2.69291	0.9248	-4.9471	11.5271
	not conditioned/with acid/5 degrees	2.95667	2.69291	0.9568	-5.2800	11.1938
	conditioned/without acid/23 degrees	4.85333	2.69291	0.6192	-3.3838	13.0900
	conditioned/without acid/5 degrees	6.91667	2.69291	0.1730	-1.3200	15.1538
	conditioned/with acid/23 degrees	1.48333	2.69291	0.9993	-6.7538	9.7200

