

RAFAEL TORRES BRUM

**INFLUÊNCIA DO TRATAMENTO DE SUPERFÍCIE EM VITROCERÂMICA À
BASE DE DISSILICATO DE LÍTIO NA RESISTÊNCIA ADESIVA COM
CIMENTO RESINOSO DUAL**

***CURITIBA
2009***

Rafael Torres Brum

**INFLUÊNCIA DO TRATAMENTO DE SUPERFÍCIE EM VITROCERÂMICA À
BASE DE DISSILICATO DE LÍTIO NA RESISTÊNCIA ADESIVA COM
CIMENTO RESINOSO DUAL**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-graduação em Odontologia da Pontifícia Universidade Católica do Paraná, como parte dos Requisitos para obtenção do Título de Mestre em Odontologia, Área de Concentração em Dentística.

Orientador: Prof. Dr. Danilo Biazetto de Menezes Caldas

**CURITIBA
2009**

A Deus,

Pela minha vida, pela saúde e pela orientação para superar os desafios.

A minha companheira Daiane,

Pela paciência, pelo carinho, trabalho, companheirismo, e principalmente pelo amor. Minhas sinceras desculpas pelos momentos de ausência e meu agradecimento pela compreensão. Apoiando um ao outro, conseguiremos sempre alcançar nossas metas. Muito obrigado e te amo muito.

Aos meus pais Miguel e Ana e meu irmão Raul,

Pela educação, pela formação, pela presença em minha vida, pelo apoio incondicional que sempre me proporcionaram e principalmente, pelo amor que recebo de vocês. Agradeço a vocês por me acompanharem e apoiarem em todas as decisões da minha vida. Muito obrigado e amo vocês.

Aos meus sogro e sogra Daniel e Marisa e cunhada Karine,

Pela presença em minha vida, sempre prestativa e colaboradora. Agradeço a vocês e saibam que vocês fazem parte da minha vida. Muito obrigado e amo vocês.

DEDICO.

AGRADECIMENTO ESPECIAL

Ao Professor Dr. Danilo Biazetto de Menezes Caldas, minha admiração pelos ensinamentos teóricos, práticos e filosóficos pelos quais pude, além de realizar este trabalho, aprimorar minha atividade profissional. Meu muito obrigado, por ampliar meu horizonte com relação aos Materiais Dentários, despertando em mim uma grande sede por informações, neste campo da Odontologia. Obrigado pelos nossos diálogos, nos quais sempre surgem novas idéias, espero que possamos continuar nossa parceria e pôr em prática os projetos de pesquisa que nasceram das nossas conversas. Muito obrigado pela amizade e atenção prestadas durante o curso e principalmente, obrigado pela orientação.

Muito Obrigado.

AGRADECIMENTOS

À Professora Dra. Evelise Machado de Souza, meu muito obrigado pelo auxílio no início do curso para que eu conseguisse conciliar todas as minhas atividades profissionais e pela oportunidade de ingressar e realizar o Mestrado. Muito obrigado também, pelos momentos de discussão de artigos, em minha opinião encontros de grande aprendizado, que para minha formação foram de extrema importância. Muito obrigado pela convivência, compreensão e amizade.

Ao Professor Dr. Paulo César Soares Junior, meu muito obrigado pela ajuda no desenvolvimento do trabalho, nos testes mecânicos, nas análises por MEV e pela amizade. Espero poder contar com sua colaboração em muitas outras pesquisas, que com certeza desenvolveremos.

Ao meu amigo e Professor Ricardo Yutaca Massaki, meu muito obrigado pelo incentivo, amizade e ensinamentos que sempre pôde me transmitir. Ainda tenho muito a aprender com você.

Aos Professores do Programa de Pós-graduação em Odontologia da PUC-PR área de concentração Dentística, Prof. Dr. Sérgio Vieira, Prof. Dr. Rui Fernando Mazur, Professora Dr. Janaína Bertoncello de Almeida e Prof. Dr. Rodrigo Nunes Rached, muito obrigado pelo conhecimento transmitido e pelos momentos de convívio.

Ao Prof. Dr. Sérgio Aparecido Ignácio do Programa de Pós-graduação em Odontologia da PUC-PR, muito obrigado pelos conhecimentos estatísticos transmitidos e principalmente, pela análise estatística dos dados da presente Dissertação.

Aos meus colegas de curso, Camila, Giovanna, Marcelo, Renata e Rodolfo, muito obrigado pela amizade, companheirismo e convívio durante o período de curso.

Aos funcionários da PUC-PR, principalmente a Sra. Neide Reis Borges, Sra. Silvana Casagrande e o Sr. Jaison Sanders L. Hoste com os quais tive maior contato durante o curso, muito obrigado pela convivência e auxílio no desenvolvimento dos trabalhos.

SUMÁRIO

1- Página Título	1
2- Resumo	2
3- Introdução	3
4- Materiais e Método	5
5- Resultados	9
6- Discussão	10
7- Conclusões	14
8- Tabelas.....	15
9- Figuras	16
10- Referências Bibliográficas.....	19
11- Anexos	22
11.1 Revisão de Literatura	22
11.2 Materiais e Método.....	34
12- Normas da Revista	41
13- Artigo em Inglês	45

1- PÁGINA TÍTULO

Influência do Tratamento de Superfície em Vitrocerâmica à Base de Dissilicato de Lítio na Resistência Adesiva com Cimento Resinoso Dual.

RAFAEL TORRES BRUM

Cirurgião Dentista graduado pela Faculdade de Odontologia de Lins – Universidade Metodista de Piracicaba – UNIMEP FOL.

Especialista em Dentística pela Universidade Federal do Paraná – UFPR.

Aluno de pós-graduação da PUCPR – Mestrado em Odontologia – Área de concentração Dentística

Rua Urbano Lopes, 60, apt 1302 – Cristo Rei – CEP 80050-520

CURITIBA - Paraná – Brasil

Telefone comercial: (41) 30297155

Telefone celular: (41) 99319925

E-mail: rafaeltbrum@yahoo.com.br

DANILO BIAZETTO DE MENEZES CALDAS

Cirurgião Dentista graduado pela PUC-PR

Especialista em Dentística pela Associação Brasileira de Odontologia – ABOPR

Mestre em Dentística pela Indiana University School of Dentistry

Doutor em Materiais Dentários pela FOP-UNICAMP

Rua Imaculada Conceição, 1155 – Prado Velho – CEP 80915-901

CURITIBA - Paraná – Brasil

Telefone comercial: (41) 3271-1637

E-mail: danilocaldas@hotmail.com

2- RESUMO

Objetivo: Avaliar o tratamento de superfície em vitrocerâmica a base de dissilicato de lítio na resistência adesiva com cimento resinoso dual. **Materiais e Método:** 60 espécimes (20 x 5 x 2 mm) de vitrocerâmica foram fabricados seguindo as orientações do fabricante. Os espécimes foram divididos em dois grupos (n=30). Um dos grupos recebeu polimento, com lixas de SiC até a granulação 2000 e com pastas diamantadas 3, 1 e $\frac{1}{4}$ μm , enquanto o outro grupo permaneceu sem polimento. Os espécimes foram separados em três subgrupos (n=10) e receberam os seguintes tratamentos superficiais: Polido controle (PC) e Não polido controle (NPC) sem tratamento adicional; Polido ácido (PA) e Não polido ácido (NPA) ácido fluorídrico 10% durante 20 segundos; Polido jateado (PJ) e Não polido jateado (NPJ) jateamento com óxido de alumínio 50 μm . Três cilindros de cimento resinoso foram confeccionados sobre cada espécime. O teste de cisalhamento foi realizado em máquina de ensaio universal e a análise de fratura realizada por MEV. ANOVA a dois critérios e Teste de Tukey HSD de múltiplas comparações foram empregados. **Resultados:** PA ($44,47 \pm 5,91$ MPa) e NPA ($39,70 \pm 5,46$ MPa) tiveram as maiores médias de resistência adesiva sem diferença estatística. PJ ($31,05 \pm 8,81$ MPa), NPC ($29,11 \pm 8,11$ MPa) e NPJ ($26,41 \pm 7,31$ MPa) foram estatisticamente semelhantes. PC ($24,96 \pm 8,17$ MPa) foi estatisticamente semelhante a NPJ e NPC. **Conclusão:** O tratamento com ácido fluorídrico proporciona maior resistência adesiva.

Palavras chaves: Vitrocerâmica, tratamento de superfície, resistência adesiva.

3- INTRODUÇÃO

As restaurações cerâmicas usadas atualmente apresentam alto grau de cristalização que melhoram as propriedades mecânicas desses materiais ^{7, 12}. Uma categoria desses materiais são as vitrocerâmicas prensadas, que são vidros parcialmente cristalizados, obtidos a partir da nucleação e crescimento controlado de cristais na matriz vítrea. Também pode ser definido como uma cerâmica cuja matriz consiste em uma fase vítrea e, pelo menos, uma fase cristalina ¹.

Dentre os materiais restauradores indiretos, pode-se citar a vitrocerâmica com alto grau de cristalização, à base de dissilicato de lítio, que possui boas propriedades mecânicas e permite a fabricação de facetas, inlays, onlays, coroas unitárias e próteses fixas de três elementos ¹⁷.

A superfície vitrocerâmica pode ser tratada, com o objetivo de melhorar a adesão ao cimento resinoso. Duas formas de adesão são descritas: (1) adesão mecânica promovida pelo condicionamento ácido da superfície cerâmica ou o jateamento com partículas de óxido de alumínio e (2) união química promovida pelo agente silano ¹⁴.

O condicionamento com ácido fluorídrico promove mudanças na superfície da vitrocerâmica pela dissolução da fase vítrea ⁸. Esse processo cria uma superfície rugosa e aumenta a área de união entre o sistema adesivo e a vitrocerâmica. Superfícies rugosas melhoram a retenção mecânica pela penetração do adesivo dentro das irregularidades criadas pelo ácido fluorídrico ¹⁸. O tratamento utilizando o jateamento com óxido de alumínio promove

abrasão na superfície da vitrocerâmica criando retenções mecânicas que auxiliam na união com o sistema adesivo³.

Vitrocerâmicas, após sua confecção, possuem superfícies rugosas que podem atuar como retenções mecânicas. O polimento dessas superfícies elimina a interferência de retenções mecânicas pré-existentes permitindo assim uma análise isolada do efeito condicionador do ácido fluorídrico e do efeito abrasivo do jateamento com óxido de alumínio em tornar a superfície rugosa e favorecer a resistência de união entre restaurações cerâmicas e o sistema adesivo. O objetivo do presente estudo foi analisar os tratamentos de superfície da vitrocerâmica à base de dissilicato de lítio em um estado inicial não polido e polido com relação à resistência adesiva ao cimento resinoso dual. A hipótese nula foi que a resistência adesiva, nos diferentes estados iniciais e nos diferentes tratamentos de superfície realizados, não apresentará diferença.

4- MATERIAIS E MÉTODOS

Sessenta espécimes da vitrocerâmica IPS Empress 2 (Ivoclar-Vivadent, Schaan, Liechtenstein) com 20 mm de comprimento, 5 mm de largura, 2 mm de espessura, na cor 300, cuja composição básica é de SiO_2 (57 - 80%), Al_2O_3 (0-5%), La_2O_3 (0.1-6%), MgO (0-5%), ZnO (0-8%), K_2O (0-13%), Li_2O (11-19%), P_2O_5 (0-11%) foram confeccionados pela técnica da cera perdida, segundo os dados e as orientações do fabricante.

Metade dos espécimes ($n = 30$) permaneceu sem polimento em suas superfícies, enquanto a outra metade ($n = 30$) foi polida com refrigeração (água) dentro de uma seqüência de lixas de SiC (3M Sumaré, SP, Brasil) com granulações de 220, 320, 360, 400, 500, 600, 1200, 1500, 2000 e pastas diamantadas 3, 1 e $\frac{1}{4} \mu\text{m}$ ^{8, 10, 17, 14} (AROTEC, São Paulo, SP, Brasil) apenas nas superfícies que receberam os procedimentos adesivos.

Os espécimes foram parcialmente incluídos em uma matriz tubular de PVC e preenchidos com resina acrílica quimicamente ativada incolor (JET, Artigos Odontológicos Clássico, São Paulo, SP, Brasil), deixando exposta apenas a superfície a ser testada. Na superfície exposta foi instalado um adesivo plastificado (3M, Sumaré, SP, Brasil) com três orifícios circulares com $1,32 \text{ mm}^2$ de área dispostos a uma distância de 5 mm um do outro. Com isso a área de adesão ficou limitada à abertura do orifício evitando possíveis interferências de excessos de condicionamento e adesivo além do perímetro de adesão¹⁰.

Os grupos não polido (NP) e polido (P) foram subdivididos em seis subgrupos com 10 espécimes cada. Subgrupos não polido controle (NPC) e

polido controle (PC) sem tratamento de superfície adicional. Subgrupos não polido ácido (NPA) e polido ácido (PA) que receberam tratamento com ácido fluorídrico 10% (FGM, Joinville, SC, Brasil) por 20 segundos, seguido de lavagem com jato de água de seringa tríplice por 60 segundos e secagem completa com jato de ar de seringa tríplice das áreas disponíveis para adesão. Subgrupos não polido jateado (NPJ) e polido jateado (PJ) que receberam jateamento de óxido de alumínio com partículas de 50 µm a 4 bar de pressão por 5 segundos a uma distância de 10 mm, regulada com dispositivo especial fabricado com silicone por condensação (Zetaplus, Zhemack, Badia Polisene, Rovigo, Itália), seguido de lavagem com jato de água durante 60 segundos e secagem completa com jato de ar.

Na seqüência foi aplicado o agente silano Monobond S (Ivoclar-Vivadent, Schaan, Liechtenstein) na superfície cerâmica por 60 segundos e secagem completa com jatos de ar em todos os espécimes. O adesivo hidrófobo Scotchbond Multi-Usa “Bond” (3M Dental Products Division, St Paul, MN, USA) foi aplicado com aplicador “microbrush” em todos os espécimes e fotopolimerizado com o aparelho fotopolimerizador Optilux 500 Demetron (Demetron, Sybron Dental Specialties Inc., Orange, CA, USA), 400mW/cm², durante 20 segundos conforme orientação do fabricante. Para garantir uma densidade de potência apropriada do aparelho fotopolimerizador, o mesmo foi submetido a averiguações em radiômetro, do próprio aparelho fotopolimerizador, durante todos os passos em que ele foi utilizado. A partir desse momento, os espécimes estavam prontos para confecção dos cilindros do cimento resinoso Variolink II (Ivoclar-Vivadent, Schaan, Liechtenstein).

Para confecção dos cilindros de cimento resinoso nos orifícios determinados pelo adesivo, tubos plásticos incolores com o diâmetro de 1,3 mm, foram seccionados e utilizados como matriz na inserção e polimerização do cimento resinoso. Esses tubos plásticos foram posicionados previamente a fotopolimerização do adesivo hidrófobo, de tal modo que as faces internas do tubo se alinhassem com as delimitações do orifício do adesivo plástico. Este tubo foi mantido em posição, pelo próprio adesivo hidrófobo polimerizado até o cimento resinoso ser introduzido no interior deste mesmo tubo com seringa Centrix (Centrix, Shelton, CT, USA), e ser fotoativado por 60 segundos de acordo com as instruções do fabricante. Após a polimerização, estes tubos foram seccionados, utilizando lâmina de bisturi número 15 (BD, São Paulo, SP, Brasil) adaptada ao cabo para bisturi, e removidos obtendo-se assim três cilindros de cimento resinoso em cada espécime. O diâmetro de cada cilindro de cimento resinoso foi ainda mensurado com paquímetro digital (CD6 CS, Mitutoyo, Kanagawa, Japão) obtendo-se uma média de 1,3 mm de diâmetro.

Após a confecção dos 180 cilindros de cimento resinoso, os espécimes foram analisados em microscópio óptico (30 x) para avaliar existência de falhas ou fendas entre o material resinoso e a superfície cerâmica^{15, 19}. Espécimes com falhas foram excluídos e substituídos. Depois os tubos de PVC foram estocados em água a 37° C durante 24 horas e submetidos à ciclagem térmica em máquina de ciclagem térmica (Thermal Shock Tester TTS-1 LM) pela imersão dos espécimes em soluções a 5 e 55° C com o tempo de 60 segundos em cada solução e um tempo de transferência de 15 segundos. Foram realizados 500 ciclos. O teste envolveu 30 cisalhamentos para cada subgrupo. Para o teste, os tubos de PVC foram posicionados em máquina de ensaio

universal EMIC (São José dos Pinhais, PR, Brasil) utilizando dispositivo especial. Cada cilindro de cimento resinoso foi laçado com fio ortodôntico de 0,30 mm (Morelli, Sorocaba, SP, Brasil), de modo que esse fio se adaptasse o mais próximo possível da interface entre cimento resinoso e superfície cerâmica, para assim a força de cisalhamento ser aplicada até ocorrer a falha. O teste foi realizado com uma célula de carga de 20 Kgf, a uma velocidade de 1 mm/min¹⁹.

A visualização das falhas foi realizada por Microscopia Eletrônica de Varredura – MEV - (JSM-6360-LV, Jeol, Tokyo, Japan). A área, em pixels², de cada tipo de fratura, com as imagens realizadas no mesmo aumento (50x), foram mensuradas em programa de imagens ImageTool (Department of Dental Diagnostic Science at The University of Texas Health Science Center, San Antonio, Texas, USA) e identificadas como: A – adesiva entre a vitrocerâmica e o cimento resinoso; B – coesiva no cimento resinoso; C – coesiva na vitrocerâmica. Dois espécimes adicionais, polido e não polido, receberam os tratamentos de superfície de cada subgrupo e foram metalizados para observação, por MEV, da superfície cerâmica.

A análise estatística envolveu ANOVA a dois critérios para o estado inicial da superfície (polido e não polido) e para análise do estado inicial em relação aos tratamentos de superfície realizados e teste de comparações múltiplas de Tukey HSD, para localizar as diferenças entre os grupos.

5- RESULTADOS

As médias de resistência adesiva, segundo o estado inicial de superfície estão agrupadas na tabela 1. Todos os grupos apresentaram distribuição normal, com exceção do subgrupo polido controle. O teste de ANOVA ($p > 0,05$) não mostrou diferença nos valores médios de resistência adesiva, segundo estado inicial da superfície (polido e não polido). Mostrou diferença nos valores médios de resistência adesiva segundo o tratamento superficial realizado ($p < 0,05$) e acusou interação entre o estado inicial da superfície, em relação ao tratamento realizado ($p < 0,05$), com uma análise de poder estatístico de 1,00 e 0,913 respectivamente. Os resultados do teste de comparações múltiplas de Tukey HSD ($p < 0,05$) estão agrupados na tabela 2. A porcentagem dos tipos de fratura, analisados por microscopia eletrônica de varredura, estão dispostos na tabela 3. Houve predominância de falha tipo C para os grupos tratados com ácido e falha tipo A para os outros grupos.

6- DISCUSSÃO

O alto grau de cristalização das vitrocerâmicas possibilita a melhora nas propriedades mecânicas desses materiais restauradores ^{1, 7, 12}. O Sistema IPS Empress 2 é formado por uma fase cristalina principal, composta de cristais alongados de dissilicato de lítio, por uma fase cristalina secundária, de ortofosfato de lítio e pela matriz vítrea que circunda as fases cristalinas, segundo seu fabricante. O ácido fluorídrico ataca a matriz vítrea e a fase cristalina secundária, criando irregularidades e aumentando a área superficial, o que favorece o escoamento da resina nos pontos micro-retentivos, otimizando a interação entre cerâmica e cimento resinoso ^{14, 18}.

Nas figuras 1 e 2, pode-se observar o estado inicial das duas superfícies, notando-se a ausência de retenções micro-mecânicas na superfície polida e a presença de irregularidades na superfície não polida evidenciando como a superfície de cimentação está ao final dos procedimentos laboratoriais. Considerando a semelhança estatística da resistência adesiva em relação ao estado polido e não polido, confirmou-se a hipótese nula para o estado inicial da superfície. Este resultado atesta que o polimento da superfície não interfere estatisticamente nos resultados de resistência adesiva, visto que uma superfície polida não ocorre clinicamente para cimentação.

Nas figuras 3 e 4 percebe-se claramente os cristais de dissilicato de lítio expostos, devido à dissolução, pelo ácido fluorídrico, da matriz vítrea e da fase cristalina secundária. Pouca diferença entre as duas superfícies pode ser notada após a aplicação do ácido fluorídrico, a não ser pela aparência mais quebradiça dos cristais de dissilicato de lítio e pela presença de trincas na

superfície não polida que podem estar associadas ao impacto das partículas de óxido de alumínio sobre a superfície da vitrocerâmica. Borges et al ³ descreveram que o ácido fluorídrico produz a exposição dos cristais de dissilicato, devido à dissolução dos componentes à base de silicato que envolve os cristais.

O jateamento com óxido de alumínio produziu maiores irregularidades na superfície polida em relação a seu estado inicial, como é evidente comparando-se as figuras 1 e 5. Já na superfície não polida o jateamento, aparentemente, promoveu um achatamento nas irregularidades presentes na superfície não polida controle, como é perceptível comparando as figuras 2 e 6. Borges et al ³ descreveram que o jateamento com óxido de alumínio a 50 µm modificou a superfície, mas as irregularidades rasas e superficiais foram semelhantes à uma superfície controle não jateada.

Filho et al ⁸, Pisani-Proença et al ¹⁴, Della Bona et al ⁶, Nagai et al ¹⁰, Sálvio et al ¹⁷ e Panah et al ¹³ avaliaram resistência adesiva entre a vitrocerâmica a base de dissilicato de lítio e resinas compostas ou cimentos resinosos utilizando testes de microtração, tração, cisalhamento e micro-cisalhamento e concluíram que o tratamento de superfície com ácido fluorídrico e agente silano proporciona maiores valores de resistência de união. Os resultados da presente pesquisa concordam com os estudos acima citados.

Os grupos polido ácido e não polido ácido apresentaram os maiores valores de resistência adesiva e não diferiram estatisticamente, rejeitando a hipótese nula do estudo em relação ao tratamento de superfície. O ácido fluorídrico reage com compostos contendo sílica levando à formação, primeiramente, de um composto denominado tetrafluoreto de silício, que

continua reagindo com o ácido fluorídrico, formando secundariamente um complexo iônico denominado hexafluorsilicato que ainda reage com prótons de hidrogênio formando o ácido de tetraflúorsilicato. Estes produtos são removidos pela lavagem. Isso produz uma superfície micro-retentiva onde a resina hidrófoba pode penetrar e polimerizar unindo-se mecanicamente à cerâmica ⁹.

Os grupos polido jateado, não polido controle e não polido jateado apresentaram semelhança estatística entre si. Borges et al ³ relataram que o novo jateamento com óxido de alumínio 50 µm, após os procedimentos laboratoriais de jateamento com óxido de alumínio a 100 µm, pode aumentar o número de cavidades por unidade de área na superfície do Empress 2. Contudo, o resultado desse estudo demonstra que um novo jateamento, de superfícies não polidas, não proporcionou retenções mecânicas suficientes para aumentar significativamente a resistência adesiva quando comparado às superfícies não polidas e às superfícies polidas jateadas. Soares et al ²⁰ e Blatz et al ² relataram que o jateamento por si só é insuficiente para promover resistência de união e que seu uso excessivo pode causar o estilhaçamento ou uma maior perda de material cerâmico, o que não é recomendado.

A união química, proporcionada pelo silano, pode ser verificada nas médias de resistência adesiva do grupo polido controle, que foram semelhantes aos grupos não polido jateado e não polido controle. Isso vem comprovar a efetividade das uniões entre a sílica da fase vítrea das cerâmicas e os grupos metacrilatos das resinas, através das uniões siloxanas ^{11, 14, 19}. Porém, o único grupo que não apresentou uma distribuição normal dos dados foi o polido controle. O que pode levar a crer que apenas o uso do silano pode não ser

suficiente para alcançar valores confiáveis de resistência adesiva entre cerâmica e cimento resinoso ⁹.

Os grupos polido jateado e polido controle apresentaram diferenças estatísticas, sugerindo que a abrasão causada pelo jateamento causou uma morfologia diferente na superfície polida, aumentando as irregularidades e favorecendo a resistência de união. Este fato atesta a importante atuação das retenções mecânicas para a resistência adesiva, porém as micro-retenções criadas pelo condicionamento com ácido fluorídrico superam grandemente as criadas pelo jateamento.

A predominância das falhas coesivas na vitrocerâmica, nos tratamentos com ácido fluorídrico, pode evidenciar uma menor resistência do material à propagação de trincas para este tratamento de superfície ⁴. A distribuição não homogênea de estresses gerados pelo teste de cisalhamento na interface de união também pode estar ligada a esta configuração de fratura ⁵. O teste de cisalhamento foi empregado devido à não necessidade de cortes na vitrocerâmica. Considerando ainda a confecção de múltiplas amostras por espécime, a facilidade de preparo dos espécimes e de que as restaurações estão expostas a esforços de cisalhamento na maior parte do tempo "*in vivo*" ¹⁹ o teste de cisalhamento foi selecionado. Áreas reduzidas na interface de união diminuem a incorporação de falhas as quais podem interferir nos resultados de resistência adesiva devido à concentração de esforços ¹⁶. No entanto o micro-cisalhamento não foi empregado devido à dificuldade de limitar a área a ser condicionada e unida ao cimento resinoso em proporções menores que 1 mm².

7- CONCLUSÕES

Dentro das limitações do presente estudo pode-se concluir que:

- O tratamento de superfície da vitrocerâmica com ácido fluorídrico 10 % foi o mais eficiente, considerando resistência de união com cimento resinoso dual, independente do estado inicial da superfície.

- O jateamento com óxido de alumínio apresentou diferença significativa na resistência de união apenas quando comparada ao estado inicial polido.

- A superfície sem retenção micro-mecânica (grupo polido controle) apresentou resultados não homogêneos na resistência de união quando tratada somente com agente silano.

- Recomenda-se condicionar vitrocerâmicas a base de dissilicato de lítio com ácido fluorídrico 10% e aplicar agente silano para promover otimização na resistência de união com os cimentos resinosos.

8- TABELAS

Tabela 1: Média de Resistência Adesiva (MPa), segundo estado inicial da superfície

Tratamento de Superfície	n	Média (MPa)	Desvio Padrão
Polido	85	33,99 ^a	11,16
Não Polido	90	31,74 ^a	9,05

* 5 falhas pré-testes ocorreram durante a termociclagem no grupo polido.

Letras semelhantes significam semelhança estatística entre os grupos.

Tabela 2: Ranqueamento dos valores de Resistência Adesiva (MPa)

Tratamento de Superfície	n	Média (MPa)	Desvio Padrão
Polido ácido	30	44,47 ^a	5,91
Não Polido ácido	30	39,70 ^a	5,46
Polido jateado	30	31,05 ^b	8,81
Não Polido controle	30	29,11 ^{b,c}	8,11
Não Polido jateado	30	26,41 ^{b,c}	7,31
*Polido controle	25	24,96 ^c	8,17

* 5 falhas pré-testes ocorreram durante a termociclagem no grupo polido controle.

Letras semelhantes significam semelhança estatística entre os grupos.

Tabela 3: Porcentagem do tipo de falha analisado em MEV.

Tratamento de Superfície	Falha Tipo A (%)	Falha Tipo B (%)	Falha Tipo C (%)
Polido ácido	15,70	6,80	77,50
Não polido ácido	13,40	7,57	79,03
Polido jateado	58,03	4,00	37,97
Não polido jateado	59,23	4,67	36,10
Polido controle	91,03	8,97	0,00
Não Polido controle	57,93	11,50	30,57

Tipo A – Falha adesiva entre cerâmica e cimento resinoso

Tipo B – Falha coesiva no cimento resinoso.

Tipo C – Falha coesiva na cerâmica.

9- FIGURAS

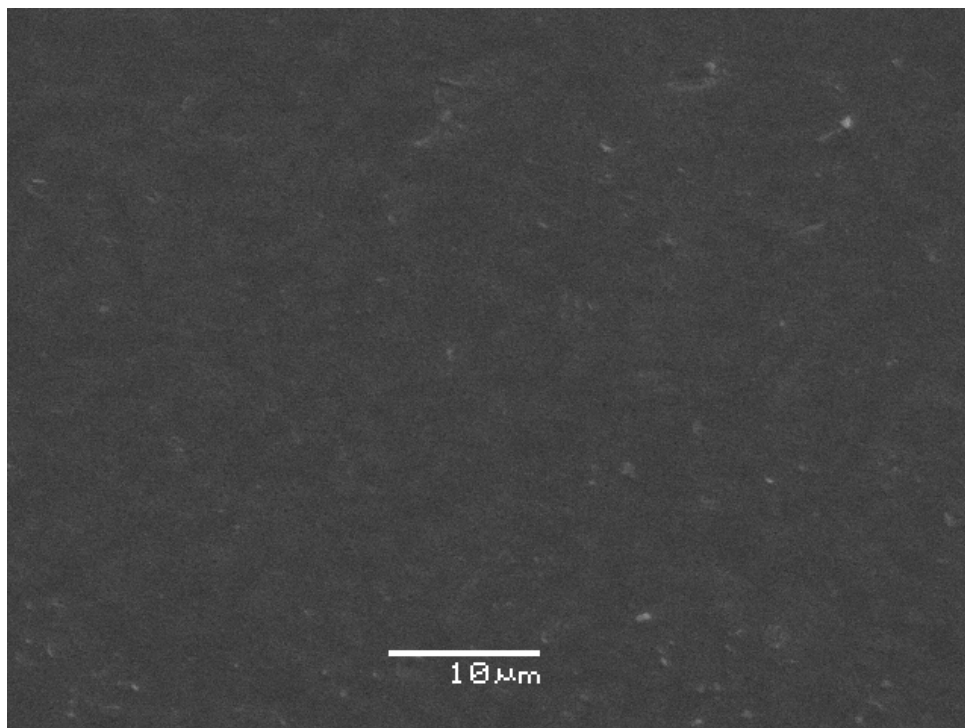


Figura 1 – MEV. Superfície polida controle. 2000x. Notar ausência de micro-retenções.

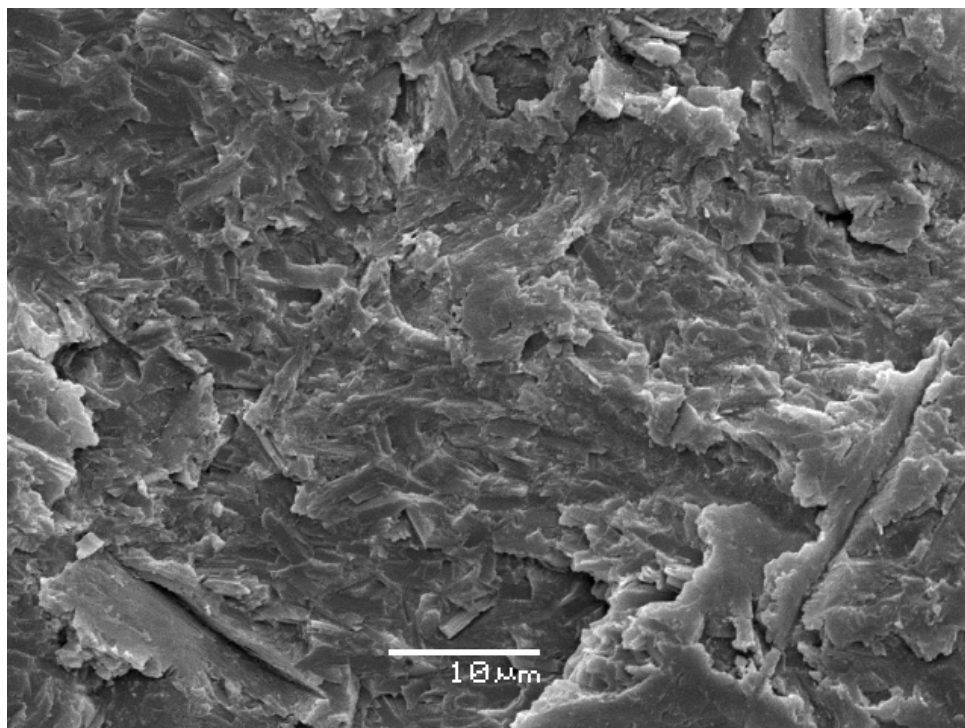


Figura 2 – MEV. Superfície não polida controle. 2000x. Irregularidades superficiais que atuam, de maneira limitada, como micro-retenções.

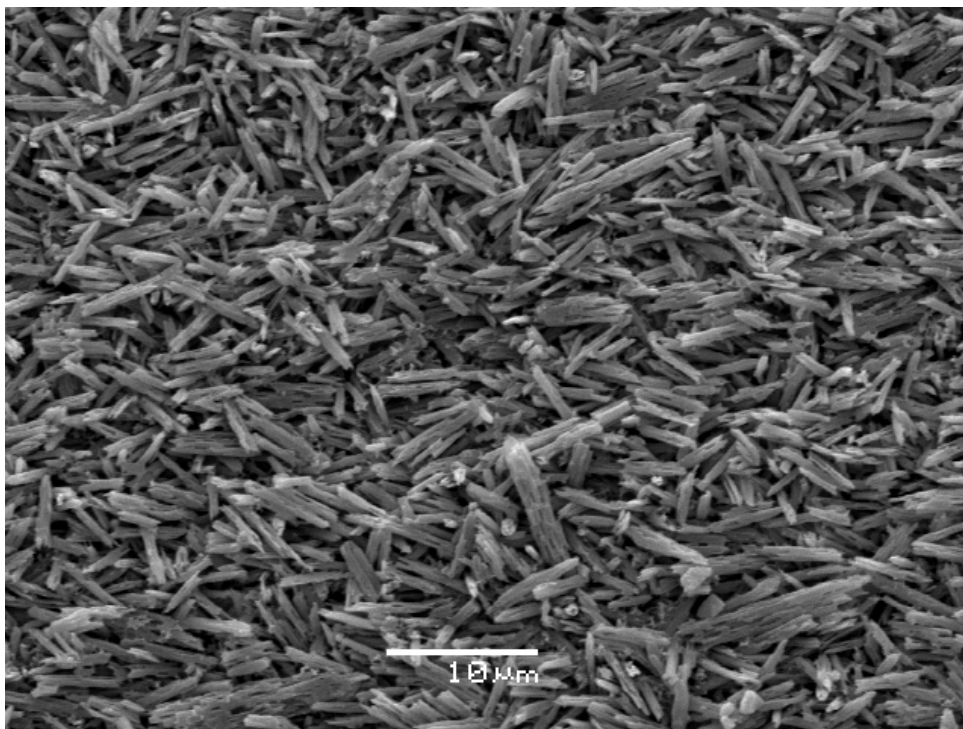


Figura 3 – MEV. Superfície polida condicionada com ácido fluorídrico. 2000x. Notar cristais de dissilicato expostos com aspecto mais regular. Espaço entre os cristais era preenchido pela matriz vítrea, removida pelo ácido fluorídrico.

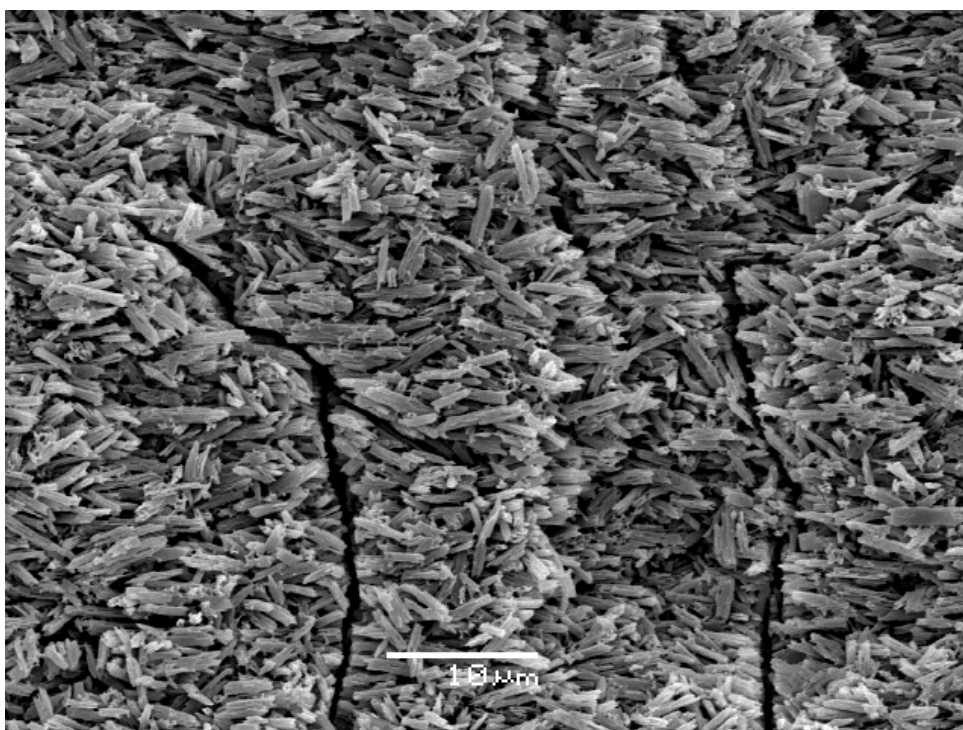


Figura 4 – MEV. Superfície não polida condicionada. Ácido fluorídrico. 2000x. Cristais também se apresentam expostos e com espaços entre eles devido a remoção da matriz vítrea. Notar presença de trincas e de irregularidades na disposição dos cristais de dissilicato de lítio.

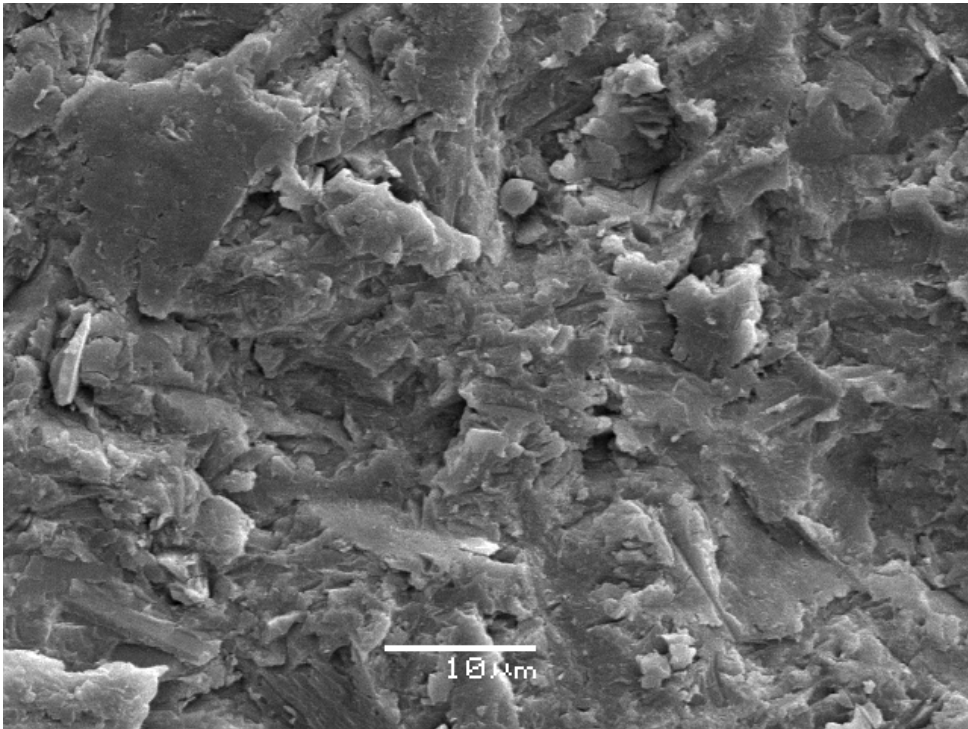


Figura 5 – MEV. Superfície polida jateada. 2000x. O jateamento mudou a morfologia da superfície criando irregularidades que funcionam como micro-retenções mecânicas.

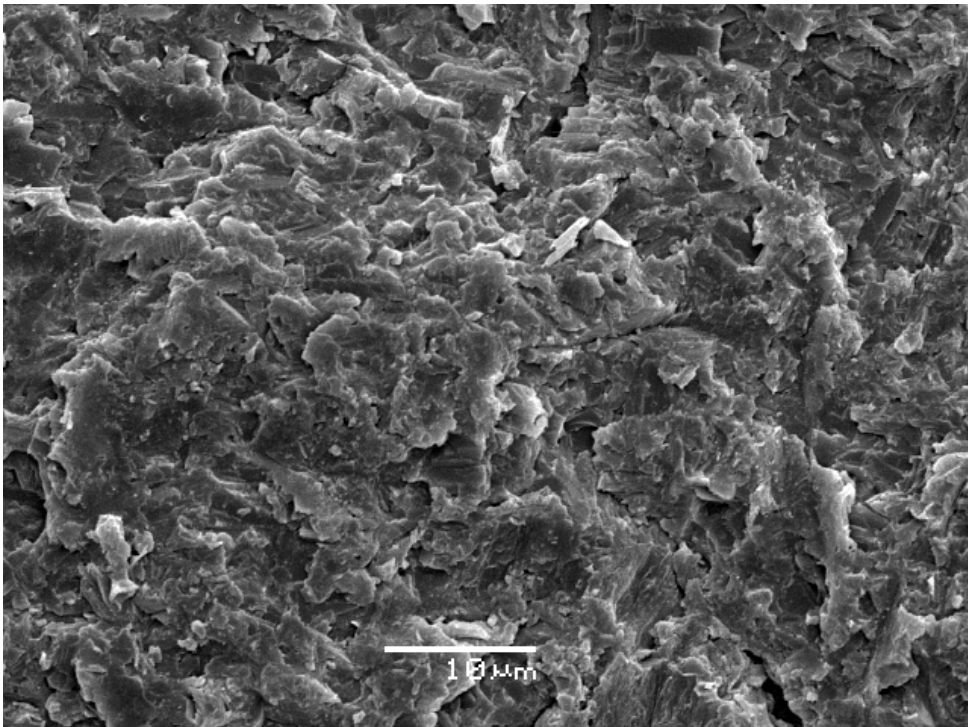


Figura 6 – MEV. Superfície não polida jateada. 2000x. O novo jateamento promoveu um desgaste na superfície achatando alguns pontos que aparentavam maior volume, comparando-se ao grupo não polido controle.

10- REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. Anusavice, KJ. Cerâmicas Odontológicas. In: Anusavice, KJ (ed). Phillips Materiais Dentários. São Paulo: Elsevier, 2005: 619-677.
2. Blatz MB, Sadan A, Kern M. Resin-ceramic bonding: a review of the literature. J Prosthet Dent 2003; 89: 268-274.
3. Borges GA, Sophr AM, Goes MF, Correr-Sobrinho L, Chan DCN. Effect of etching and airborne particle abrasion on the microstructure of different dental ceramics. J Prosthet Dent 2003; 89: 479-88.
4. Clelland NL, Ramirez A, Katsube N, Seghi RR. Influence of bond quality on failure load of leucite- and Lithia disilicate-based ceramics. J Prosthet Dent 2007; 97: 18-24.
5. Della Bona A, Anusavice KJ, Mecholsky Jr JJ. Failure analysis of resin composite bonded to ceramic. Dent Mater 2003; 19: 693-699.
6. Della Bona A, Anusavice KJ, Shen C. Microtensile strength of composite bonded to hot-pressed ceramics. J Adhes Dent 2000; 2: 305-313.
7. Della Bona A, Anusavice KJ. Microstructure, composition, and etching topography of dental ceramics. Int J Prosthodont 2002;15(2):159-167.
8. Filho AM, Vieira LCC, Araújo E, Monteiro Junior S. Effect of Different Ceramic Surface Treatments on Resin Microtensile Bond Strength. J Prosthodont 2004; 13: 28-35.
9. Matinlinna JP, Vallittu PK. Bonding of resin composites to etchable ceramic surfaces – an insight review of the chemical aspects on surface conditioning. J Oral Rehabil 2007; 34: 622-630.

10. Nagai T, Kawamoto Y, Kakehashi Y, Matsumura H. Adhesive bonding of a lithium disilicate ceramic material with resin-based luting agents. *J Oral Rehabil* 2005; 32: 598-605.
11. Nagayassu MP, Shintome LK, Uemura ES, Araújo JEJ. Effect of Surface Treatment on the Shear Bond Strength of a Resin-Based Cement to Porcelain. *Braz Dent J* 2006; 17(4): 290-295.
12. Özcan M, Alkumru HN, Gemalmaz D. The effect of surface treatment on the shear bond strength of luting cement to a glass-infiltrated alumina ceramic. *Int J Prosthodont* 2001;14(4):335-339.
13. Panah FG, Rezai SMM, Ahmadian L. The Influence of Ceramic Surface Treatments on the Micro-shear Bond Strength of Composite Resin to IPS Empress 2. *J Prosthodont* 2008; 17: 409-414.
14. Pisani-Proença J, Erhardt MCG, Valandro LF, Gutierrez-Aceves G, Bolanos-Carmona MV, Castillo-Salmeron RD, Bottino MA. Influence of ceramic surface conditioning and resin cements on microtensile bond strength to a glass-ceramic. *J Prosthet Dent* 2006; 96: 412-417.
15. Piwowarczyk A, Lauer HC, Sorensen JA. In vitro shear bond strength of cementing agents to fixed prosthodontic restorative materials. *J Prosthet Dent* 2004; 92: 265-273.
16. Placido E, Meira JBC, Lima RG, Muench A, Souza RM, Ballester RY. Shear versus micro-shear bond strength test: A finite element stress analysis. *Dent Mater* 2007; 23: 1086-1092.
17. Sálvio LA, Correr-Sobrinho L, Consani S, Sinhoreti MAC, Góes MF, Knowles J C. Effect of Water Storage and Surface Treatments on the Tensile Bond Strength of IPS Empress 2 Ceramic. *J Prosthodont* 2007; 16: 192-199.

18. Saraçoglu A, Cura C, Cotert HS. Effect of various surface treatment methods on the bond strength of the heat-pressed ceramic specimens. *J Oral Rehabil* 2004 31; 790–797.
19. Shimada Y, Yamaguchi S, Tagami J. Micro-shear bond strength of dual-cured resin cement to glass-ceramics. *Dent Mater* 2002; 18: 380-388.
20. Soares C, Soares PV, Pereira JC, Fonseca RB. Surface Treatment Protocols in the Cementation Process of Ceramic and Laboratory-Processed Composite Restorations: A Literature Review. *J Esthet Restor Dent* 2005; 17: 224-235.

11- ANEXOS

11.1- Revisão de Literatura

1. Anusavice (2003), descreveu no seu livro de materiais dentários, capítulo de cerâmicas odontológicas os tipos, composições, processamentos laboratoriais, compostos para reforços, técnicas para reforços, propriedades mecânicas, propriedades ópticas, interfaces de união, desenvolvimento de trincas, etc., de materiais cerâmicos utilizados na odontologia.

2. Blatz, Sadan e Kern (2003) realizaram uma revisão de literatura sobre a união entre resinas e cerâmicas dentais. A pesquisa envolveu artigos publicados em inglês entre 1966 e 2001 tendo como base de dados o PubMed. Os autores realçam as vantagens da cimentação adesiva, das cerâmicas a base de silicato, seus tratamentos superficiais e o uso de agentes silanos. Também citam os cimentos resinosos, composição e formas de polimerização. Tecem comentários sobre as condições de testes e métodos de avaliação da resistência adesiva. Fazem abordagens sobre as cerâmicas a base de óxidos de alumínio e zircônia (não condicionáveis) explicando superficialmente métodos para aumentar a resistência adesiva quando estas cerâmicas forem utilizadas (silicatização e uso de cimentos com monômeros fosfatados).

3. Borges, Sophr, Góes, Correr-Sobrinho e Chan (2003) avaliaram a topografia superficial de seis diferentes cerâmicas após o tratamento com ácido fluorídrico e abrasão com óxido de alumínio jateado. Cinco infra-estruturas de cada material cerâmico: IPS Empress, IPS Empress 2, Cergogold, In-Ceram Alumina, In-Ceram Zirconia e Procera foram fabricados. Cada um foi seccionado longitudinalmente em quatro partes iguais. As secções resultantes foram divididas em três grupos. Grupo 1 sem tratamento adicional; Grupo 2 jateamento com óxido de alumínio a 50 µm; Grupo 3 condicionamento com ácido fluorídrico a 10% (20 segundos para o IPS Empress 2; 60 segundos para IPS Empress e Cergogold; 2 minutos para In-Ceram Alumina, In-Ceram Zirconia e Procera). O jateamento modificou a superfície dos materiais IPS Empress, IPS Empress 2 e Cergogold resultando em irregularidades rasas

superficiais similares a existentes nos grupos controles. Para o Procera o jateamento com óxido de alumínio achatou a superfície. A superfície do In-Ceram Alumina e Zircônia não foi alterada pelo jateamento. O ácido fluorídrico produziu o alongamento dos cristais de dissilicato de lítio com irregularidades superficiais para o IPS Empress 2. Para o IPS Empress e o Cergogold o ácido produziu uma superfície com características de colméia. O ácido não produziu alterações superficiais nos In-Ceram e no Procera. Concluíram que o ácido e o jateamento produziram um aumento das irregularidades na superfície do IPS Empress, IPS Empress 2 e do Cergogold e não produziu mudanças superficiais no In-Ceram Alumina, In-Ceram Zircônia e no Procera.

4. Clelland, Ramirez, Katsube e Seghi (2007) avaliaram o efeito da qualidade da união adesiva aos substratos dentários e cimentos resinosos na propagação de trincas de dois sistemas de cerâmica pura. Os sistemas a base de leucita (E1) e dissilicato de lítio (E2) foram utilizados no estudo. Discos com 8,5 mm de diâmetro e 1,35 mm de espessura foram fabricados. Três subgrupos, com 15 espécimes cada, foram criados variando a forma de cimentação: O grupo controle recebeu os procedimentos ideais de cimentação enquanto os dois outros grupos receberam uma cimentação comprometida entre o cimento resinoso e a cerâmica ou entre o substrato e o cimento resinoso. Uma resina composta laboratorial foi usada como substrato por apresentar propriedades elásticas próximas a da dentina. Os espécimes foram carregados no seu centro por um indentador esférico de 10 mm de diâmetro com uma velocidade de 0,01 mm/min. Cargas intermitentes foram aplicadas com incremento de 50 N até a falha ser observada na cerâmica através de trans-iluminação. A carga máxima prévia a carga foi registrada. O material E2 obteve maiores cargas de falha comparado ao material E1. Para ambos os materiais o grupo controle apresentou maiores cargas de inicialização de fratura. Para o material E2 o comprometimento da união na interface resina-cerâmica diminuiu significativamente a média de carga de falha. Concluíram que pobre qualidade de união pode afetar a capacidade de resistência a cargas flexurais dos materiais testados.

5. Della Bona, Anusavice e Mecholsku Jr (2003) estudaram os princípios de fractografia para classificar os modos de falha de resinas compostas unidas a espécimes cerâmicos depois de teste de microtração. Quinze blocos das cerâmicas a base de leucita (Empress 1) e quinze blocos da cerâmica a base de dissilicato de lítio (Empress 2) foram produzidos e polidos. Foram realizados os tratamentos superficiais: (1) 9,5% de ácido fluorídrico (HF) por 2 minutos; (2) ácido fosfatado fluoretado (APF) 4% por 2 minutos; (3) cobertura com agente silano (S); (4) HF + S; (5) APF + S. Adesivo e resina composta foram aplicados em todas as superfícies tratadas. Vinte barras para cada grupo foram preparadas dos blocos de resina-cerâmica e estocadas em água a 37°C por 30 dias antes da microtração. As análises das fraturas foram feitas com MEV e por mapeamento pontual de raio X. A estatística envolveu ANOVA, teste múltiplo de Duncan's e análise de Weibull. Tratamentos de superfície similares foram significativamente diferentes para resistência adesiva e modos de falha também para Empress 1 e Empress 2. As fraturas foram dentro da zona adesiva. As diferenças micro-estruturais dos dois sistemas foram os maiores responsáveis no desenvolvimento de retenções micro mecânicas produzidas pelos condicionadores. As médias de resistência adesiva foram maiores para o Empress 2 comparado ao Empress 1. O silano aumentou a resistência de união independente da cerâmica ou do condicionamento. A qualidade da união não deve ser avaliada apenas em dados de resistência adesiva. Análises de modo de falha e fractografia provêm importantes dados levando a previsibilidade de limitações clínicas.

6. Della Bona, Anusavice e Shen (2000) estudaram a resistência adesiva de cerâmicas prensadas a calor e compósitos levantando a hipótese de que a adesão depende da microestrutura cerâmica e de seu tratamento superficial. Blocos de IPS Empress 1 (E1) e Empress 2 (E2) foram fabricados e polidos com alumina abrasiva de 1 µm e tratados das seguintes formas: (1) ácido fluorídrico 9,6% (HF) no E1; (2) fluoreto fosfatado acidulado 4% (APF) no E1; (3) silano (S) no E1; (4) HF + S no E1; (5) APF + S no E1; (6) HF no E2; (7) APF no E2; (8) S no E2; (9) HF + S no E2; (10) APF + S no E2. Após os tratamentos as superfícies foram cobertas com Scotchbond Multi-Purpose Plus e preenchidas com compósito (Z100). Vinte barras por grupo foram carregadas até a falha por

microtração. Todas as fraturas ocorreram na zona adesiva. O HF produziu maior degradação superficial e maiores valores de resistência adesiva. A resistência adesiva entre cerâmicas e resinas compostas é controlada pela microestrutura da cerâmica e seus tratamentos de superfície.

7. Della Bona e Anusavice (2002) estudaram a hipótese de que o mecanismo de condicionamento ácido varia conforme o tipo de agente condicionador, composição e microestrutura da cerâmica a ser condicionada. Análise quantitativa e qualitativa utilizando 15 cerâmicas odontológicas foram realizadas através de MEV, imagens em BES, difração de raios X, perfilômetro ótico e espectroscopia dispersiva de comprimento de onda baseada na correção Phi-Rho-Z. Quatro discos de cada cerâmica foram fabricados de acordo com as orientações dos fabricantes. Polidos usando lixas de SiC, da granulação 240 até 1200 e finalizados com alumina abrasiva de 1 μ m. Os seguintes condicionadores foram utilizados: Bifluoreto de amônio por 1 minuto; ácido hidrofúorídrico 9,6% por 2 minutos; fluoreto fosfatado acidulado 4% por 2 minutos. O ácido hidrofúorídrico produziu um padrão de condicionamento irregular no qual os poros caracterizavam a topografia. Bifluoreto de amônio mostrou principalmente ranhuras como características de condicionamento. Fluoreto fosfatado acidulado causou um acúmulo de precipitado na superfície condicionada. Concluíram que o ácido hidrofúorídrico produziu um padrão de condicionamento mais proeminente nas cerâmicas examinadas.

8. Filho, Vieira, Araújo, Monteiro Júnior (2004) avaliaram o efeito de diferentes tratamentos superficiais, através de resistência adesiva a microtração, na união entre cerâmicas prensadas e resina composta. Quatro blocos cerâmicos (Empress 2) de 7x7x5 foram fabricados de acordo com as orientações do fabricante e polidos até a lixa 600. Divididos em quatro grupos e submetidos aos seguintes tratamentos: Grupo 1 ácido fluorídrico 9,5% por 20 segundos e silano por 3 minutos; Grupo 2 silano por 3 minutos; Grupo 3 ácido fluorídrico 9,5% por 20 segundos; Grupo 4 nenhum tratamento. O adesivo Scotchbond foi aplicado nas cerâmicas e a resina composta Z250 foi aplicada cobrindo a cerâmica. Os blocos de cerâmica-resina foram cortados produzindo 25 palitos por grupo que receberam carga de tração até a falha. As médias de

microtração foram analisadas por ANOVA e teste t BONFERRONI. Grupo 4: todos falharam durante o corte. Grupo 1: 58,8 ($\pm 10,4$); Grupo 2: 44,8 ($\pm 11,6$); Grupo 3: 35,1 ($\pm 7,7$). Resistência de união foi significativamente afetada pelo tratamento de superfície e as fraturas ocorreram dentro da zona adesiva. Concluiu-se que o tratamento superficial é importante para a adesão entre resina e cerâmica e sugere-se que o tratamento com agente silano foi o principal fator responsável pela união entre resina e cerâmica.

9. Matinlinna e Vallitu (2007) revisaram a literatura sobre a união entre superfícies cerâmicas e resinas compostas realçando os aspectos químicos do condicionamento superficial. A fonte de dados foi baseada no Pubmed e em outras fontes literárias sobre silanos. Seu conteúdo engloba os tratamentos superficiais como forma de aumentar a energia de superfície dos materiais restauradores, a composição das cerâmicas principalmente as que contêm sílica ou silicato o que as torna condicionáveis, os aspectos químicos dos agentes silanos e sua reação na superfície das cerâmicas, os aspectos químicos do condicionamento com ácido fluorídrico das cerâmicas, os tratamentos com jateamento de óxido de alumínio e os procedimentos de silicatização utilizando o sistema Rocatec®. Concluíram que os silanos promovem união química entre resinas compostas e cerâmicas.

10. Nagai, Kawamoto, Kakehashi e Matsumura (2005) avaliaram as características de união de materiais a base de dissilicato de lítio (Empress 2). Discos de dois tamanhos de material cerâmico foram confeccionados e três grupos de pares de discos foram preparados usando três técnicas de tratamento de superfície. Ácido fosfórico, ácido fluorídrico e jateamento com óxido de alumínio. Cada grupo foi ainda dividido em quatro subgrupos onde no grupo 1 foi aplicado o cimento resinoso Variolink II; grupo 2 aplicado silano Monobond-S e Variolink II; grupo 3 aplicado o adesivo acrílico Super-Bond; grupo 4 aplicado silano Porcelain Liner M e Super-Bond. Resistência ao cisalhamento foi realizada antes e depois de 100.000 ciclos térmicos. A resistência de união variou entre 10,6 a 71,5 MPa antes da termociclagem e entre 0 a 61,2 MPa depois. Dos três tratamentos superficiais o ácido fluorídrico demonstrou a maior efetividade para ambos os materiais cimentantes. O uso

de silano aumentou a resistência de união para ambos os materiais cimentantes independente do modo de preparo. Concluíram que para obter uniões duráveis entre a cerâmica Empress 2 e os agentes de cimentação resinosa o condicionamento com ácido fluorídrico e a aplicação de silano trazem melhores resultados.

11. Nagayassu, Shintome, Uemura e Araújo (2006) avaliaram o efeito de diferentes tratamentos superficiais na resistência adesiva ao cisalhamento entre cerâmicas reforçadas com óxido de alumínio (Vitadur Alpha) e cimento resinoso (Bistite II DC). Sessenta discos com 6 mm de diâmetro e 3 mm de espessura e mais sessenta discos com 3 mm de diâmetro e 3 mm de espessura foram construídos. Os espécimes foram polidos com lixas de SiC na granulação 240, 400 e 600. Divididos em seis grupos (n=10). Condicionamento com ácido fluorídrico por 2 e 4 minutos para G1 e G2 respectivamente; Jateamento com óxido de alumínio a 50 μ m por 5 segundos para o G3; Jateamento seguido de ácido fluorídrico por 2 e 4 minutos para G4 e G5; Controle G6. Silano e procedimentos de cimentação unindo os discos de maior e menor diâmetro. Os espécimes foram mantidos em água destilada a 37°C por 24 horas e o ensaio de cisalhamento foi realizado. O condicionamento com ácido por 2 minutos apresentou maiores valores de resistência adesiva do que o por 4 minutos. O grupo controle não diferiu estatisticamente do jateamento, associado ou não ao ácido fluorídrico por 2 ou 4 minutos. Concluíram que o condicionamento com ácido fluorídrico por 2 minutos foi mais eficaz na resistência de união do cimento resinoso a cerâmica reforçada com 50% de óxido de alumínio.

12. Özcan, Alkumru e Gemalmaz (2001) avaliaram o efeito de três diferentes tratamentos de superfície na resistência de união por cisalhamento de quatro diferentes agentes cimentantes (três cimentos resinosos e um compômero) ao InCeram. Noventa e seis Discos de InCeram com 16 mm de diâmetro e 2 mm de espessura foram fabricados. Oito amostras para cada grupo e doze grupos experimentais foram analisadas. As amostras foram parcialmente embutidas em resina acrílica e polidas com lixa de SiC com granulação de 1200. As condições de tratamentos foram: condicionamento com

ácido fluorídrico 5% por 90 segundos; jateamento por 14 segundos com pó de alumínio 110 μm , a 2,5 bar e distância de 10 mm; silicatização da superfície com sistema Rocatector ESPE. Cada condição superficial foi subdividida por quatro tipos de agentes cimentantes. Cilindros de cimento resinoso foram construídos sobre as superfícies cerâmicas de acordo com as recomendações de uso de cada tipo de cimento inclusive com seus respectivos agentes silanos. Amostras foram estocadas em água destilada a 37°C por 24 horas e termocicladas entre 5 e 55 °C por 5.000 ciclos. Tensão de cisalhamento foi realizada até a falha. ANOVA mostrou diferenças significantes na resistência de união com diferentes tipos de agentes cimentantes e tratamentos superficiais. Silicatização proporcionou maiores valores de resistência adesiva comparado ao jateamento. Condicionamento com ácido fluorídrico obteve piores resultados. Cimentos resinosos apresentaram melhores resistências adesivas comparados ao compômero.

13. Panah, Rezai e Ahmadian (2008), avaliaram a influência de diferentes tratamentos superficiais na cerâmica para infra-estrutura a base de dissilicato de lítio na resistência adesiva por micro-cisalhamento com uma resina composta. Sessenta placas foram fabricadas pela técnica da cera perdida segundo orientações do fabricante. Divididas em oito grupos. (1) nenhum tratamento (NT); (2) jateamento com óxido de alumínio a 50 μm (AL); (3) ácido fluorídrico 9,6% por 1 minuto (HF); (4) agente silano (S); (5) AL+HF; (6) AL+S; (7) HF+S; (8) AL+HF+S. Cilindros de resina composta foram cimentados sobre as placas cerâmicas de cada grupo. Tensão de cisalhamento foi realizada até a falha com velocidade de 0,5 mm/min. Análise do tipo de fratura em MEV e estatística utilizando ANOVA e teste de múltiplas comparações. Houve influencia do tratamento de superfície estatisticamente significativa. MEV não mostrou falhas inteiramente coesivas na cerâmica ou na resina. O grupo com maiores valores de resistência adesiva foi o (8) AL+HF+S com 26,0 (3,71) MPa. Concluíram que a resistência adesiva ao micro-cisalhamento do IPS Empress 2 é dependente significantemente do método de tratamento de superfície.

14. Pisani-Proença, Erhardt, Valandro, Gutierrez-Aceves, Bolanos-Carmona, Castillo-Salmeron e Bottino (2006) avaliaram a resistência de união por microtração de três cimentos resinosos a cerâmica a base de dissilicato de lítio submetida a dois tratamentos de superfícies. Dezoito espécimes (5 x 6 x 8 mm) foram fabricados e duplicados em resina composta. Os blocos cerâmicos foram polidos e divididos em dois grupos (n=9 por tratamento). Um grupo sem tratamento adicional e outro grupo com condicionamento com ácido fluorídrico 5% por 20 segundos e silanização durante um minuto. Os blocos cerâmicos e resinosos foram cimentados um ao outro com Rely X Unicem, Multilink e Panavia F. Foram mantidos em umidade a 37 graus por 7 dias e seccionados para serem submetidos a microtração. A resistência adesiva da superfície condicionada foi significativamente maior que a não condicionada. Considerando os grupos não condicionados o sistema Rely X Unicem foi significativamente mais resistente do que o Multilink e o Panavia F. Conclui-se que o condicionamento com ácido fluorídrico e a aplicação de um agente silano é fundamental para a união entre resina e cerâmicas a base de dissilicato de lítio, independente do cimento resinoso utilizado.

15. Piwowarczyk, Lauer e Sorensen (2004) determinaram a resistência de união por cisalhamento de diferentes agentes cimentantes a uma liga metálica com alto conteúdo de ouro, uma cerâmica com alto conteúdo de óxido de alumínio (Procera AllCeram), uma cerâmica reforçada por leucita (IPS Empress) e uma cerâmica reforçada por dissilicato de lítio (IPS Empress 2). Cilindros de resina composta (5,5 mm de diâmetro, n=20) pré-polimerizados foram cimentados em superfícies pré-tratadas dos materiais acima citados. A liga metálica e o Procera foram jateadas com óxido de alumínio e as cerâmicas prensadas foram condicionadas com ácido fluorídrico e silanizadas previamente a cimentação. Os agentes cimentantes foram o cimento de fosfato de zinco (Fleck's), cimentos de ionômero de vidro (Fuji I, Ketac-Cem), cimentos de ionômero de vidro resino-modificados (Fuji Plus, Fuji Cem, RelyX Luting), cimentos resinosos (RelyX ARC, Panavia F, Variolink II, Compolute) e cimento autocondicionante (RelyX Unicem). Metade dos espécimes foram testados 30 minutos após a cimentação e a outra metade foi estocada em água destilada a 37 graus por 14 dias e então termociclada 1000 vezes entre 5 e 55 graus antes

do teste. O cisalhamento e a análise estatística foram realizados. Depois de 14 dias de estocagem apenas o cimento autocondicionante (RelyX Unicem) e dois cimentos resinosos (Panavia F e Compolute) mostravam forte resistência de união a específicos materiais restauradores. Cimentos como fosfato de zinco, ionômero de vidro e ionômero de vidro resino-modificado apresentaram os piores resultados após termociclagem. O cimento resinoso Variolink II mostrou maior resistência de união ao IPS Empress 2 após 14 dias de estocagem e termociclagem.

16. Plácido, Meira, Lima, Muench, Souza e Ballester (2007) compararam a distribuição de estresses nos testes de cisalhamento e micro-cisalhamento utilizando análise por elemento finito e sugeriram alguns parâmetros para padronização que devem ter importante influência nos resultados. Análises de elemento finito em dois planos dimensionais foram realizadas utilizando os programas MSCPatran® e MSCMarc®. A configuração dos testes de cisalhamento e micro-cisalhamento baseou-se em experimentos publicados e a propriedades dos materiais foram consideradas isotrópicas, homogêneas e elasticamente lineares. Valores típicos de módulo de elasticidade e taxa de Poisson's foram atribuídas ao compósito, dentina e adesivo. Foram considerados pontos simples de concentração de carga a diferentes distâncias da interface adesivo-dentina e geometricamente proporcionais. A tração máxima, estresse de cisalhamento e distribuição dos estresses ao longo da interface dentina-adesivo foram analisados. A distribuição de estresses foi sempre não uniforme e grandemente diferente entre os modelos de cisalhamento e micro-cisalhamento. Uma apropriada distância de carga foi estabelecida para cada teste, 1 mm para cisalhamento e 0,1 mm para micro-cisalhamento, para que a concentração de estresses possa ser mínima. Concluíram que o módulo de elasticidade do compósito, a espessura da camada adesiva e a distância de aplicação da carga são parâmetros importantes a serem padronizados, uma vez que eles influenciam na concentração de estresses.

17. Sálvio, Correr-Sobrinho, Consani, Sinhoreti, Góes e Knowles (2007) avaliaram o efeito da estocagem em água na resistência a tração entre o

Empress 2, com diferentes tratamentos superficiais, e o cimento resinoso Variolink II. Cento e oitenta discos cerâmicos com diâmetro de 5,3 mm no topo, 7,0 mm na base e espessura de 2,5 mm foram confeccionados e embutidos em resina acrílica, polidos, randomicamente pareados e divididos em seis grupos. Grupos 1 e 4, ácido fluorídrico 10% durante 20 segundos; Grupos 2 e 5 jateados por 5 segundos com óxido de alumínio a 50 µm; Grupos 3 e 6 jateados por 5 segundos com óxido de alumínio 100 µm. Silano foi aplicado e os discos cimentados em pares com cimento resinoso adesivo. Os grupos de 1 a 3 foram estocados em água a 37°C por 24 horas e os grupos de 4 a 6 foram estocados por 1 ano. As amostras foram expostas a tensão de tração. Grupo 1, 2 e 3 apresentaram médias de resistência a tração significativamente maiores do que as observadas nos grupos 4, 5 e 6. O tratamento com ácido fluorídrico mostrou maior resistência a tração comparado ao jateamento com óxido de alumínio a 50 e 100 µm independente do tempo de estocagem. Os autores concluíram que o tempo de estocagem diminui a resistência a tração de ambos os tratamentos superficiais. O uso de ácido fluorídrico mostrou-se mais efetivo, com relação a resistência adesiva a tração, do que o jateamento.

18. Saraçoğlu, Cura e çötert (2004) avaliaram a interação entre a resistência adesiva ao cisalhamento e o tratamento superficial de cerâmicas odontológicas prensadas sob calor. Cento e noventa e oito cilindros cerâmicos com 4 mm de diâmetro e 3 mm de altura foram fabricados. Eles foram polidos com lixa de SiC de granulação 600 e metade das amostras embutidas em resina acrílica autopolimerizável. As amostras foram divididas em 9 grupos sendo que 20 amostras por grupo e 10 embutidas na resina acrílica, e as outras 10 cimentadas sobre as embutidas em resina acrílica. Amostras sobressalentes foram preparadas para MEV. Previamente a cimentação os seguintes tratamentos de superfície foram realizados; ácido fluorídrico 4,9% durante 10, 20 e 40 segundos para os grupos 1, 2 e 3; ácido fluorídrico 9,5% por 10, 20 e 40 segundos para os grupos 4, 5 e 6; ácido ortofosfórico 40% por 40 segundos para o grupo 7; jateamento com óxido de alumínio 50 µm por 10 segundos a 60 psi de pressão para o grupo 8; e abrasão com discos diamantados em alta velocidade para o grupo 9. Silanização e adesão resinosa dos discos foram realizadas. Estocagem em água destilada a temperatura

ambiente por 30 dias e teste de cisalhamento foram realizados. MEV foi realizada após fratura. Os menores valores de resistência adesiva foram obtidos com o ácido ortofosfórico e os maiores foram obtidos com o ácido fluorídrico por 40 segundos. O ácido fluorídrico mostrou ser o mais efetivo método de produzir união confiável entre resina e cerâmica e o tempo de aplicação e sua concentração mostraram-se importantes. O ácido ortofosfórico mostrou-se ineficaz. Os métodos físicos de jateamento e abrasão com disco de diamante mostraram-se melhores que o ácido ortofosfórico e piores do que o ácido fluorídrico.

19. Shimada, Yamaguchi e Tagami (2002), avaliaram os efeitos do jateamento com óxido de alumínio, do condicionamento com ácido fluorídrico e da aplicação de silano nas superfícies de cerâmicas vítreas em relação a resistência de união por micro-cisalhamento com um cimento resinoso. Sessenta espécimes retangulares foram confeccionados e divididos em seis grupos. Grupo 1 sem tratamento adicional; Grupo 2 polido com lixas de SiC e pastas diamantadas; Grupo 3 condicionada com ácido fluorídrico 16,8% por 5 segundos; Grupo 4 condicionada com ácido fluorídrico por 30 segundos; Grupo 5 condicionada com ácido fosfórico 40% por 5 segundos; Grupo 6 condicionada com ácido fosfórico por 60 segundos. Metade dos espécimes de cada grupo foi tratada com uma mistura de primer ácido e silano e a outra metade foi tratada apenas com primer ácido. Tubos com 0,8 mm de diâmetro foram usados como matriz para construção de cilindros de cimento resinoso sobre as cerâmicas e a tensão de cisalhamento foi realizada com fio ortodôntico. O uso do silano elevou os valores de resistência de união. Os resultados com ácido fosfórico não ficaram claros. O ácido fluorídrico pareceu super-condicionar a cerâmica resultando em efeitos adversos na união. A conclusão afirma que o silano pode aumentar a resistência de união entre a cerâmica e o cimento resinoso.

20. Soares, Soares, Pereira e Fonseca (2005) revisaram a literatura sobre protocolos de tratamento de superfície de restaurações indiretas cerâmicas e de resina laboratorial. O processo de cimentação mostrou-se dependente do material restaurador e por isso sua superfície deve ser tratada

de acordo com a composição do material. A fonte de busca foram artigos do Pubmed entre 1965 a 2004. Dois tipos de inter-relação podem ocorrer entre material e resinas de cimentação; união mecânica ou união química. As retenções micro-mecânicas criadas na superfície interna das cerâmicas são essenciais para o processo de adesão. O ácido fluorídrico modifica a superfície de cerâmicas que contém silicatos (feldspáticas, dissilicato de lítio, leucita) promovendo grandes valores de resistência adesiva devido as micro-retenções criadas. No Empress 2 o ácido fluorídrico 9,5% por 20 segundos remove a fase cristalina secundária e a matriz vítrea criando uma superfície favorável à adesão. Jateamento com óxido de alumínio provê resistência de união insuficiente e o excesso de jateamento promove perda de estrutura no material cerâmico. O agente silano funciona como uma molécula bifuncional que une partículas inorgânicas das cerâmicas e a matriz resinosa. União química é promovida pelo agente silano em cerâmicas que contenham silicato. Aquecer o silano tem promovido bons resultados em resistência adesiva devido ao auxílio na evaporação do solvente. Concluíram que o tratamento superficial depende da composição do material restaurador.

11.2 - Materiais e Método

Sessenta espécimes da vitrocerâmica IPS Empress 2 (Ivoclar-Vivadent, Schaan, Liechtenstein) com 20 mm de comprimento, 5 mm de largura, 2 mm de espessura, na cor 300, cuja composição básica é de SiO_2 (57 - 80%), Al_2O_3 (0-5%), La_2O_3 (0.1-6%), MgO (0-5%), ZnO (0-8%), K_2O (0-13%), Li_2O (11-19%), P_2O_5 (0-11%) foram confeccionados pela técnica da cera perdida, segundo os dados e as orientações do fabricante.

De início cera 7 (Polidental, Cotia, SP, Brasil) foi introduzida em uma matriz metálica de aço inoxidável e com uma prensa manual a cera foi compactada para a obtenção de padrões em cera compactos, sem falhas, similares ao molde de aço inoxidável e sem o inconveniente de contração ou expansão da cera causada por mudanças bruscas de temperatura. As dimensões dos padrões em cera eram de 20 mm de comprimento, 5 mm de largura e 2 mm de espessura.



Fig 1: Padrão em cera 7 com 20 mm de comprimento, 5 mm de largura e 2 mm de espessura.

Os padrões foram aderidos com cera para escultura à base de um anel de plástico, que acompanha o conjunto de revestimento (IPS Empress2-Speed, Ivoclar-Vivadent, Schaan, Liechtenstein). Depois da fixação, 100g do

revestimento foi misturado ao líquido especial - na concentração de 17,5 ml para 11,5 ml de água destilada e posteriormente inserido em um manipulador a vácuo (Polidental, Cotia, SP, Brasil) por 2 minutos.

O revestimento foi introduzido dentro do suporte com a cera. Depois de 30 minutos de presa, o anel de revestimento com formato adequado aos processos de prensagem estava pronto para o forno.

O anel foi colocado em um forno (Knebel, Porto Alegre, RS, Brasil) a temperatura de 850°C por 45 minutos. Após este período o anel foi levado ao forno de fundição (Ep 600 – Ivoclar-Vivadent, Schaan, Liechtenstein) e realizou-se o ciclo de prensagem a temperatura de 920°C por 25 minutos.

Depois do total resfriamento do anel, os espécimes foram retirados do revestimento com um disco de carborundum, para remoção do bastão de alumina, e com jato de óxido de alumínio (Bio-art, São Carlos, SP, Brasil), com partículas de 100 µm e pressão inicial de 4 bar e quando próximos dos espécimes, com pressão de 2 bar.

Os espécimes foram inseridos em um frasco com ácido fluorídrico 1% (Invex Liquid, Ivoclar-Vivadent, Schaan, Liechtenstein) e levados ao ultrassom (Sultan Pró-sonic 300, Englewood, NJ, USA) por 10 minutos. Todos os espécimes foram novamente jateados com óxido de alumínio 100 µm a 1 bar finalizando o procedimento de limpeza.

Metade dos espécimes (n = 30) permaneceu sem polimento em suas superfícies, enquanto a outra metade (n = 30) foi polida com refrigeração (água) dentro de uma seqüência de lixas de SiC (3M Sumaré, SP, Brasil) com granulações de 220, 320, 360, 400, 500, 600, 1200, 1500, 2000 e pastas

diamantadas 3, 1 e $\frac{1}{4}$ μm ^{8, 10, 17, 14} apenas nas superfícies que receberam os procedimentos adesivos.



Fig 2: Espécimes em vitrocerâmicas. 30 polidas e 30 não polidas.

Os espécimes foram parcialmente incluídos em uma matriz tubular de PVC e preenchidos com resina acrílica quimicamente ativada incolor, deixando exposta apenas a superfície a ser testada. Na superfície exposta foi instalado um adesivo plastificado com três orifícios circulares com $1,32 \text{ mm}^2$ de área dispostos a uma distância de 5 mm um do outro. Com isso a área de adesão ficou limitada à abertura do orifício evitando possíveis interferências de excessos de condicionamento e adesivo além do perímetro de adesão¹⁰.



Fig 3: Espécime parcialmente incluído.



Fig 4: Adesivo plástico posicionado.

Os grupos não polido (NP) e polido (P) foram subdivididos em seis subgrupos com 10 espécimes cada. Subgrupos não polido controle (NPC) e polido controle (PC) sem tratamento de superfície adicional. Subgrupos não polido ácido (NPA) e polido ácido (PA) que receberam tratamento com ácido fluorídrico 10% (FGM, Joinville, SC, Brasil) por 20 segundos, seguido de lavagem com jato de água de seringa tríplice por 60 segundos e secagem completa com jato de ar de seringa tríplice nas áreas disponíveis para adesão. Subgrupos não polido jateado (NPJ) e polido jateado (PJ) que receberam jateamento de óxido de alumínio com partículas de 50 μm a 4 bar de pressão por 5 segundos a uma distância de 10 mm, regulada com dispositivo especial fabricado com silicone por condensação, seguido de lavagem com jato de água durante 60 segundos e secagem completa com jato de ar.

Na seqüência foi aplicado o agente silano Monobond S (Ivoclar-Vivadent, Schaan, Liechtenstein) na superfície cerâmica por 60 segundos e secagem completa com jatos de ar em todos os espécimes. O adesivo hidrófobo Scotchbond Multi-Use Bond (3M Dental Products Division, St Paul, MN, USA) foi aplicado com aplicador “microbrush” em todos os espécimes e fotopolimerizado com o aparelho fotopolimerizador Optilux 500 Demetron (Demetron, Sybron Dental Specialties Inc., Orange, CA, USA), $400\text{mW}/\text{cm}^2$, durante 20 segundos conforme orientação do fabricante. Para garantir uma densidade de potência apropriada do aparelho fotopolimerizador, o mesmo foi submetido a averiguações em radiômetro, do próprio aparelho fotopolimerizador, durante todos os passos em que ele foi utilizado. A partir desse momento, os espécimes estavam prontos para confecção dos cilindros do cimento resinoso Variolink II (Ivoclar-Vivadent, Schaan, Liechtenstein).

Para confecção dos cilindros de cimento resinoso nos orifícios determinados pelo adesivo, tubos plásticos incolores com o diâmetro de 1,3 mm, foram seccionados e utilizados como matriz na inserção e polimerização do cimento resinoso. Esses tubos plásticos foram posicionados previamente a fotopolimerização do adesivo hidrófobo, de tal modo que as faces internas do tubo se alinhassem com as delimitações do orifício do adesivo plástico. Este tubo foi mantido em posição, pelo próprio adesivo hidrófobo polimerizado até o cimento resinoso ser introduzido no interior deste mesmo tubo com seringa Centrix (Centrix, Shelton, CT, USA), e ser fotoativado por 60 segundos de acordo com as instruções do fabricante. Após a polimerização, estes tubos foram seccionados, utilizando lâmina de bisturi número 15 (BD, São Paulo, SP, Brasil) adaptada ao cabo para bisturi, e removidos obtendo-se assim três cilindros de cimento resinoso em cada espécime. O diâmetro de cada cilindro de cimento resinoso foi ainda mensurado com paquímetro digital (CD6 CS, Mitutoyo, Kanagawa, Japão) obtendo-se uma média de 1,3 mm de diâmetro.

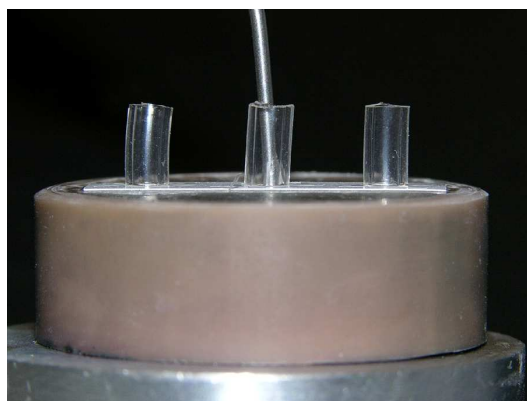


Fig 5: Tubos plásticos posicionados com ponta da seringa Centrix pronta para introduzir o cimento resinoso.

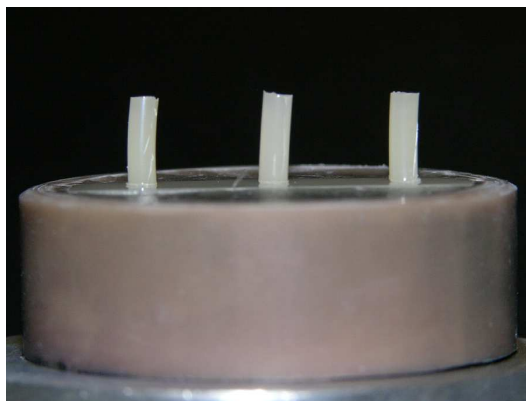


Fig 6: Cilindros de cimento resinoso confeccionados após a remoção dos tubos plásticos.

Após a confecção dos 180 cilindros de cimento resinoso, os espécimes foram analisados em microscópio óptico (30 x) para avaliar existência de falhas ou fendas entre o material resinoso e a superfície cerâmica ^{15, 19}. Espécimes com falhas foram excluídos e substituídos. Depois os tubos de PVC foram estocados em água a 37° C durante 24 horas e submetidos à ciclagem térmica em máquina de ciclagem térmica (Thermal Shock Tester TTS-1 LM) pela imersão dos espécimes em soluções a 5 e 55° C com o tempo de 60 segundos em cada solução e um tempo de transferência de 15 segundos. Foram realizados 500 ciclos. O teste envolveu 30 cisalhamentos para cada subgrupo. Para o teste, os tubos de PVC foram posicionados em máquina de ensaio universal EMIC (São José dos Pinhais, PR, Brasil) utilizando dispositivo especial. Cada cilindro de cimento resinoso foi laçado com fio ortodôntico de 0,30 mm, de modo que esse fio se adaptasse o mais próximo possível da interface entre cimento resinoso e superfície cerâmica, para assim a força de cisalhamento ser aplicada até ocorrer falha. O teste foi realizado com uma célula de carga de 20 Kgf, a uma velocidade de 1 mm/min ¹⁹.

A visualização das falhas foi realizada por Microscopia Eletrônica de Varredura (JSM-6360-LV, Jeol, Tokyo, Japan). A área, em pixels², de cada tipo

de fratura, com as imagens realizadas no mesmo aumento (50x), foram mensuradas em programa de imagens ImageTool (Department of Dental Diagnostic Science at The University of Texas Health Science Center, San Antonio, Texas, USA) e identificadas como: A – adesiva entre a vitrocerâmica e o cimento resinoso; B – coesiva no cimento resinoso; C – coesiva na vitrocerâmica.

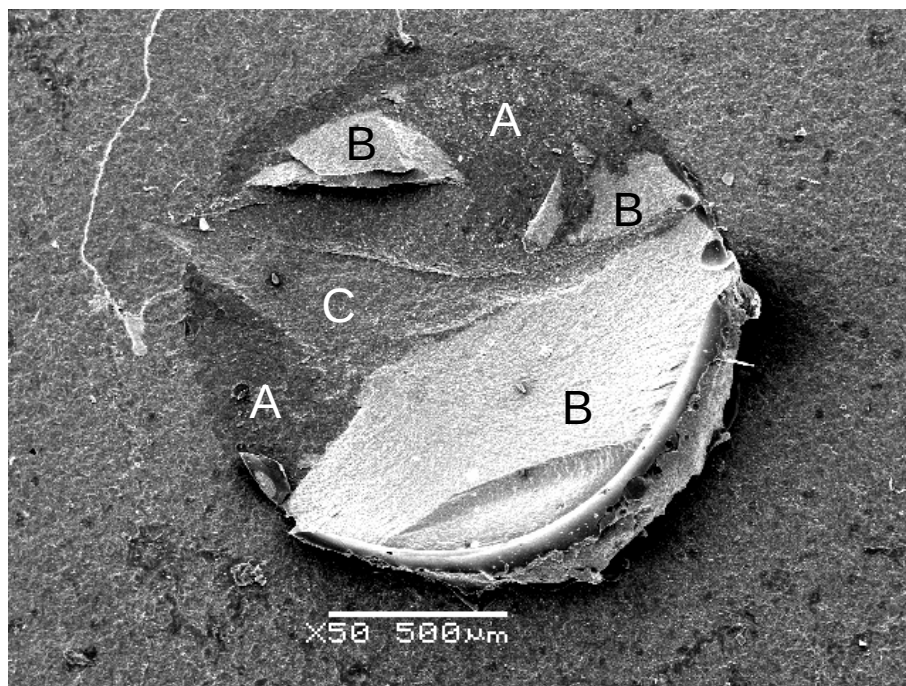


Fig 7: MEV para análise da falha. A área de cada tipo de falha foi mensurada.

A – adesiva; B – coesiva no cimento resinoso; C – coesiva na vitrocerâmica.

A análise estatística envolveu ANOVA a dois critérios para o estado inicial da superfície (polido e não polido) e para análise do estado inicial em relação aos tratamentos de superfície realizados e teste de comparações múltiplas de Tukey HSD, para localizar as diferenças entre os grupos.

12- NORMAS DA REVISTA

GUIDELINES FOR AUTHORS

The Journal of Adhesive Dentistry is a bi-monthly journal that publishes scientifically sound articles of interest to practitioners and researchers in the field of adhesion to hard and soft dental tissues. The Journal publishes several types of peer-reviewed original articles:

1. **Clinical and basic science research reports** – based on original research in adhesive dentistry and related topics.
2. **Reviews topics** – on topics related to adhesive dentistry.
3. **Short communications** – of original research in adhesive dentistry and related topics. Max. 2 printed pages, including figures and references. High priority will be given to the review of these papers to speed publication.
- 4a. **Invited focus articles** – presenting a position or hypothesis on a basic science or clinical subject of relevant related topics. These articles are not intended for the presentation of original results, and the authors of the articles are selected by the Editorial Board.
- 4b. **Invited commentaries** – critiquing a focus articles by addressing the strong and weak points of the focus articles. These are selected by the Editorial Board in consultation with the focus articles author, and the focus articles and the commentaries on it are published in sequence in the same issue of the Journal.
5. **Invited guest editorials** – may periodically be solicited by the Editorial Board.
6. **Proceedings of symposia, workshops, or conferences** – covering topics of relevance to adhesive dentistry and related topics.
7. **Letters to the Editor** – may be submitted to the editor-in-chief; these should normally be no more than 500 words in length.

Submission Instructions

Submission of manuscripts in order of preference:

1. Submission via online submission service (www.manuscriptmanager.com/jadd). Manuscript texts should be uploaded as PC-word document. A broad range of file formats are acceptable. No paper version required but high resolution photographs or illustrations should be sent to the editorial office (see below). Online submission are automatically uploaded into the editorial office's reviewer assignment schedule and are therefore processed immediately upon upload.
2. Submission via e-mail as a PC-word document (richter@quintessenz.de). Illustrations can be attached in any format that can be opened using Adobe Photoshop, (TIF, GIF, JPG, PSD, EPS, etc) or as Microsoft PowerPoint Documents (ppt). No paper version required but high resolution photographs or illustrations should be sent to the editorial office.
3. One paper copy of the manuscript plus a floppy diskette or CD-ROM (mandatory) containing a PC-word file of the manuscript text, tables and legends. Figures should be included on the disk if possible in any format that can to be open using Adobe Photoshop, (TIF, GIF, JPG, PSD, EPS, etc) or as a Microsoft PowerPoint document (ppt).

Mailing address:

Quintessenz Verlags-GmbH, Juliane Richter
The Journal of Adhesive Dentistry,

Ifenpfad 2-4, D-12107 Berlin, Germany

Illustrations that cannot be sent electronically will be scanned at the editorial office so that they can be sent to reviewers via e-mail along with the manuscript to expedite the evaluation process. Resubmitted manuscripts should also be submitted in the above manner. Please note that supplying electronic version of your tables and illustrations upon resubmission will assure a faster publication time in the manuscript is accepted.

Review/ editing of manuscripts. Manuscripts will be reviewed by the editor-in-chief, and at least two reviewers with expertise within the scope of the article. The publisher reserves the right to edit accepted manuscripts to fit the space available and to ensure conciseness, clarity, and stylistic consistency, subject to the author's final approval.

Adherence to guidelines. Manuscript that are not prepared in accordance with these guidelines will be returned to the author before review.

MANUSCRIPT PREPARATION

- The Journal will follow as much as possible the recommendations of the International Committee of Medical Journal Editors (Vancouver Group) in regard to preparation of manuscripts and authorship (Uniform requirements for manuscripts submitted to biomedical journals. *Ann Intern Med* 1997; 126: 36-47).

- **Titles page.** The first page should include the title of the article (descriptive but as concise as possible) and the name, degrees, titles, professional affiliation, and full address of all authors. Phone, fax, and e-mail address must also be provided for the corresponding author, who will be assumed to be the first-listed author unless otherwise noted. If the paper was presented before an organized group, the name of the organization, location, and date should be included.

- **3-8 keywords.**

- **Structured abstract.** Include a maximum 250-word structured abstract (with headings Purpose, Materials and Methods, Results, Conclusion).

- **Introduction.** Summarize the rationale and purpose of the study, giving only pertinent references. Clearly state the working hypothesis.

- **Materials and Methods.** Present materials and methods in sufficient details to allow confirmation of the observations. Published methods should be referenced and discussed only briefly, unless modifications have been made. Indicate the statistical methods used, if applicable.

- **Results.** Presents results in a logical sequence in the text, tables, and illustrations. Do not repeat in the text all the data in the tables or illustrations; emphasize only important observations.

- **Discussion.** Emphasize the new and important aspects of the study and the conclusions that follow from them. Do not repeat in detail data or other materials given in the introduction or results section. Relate observations to other relevant studies and point out the implications of the findings and their limitations.

- **Acknowledgments.** Acknowledge persons who have made substantive contributions to the study. Specify grant or other financial support, citing the name of the supporting organization and grant number.

- **Abbreviations.** The full term for which an abbreviation stands should precede its first use in the text unless it is a standard unit of measurement.

- **Trade names.** Generic terms are to be used whenever possible, but trade names and manufacturer should be included parenthetically at first mention.

- Clinical Relevance. Please include a very brief (2 sentences or 3 lines) clinical relevance statement.

REFERENCES

- **All references must be cited** in the text, according to the alphabetical and numerical reference list.
- **The reference list** should appear at the end of the article, in alphabetical and numerical sequence.
- **Do not include unpublished data** or personal communications in the reference list. Cite such references parenthetically in the text and include a date.
- **Avoid using abstracts** as references.
- Provide complete information for each reference, including names of all authors. If the reference is part of a book, also include title of the chapter and names of the book's editor(s).

Journal reference style:

1. Turp JC, Kowalski CJ, Stohler CS. Treatment seeking patterns of facial pain patients: Many possibilities, limited satisfaction. J Orofacial Pain 1998; 12: 61-66.

Book reference style:

1. Hannam AG, Langenbach GEJ, Peck CC. Computer simulations of jaw biomechanics. In: McNeill C (ed). Science and Practice of Occlusion. Chicago: Quintessence, 1997: 187-194.

ILLUSTRATIONS

- All illustrations must be numbered and cited in the text in order of appearance.
- Paper version
- The figure number and first author's last name should be indicated on the back of each photograph or on the mount of each slide. Also indicate the top edge lightly in pencil.
- Do not mark author's name on duplicates!
- Do not bend, fold, or use paper clips. Do not mount slides in glass.
- For protection against damage or loss, authors should retain duplicate slides and illustrations.
- All illustrations are returned after publication.
- Original artwork must be provided with original submission.

Black & White – Submit three sets of high-quality glossy prints. Should the quality prove inadequate, negatives will be requested as well. Photographs should be un-mounted and untrimmed.

Radiographs – Submit the original radiograph as well as two sets of prints.

Color – Original slides (35 mm transparencies) must be submitted, plus two sets of prints made from them. When instruments and appliances are photographed, a neutral background is best; structured fabrics are unsuitable.

Line drawings – Figures, charts, and graphs should be Professionally drawn and lettered large enough to be read after reduction. Good-quality computer-generated laser prints are acceptable (no photocopies); also provide electronic file if possible. Lines within graphs should be of a single weight unless emphasis is needed.

Legends – Figure legends should be grouped on a separate sheet and typed double-spaced.

TABLES

- Each table should be logically organized, on a separate sheet, and numbered consecutively.
- The title and footnotes should be typed on the same sheet as the table.

MANDATORY SUBMISSION FORM

The Mandatory Submission Form, signed by all authors, must accompany all submitted manuscripts before they can be reviewed for publication. Electronic submission: scan the signed form and submit as JPG or TIF file.

PERMISSIONS & WAIVERS

- Permissions of author and publisher must be obtained for the direct use of materials (text, photos, drawings) under copyright that does not belong to the author.
- Waivers must be obtained for photographs showing persons. When such waivers are not supplied, faces will be masked to prevent identification. For clinical studies the approval of the ethics committee must be presented.

PAGE CHARGE

The first 8 printed pages in an articles are free of charge. For excess pages, the charge is \$140 per printed page. The approximate number of characters on a printed page is approximately 6,800. Please also consider the number and size of illustrations.

13- ARTIGO EM INGLÊS

Summary:

1- Title	46
2- Abstract.....	47
3- Introduction.....	48
4- Materials and Methods.....	50
5- Results.....	54
6- Discussion.....	55
7- Conclusion.....	59
8- Tables.....	60
9- Figures.....	61
10- References.....	64

1- TITLE

Influence of surface treatment on bond strength in a lithium disilicate glass-ceramic to a dual-cured resin cement

RAFAEL TORRES BRUM

School of Dentistry, Graduation Program, Pontifical Catholic University of Paraná, Curitiba, Paraná, Brazil.

R. Urbano Lopes, 60

Apartment 1302 – Cristo Rei – Curitiba – Paraná – Brazil.

ZIP 80-050-520

Business telephone number: 55 41 30297155

Mobile phone number: 55 41 99319925

E-mail: rafaeltbrum@yahoo.com.br

DANILO BIAZETTO DE MENEZES CALDAS

School of Dentistry, Graduation Program, Pontifical Catholic University of Paraná, Curitiba, Paraná, Brazil.

R. Imaculada Conceição, 1155

Prado Velho – Curitiba – Paraná – Brazil.

ZIP 80-915-901

Business phone number: 55 41 3271-1637

E-mail: danilocaldas@hotmail.com

2. ABSTRACT

Objective: To assess the influence of surface treatment on bond strength in a lithium disilicate based glass-ceramic to a dual-cured resin cement. **Materials and Methods:** Sixty glass-ceramics specimens (20 x 5 x 2 mm) were hot pressed according to manufacturer's recommendations. The specimens were randomly divided into two groups (n = 30). Specimens from one group were wet-ground under tap water up to 2000 grit SiC abrasive paper and polished with 3 μm , 1 μm and $\frac{1}{4}$ μm diamond pastes. The specimens from other group remained without any surface polishing. Each group was divided into three subgroups (n = 10) according the following surface treatments: Polished Control (PC) and Non-Polished Control (NPC) without any further treatment; Polished Acid (PA) and Non-Polished Acid (NPA) etched with 10% hydrofluoric acid (HF) for 20 seconds; Polished Sandblasted (PS) and Non-Polished Sandblasted (NPS) sandblasted with 50 μm Al_2O_3 . Three dual-cured resin cement cylinders were made for each specimen. The shearing test was carried out in a universal testing machine and the fracture analysis was evaluated by scanning electron microscopy (SEM). Two-way ANOVA and HSD multiple comparison Tukey Test were used. **Results:** PA (44.47 $\pm$ 5.91 MPa) and NPA (39.70 $\pm$ 5.46 MPa) presented the highest bond strength averages with no statistical difference. PS (31.05 $\pm$ 8.81 MPa), NPC (29.11 $\pm$ 8.11 MPa) and NPS (26.41 $\pm$ 7.31 MPa) were statistically similar. PC (24.96 $\pm$ 8.17 MPa) was statistically similar to NPS and NPC. **Conclusion:** The treatment with hydrofluoric acid provides higher bond strength.

Key words: Glass-ceramic, surface treatment, bond strength.

3. INTRODUCTION

The ceramic restorations used nowadays present a high crystallization degree which improves the mechanical properties of these materials.^{7, 12} One of these materials is the pressed glass-ceramics which are partially crystallized glasses obtained through controlled nucleation and growth of crystals in the glass matrix. It can also be defined as a ceramic whose matrix consists of a glassy phase and of, at least, one crystalline phase.¹

Among the indirect restoration materials, we can mention the lithium disilicate-based glass-ceramics with high crystallization degree as materials that have good mechanical properties and that allow the manufacture of facets, inlays, onlays, unitary crowns and three-element fixed prosthesis.¹⁷

The glass-ceramic surface can be modified in order to improve the adherence to the resin cement. Two adhesive bonding modes are described: (1) mechanical adhesion promoted by the acid etching or by aluminum oxide sandblasting; and (2) chemical bonding promoted by the silane agent.¹⁴

The hydrofluoric acid (HF) etching promotes changes on the glass-ceramic surface dissolving the glassy phase.⁸ This process generates a rough surface and increases the bonding area between the adhesive system and the glass-ceramic. Rough surfaces improve the mechanical retention by the adhesive penetration inside the irregularities created by the hydrofluoric acid.¹⁸ The treatment that uses aluminum oxide sandblast promotes abrasion on the glass-ceramic surface creating mechanical retentions that help in the bonding with the adhesive system.³

Glass-ceramics possess rough surfaces after their manufacture that may act as mechanical retentions. Polishing these surfaces eliminates the interference of the pre-existing mechanical retentions allowing, thus, an isolate analysis of the conditioning effect of the HF acid and the abrasive effect of the Al_2O_3 sandblasting. The objective of this study was to analyze the influence of surface treatments in a polished and non polished initial state of a lithium disilicate glass-ceramic on the bond strength to the dual-cured resin cement. The null hypothesis was that the bond strength will not present any difference among the different initial states and for the different surface treatments used.

4. MATERIALS AND METHODS

Sixty IPS Empress 2 (Ivoclar-Vivadent, Schaan, Liechtenstein) glass-ceramic specimens (20 mm x 5 mm x 2 mm³), color 300 whose basic composition is SiO₂ (57-80%), Al₂O₃ (0-5%), La₂O₃ (0.1-6%), MgO (0-5%), ZnO (0-8%), K₂O (0-13%), Li₂O (11-19%), P₂O₅ (0-11%) were made by the lost-wax process according to the manufacturer's instructions.

Half of the specimens (n = 30) remained without polishing on the surface while the specimens from other half (n = 30) were wet-ground under tap water using SiC abrasive paper (3M Sumaré, SP, Brazil) from 220 to 2000 grit and polished with 3 µm, 1 µm and ¼ µm diamond pastes (AROTEC, São Paulo, SP, Brazil) as described in ^{8, 10, 17, 14}, only on the surfaces to be tested.

The specimens were partially included in a tubular PVC mold and filled with colorless chemically activated acrylic resin (JET, Artigos Odontológicos Clássico, São Paulo, SP, Brazil). A plasticized adhesive (3M, Sumaré, SP, Brazil) with three 1.32 mm² circular holes were placed 5 mm apart from each other on the exposed surface. Thus, the adhesion area was limited to the hole opening, avoiding thus, possible interferences of the conditioning and adhesive excesses beyond the adhesion perimeter.¹⁰

The specimens from non-polished (NP) and polished (P) groups were divided in six subgroups with 10 specimens each as follows: Non-polished control (NPC) and polished control (PC) subgroups without additional surface treatment; Polished Acid (PA) and Non-Polished Acid (NPA) subgroups, etched with 10% HF acid (FGM, Joinville, SC, Brazil) for 20 seconds, and rinsed with a triple syringe water for 60 seconds and completely dried with air jet; and

Polished Sandblasted (PS) and Non-Polished Sandblasted (NPS) subgroups that were sandblasted with 50 μm Al_2O_3 at 4 bar pressure during 5 seconds at a distance of 10 mm, followed by water rinsing for 60 seconds and completely dried by air jet.

Following, the silane Monobond S (Ivoclar-Vivadent, Schaan, Liechtenstein) agent was applied on the ceramic surface during 60 seconds and all the specimens were completely dried with air. The hydrophobic Scotchbond Multi-Use “Bond” (3M Dental Products Division, St Paul, MN, USA) adhesive was applied with a microbrush applicator to all specimens and photopolymerized with an Optilux 500 Demetron light curing unit (Demetron, Sybron Dental Specialties Inc., Orange, CA, USA), with irradiance of 400 mW/cm^2 , for 20 seconds according to the manufacturer’s instructions. The power density of the LCU was checked with a built-in radiometer before each time used.

The resin cement cylinders (Variolink II, Ivoclar-Vivadent, Schaan, Liechtenstein) were made with colorless plastic tubes placed on the ceramic surface before the adhesive polymerization, in such a way that the inner faces of the tube were aligned with the holes delimitation of the plastic adhesive. This tube was kept in position until the resin cement was introduced in its inner part with a Centrix (Centrix, Shelton, CT, USA) syringe and photoactivated for 60 seconds according to the manufacturer’s instructions. After polymerization, these plastic tubes were removed with a scalpel blade number 15 (BD, São Paulo, SP, Brazil) obtaining thus, three resin cement cylinders for each specimen. The diameter of each resin cement cylinder was measured with a

digital caliber rule (CD6 CS, Mitutoyo, Kanagawa, Japan) and an average diameter of 1.3 mm was obtained.

The specimens with 180 resin cement cylinders were analyzed in an optical microscope (30 X) in order to evaluate the presence of faults or fractures between the resinous material and the ceramic surface.^{15, 19} Specimens presenting faults were removed and replaced. The PVC tubes were then stored in water at 37 °C for 24 hours and submitted to 500 cycles of thermocycling (Thermal Shock Tester TTS-1 LM) immersing the specimens in 5 and 55 °C solutions during 60 seconds in each solution, with a transfer time of 15 seconds. The shear bond strength for each specimen (30 for each subgroup) was measured using a universal testing machine (EMIC DL-500, São José dos Pinhais, PR, Brazil). The PVC tubes were positioned in the universal machine with a special device for the test. Each resin cement cylinder was knotted with a 0.30 mm orthodontic wire (Morelli, Sorocaba, SP, Brazil) in such a way that this wire adapted itself as close as possible to the resin cement and to the ceramic surface interface so that the shearing force could be applied until the fault occurred. The test was carried out with a 20 Kgf cross-head at a speed of 1 mm/min.¹⁹

The fractured surfaces were examined by scanning electron microscopy (JSM-6360-LV, Jeol, Tokyo, Japan). The area (in pixels²) of each fractured surface obtained with the same magnification (50 X) were analysed using the UTHSCSA *ImageTool* program (developed at the University of Texas Health Science Center at San Antonio, Texas and available from the Internet by anonymous FTP from maxrad6.uthscsa.edu) and identified as: A – adhesive between the glass-ceramic and the resin cement; B – cohesive in the resin cement; C – cohesive in the glass-ceramic.

Two-way ANOVA was performed to investigate the effect of initial surface condition (polished and non-polished), and to determine the effect of surface treatments carried out. HSD Tukey's test at a 5% level of significance was used to determine specific differences among the groups.

5. RESULTS

The bond strength averages, according to the surface initial state are grouped in table 1. All the groups present a normal distribution, except for the polished control subgroup. The ANOVA test ($p > 0.05$) did not present any difference in the average values of the bond strength according to the surface initial state (polished and non-polished). It presented an average values difference of the bond strength according to the surface treatment done ($p > 0.05$) and it accused interaction between the surface initial state in relation to the treatment done ($p > 0.05$) with a statistical power analysis of 1.00 and 0.913 respectively. The results of the HSD Tukey multiple comparison test ($p > 0.05$) are grouped in table 2. The percentage of the fracture types, analyzed by SEM are shown in table 3. Type C fault for the groups treated with acid and type A fault for the other groups predominated.

6. DISCUSSION

The high crystallization value of the glass-ceramics enables the improvement of the mechanical properties of these restoration materials.^{1, 7, 12} The IPS Empress 2 system is formed by a main crystalline phase, composed of lithium disilicate oblong crystals, by a secondary crystalline phase, composed of lithium orthophosphate and by the glassy matrix that surrounds the crystalline phases, according to the manufacturer. The hydrofluoric acid attacks preferentially the glassy matrix and the secondary crystalline phase creating irregularities and increasing the surface area, which favors the resin flow in the microretentive sites, optimizing thus, the interaction between the ceramic and the resinous cement.^{14, 18}

Figures 1 and 2 shows the initial state of the two surfaces. It is observed the absence of micro-mechanical retentions on the polished surface and the presence of irregularities on the non-polished surface, showing how the cementation surface is at the end of the laboratory procedures. Considering the statistical similarity of the bond strength in relation to the polished and non-polished state, the null hypothesis for the surface initial state was confirmed. This result proves that the surface polishing does not interfere statistically in the bond strength results, once a polished surface does not clinically occur for cementation.

In figures 3 and 4, we can clearly notice the exposed lithium disilicate crystals due to the dissolution of the glass matrix and the secondary crystalline phase by the HF acid. Little difference can be noticed between the two surfaces after the HF acid application, except for a more brittle appearance of the lithium

disilicate crystals and for the presence of cracks on the non-polished surface, which can be associated to the impact of the Al_2O_3 particles on the surface. Borges et al.³ have described that the HF acid causes the exposition of the disilicate crystals due to the dissolution of the silicate based components that cover the crystals.

The Al_2O_3 sandblasting produced larger irregularities on the polished surface in relation to its initial state, as can be seen when you compare figures 1 and 5. However, on the non-polished surface, the sandblasting has apparently promoted the flatness of the irregularities present on the non-polished surface control, as can be seen in figures 2 and 6. Borges et al.³ have described that the sandblasting with 50 μm Al_2O_3 has modified the surface, but the shallow and superficial irregularities were similar to a non sandblasted control surface.

Filho et al.⁸, Pisani-Proença et al.¹⁴, Della Bona et al.⁶, Nagai et al.¹⁰, Sálvio et al.¹⁷, and Panah et al.¹³ evaluated the bond strength between the lithium disilicate-based glass-ceramic and the composite resins or resin cement and concluded that the surface treatment with HF acid and silane agent provides higher bonding resistance values. The results of the present study are in agreement with the studies cited above.

The polished acid and non-polished acid groups presented the highest bond strength and did not differ statistically, discarding the null hypothesis of the study in relation to the surface treatment. The HF reacts with materials containing silica causing, at first, the formation of a composite named silicon tetrafluoride which continues to react with the HF acid forming then, a ionic complex named hexafluorsilicate which still reacts with hydrogen proton forming the tetrafluorsilicate acid. These products are removed through washing. This

causes a microretentive surface where the hydrophobic resin may penetrate and polymerize mechanically bonding to the ceramic.⁹

The polished sandblasted, non-polished control and non-polished sandblasted groups are statistically different among themselves. Borges et al.³ have reported that the additional sandblasting with 50 μm Al_2O_3 , after the sandblasting laboratory procedures with 100 μm Al_2O_3 , can increase the number of cavities per surface area of Empress 2. However, the result of the present study shows that the additional sandblasting, of non-polished surfaces, did not provide enough mechanical retentions in order to significantly increase the bond strength when compared to the non-polished and polished sandblasted surfaces. Soares et al.²⁰ and Blatz et al.² reported that the blasting for itself is not enough to promote bonding resistance and that its excessive use may cause splintering or a higher loss of ceramic material, which is not recommended.

Chemical bonding provided by silane can be verified in the bond strength averages of the polished control group that were similar to the non-polished sandblasted and non-polished control groups. This proves the efficiency of the bonding between the silica of the glassy phases of ceramics and the methacrylate resins groups, through the siloxanes bonding.^{11, 14, 19}. Nevertheless, the only group that did not present a normal distribution of the data was polished control group. This makes us believe that only the use of silane may not be enough to reach trustable bonding resistance values between the ceramic and the resin cement⁹.

The polished sandblasted and polished control groups presented statistical differences suggesting thus, that the abrasion caused by the

sandblasting caused a different morphology on the polished surface, increasing the irregularities and favoring the bonding resistance. This fact proves the important function of the mechanical retentions for the bond strength, however, the microretentions created by the HF etching highly overcome the ones created by sandblasting.

The cohesive fracture predominance in the glass-ceramic, in the treatments with HF acid, may show a smaller resistance of the material to the fracture propagation for this surface treatment.⁴ The non-homogenous distribution of the stresses generated by the shearing test in the bonding interface may also be connected to this fracture configuration.⁵ The shearing test was used due to the needless use of cuts in the glass-ceramic. The shearing test was selected considering yet the manufacture of multiple samples per specimen, the facility of the specimens preparation and that its restorations are exposed to shearing efforts most part of the time *in vivo*.¹⁹ Reduced areas in the bonding interface decrease the faults incorporation, which can interfere in the bond strength results due to the strength concentration.¹⁶ However, the micro-shearing was not used due to the difficulty in limiting the area to be conditioned and bonded to the resinous cement in smaller proportions than 1 mm².

7. CONCLUSIONS

Within the limitations of the present study, we can conclude that:

- The ceramic surface treatment with 10% hydrofluoric acid for 20 seconds was the most efficient, considering the bonding resistance with the dual-cured resin cement, disregarding the initial surface state (polished and non-polished);
- Aluminum oxide sandblasting presented a significant difference in the bonding resistance only when compared to the polished initial state;
- The surface without micro-mechanic retention (polished control group) presented non-homogenous results in the bonding resistance when treated only with silane agent;
- It is recommend to condition lithium disilicate glass-ceramics with 10% hydrofluoric acid for 20 seconds and apply silane agent for 60 seconds in order to optimize the bonding resistance with the resin cements.

8. TABLES

Table 1: Bond strength Average (MPa), according to the surface initial state.

Surface treatment	n	Average (MPa)	Standard deviation
Polished	85*	33.99 ^a	11.16
Non-polished	90	31.74 ^a	9.05

* Five pre-test failures happened during thermocycling of the polished group.

Similar letters mean statistical similarity among the groups.

Table 2: Classification of the bond strength values (MPa).

Surface treatment	n	Average (MPa)	Standard Deviation
Polished Acid	30	44.47 ^a	5.91
Non-polished Acid	30	39.70 ^a	5.46
Polished Sandblasted	30	31.05 ^b	8.81
Non-Polished Control	30	29.11 ^{b,c}	8.11
Non-Polished Sandblasted	30	26.41 ^{b,c}	7.31
Polished Control	25*	24.96 ^c	8.17

* Five pre-test failures happened during thermocycling of the polished group.

Similar letters mean statistical similarity among the groups.

Table 3: Rate of the fracture analysed by SEM.

Surface treatment	Fault Type A (%)	Fault Type B (%)	Fault Type C (%)
Polished Acid	15.70	6.80	77.50
Non-polished Acid	13.40	7.57	79.03
Polished Sandblasted	58.03	4.00	37.97
Non-Polished Sandblasted	59.23	4.67	36.10
Polished Control	91.03	8.97	0.00
Non-Polished Control	57.93	11.50	30.57

Type A – Adhesive fault between the ceramic and the resin cement.

Type B – Cohesive fault in the resin cement.

Type C – Cohesive fault in the glass-ceramic.

9- FIGURES

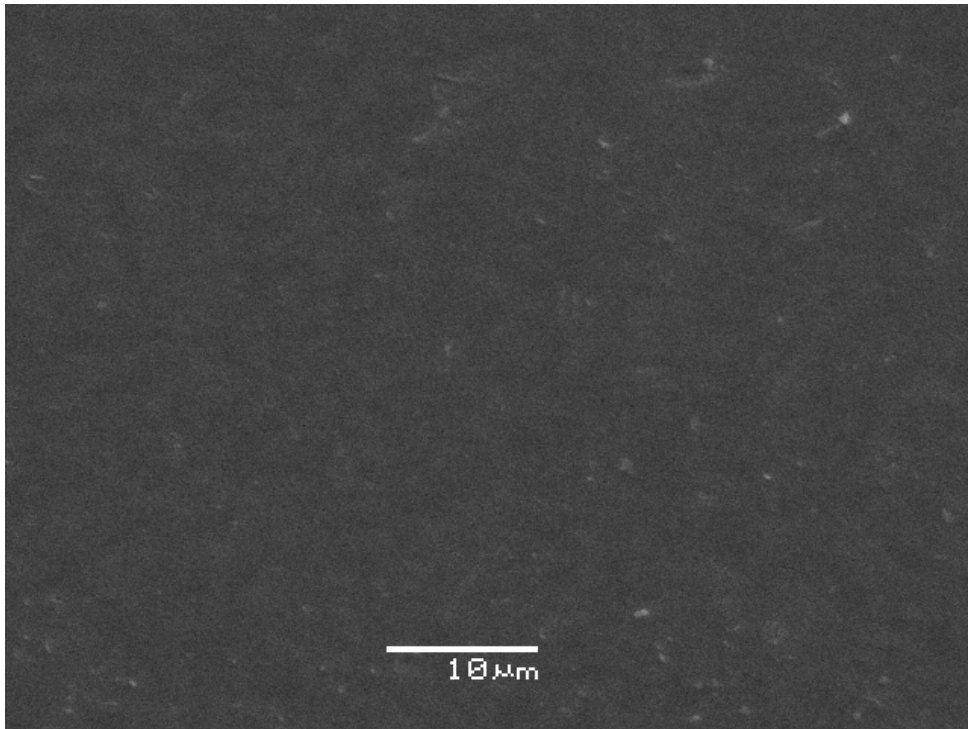


Figure 1 – SEM image of polished control surface. Magnification of 2000X. Notice the microretentions absence.

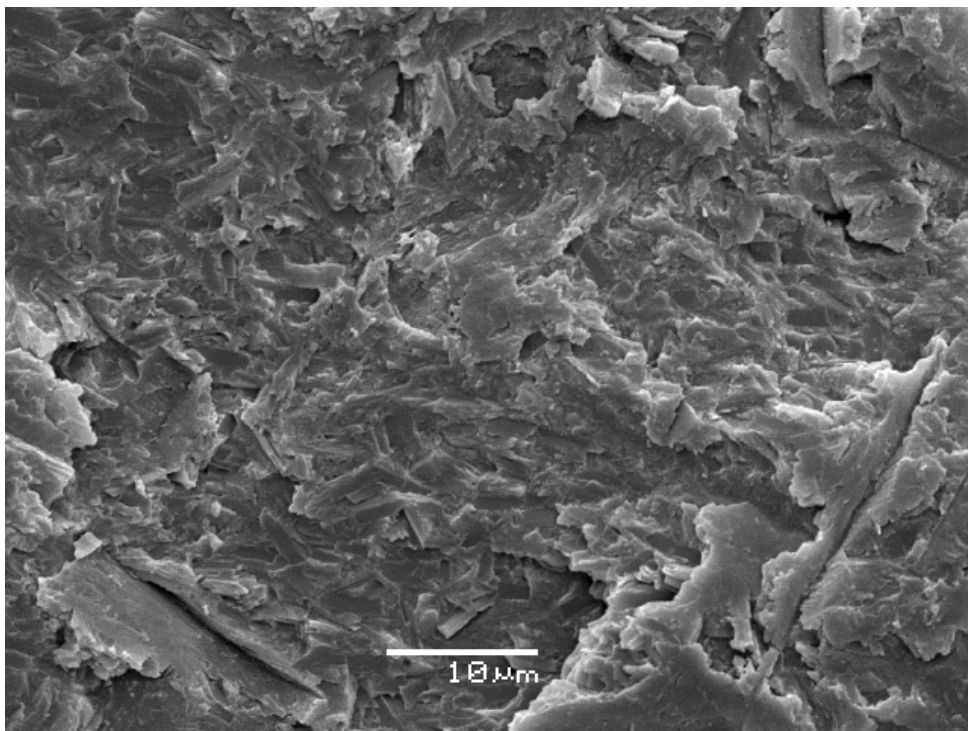


Figure 2 – SEM image of the non-polished control surface. Magnification of 2000X. Surface irregularities that act as micro-retentions in a limited way.

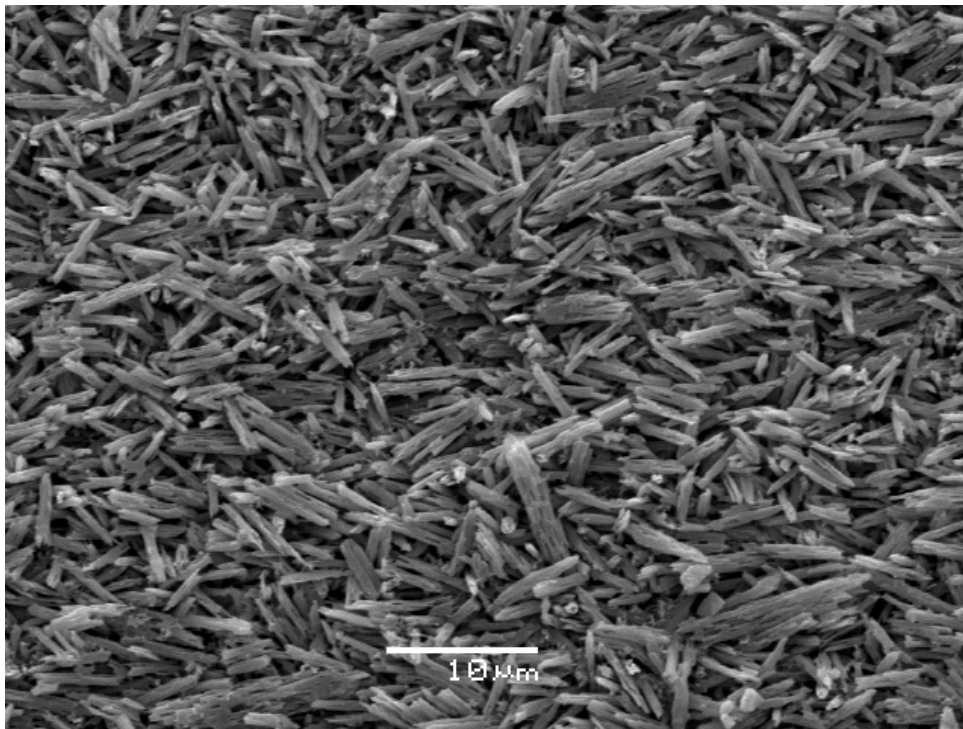


Figure 3 – SEM image of the polished surface conditioned with hydrofluoric acid. Magnification of 2000X. Notice the projected disilicate crystals with a regular aspect. The space between the crystals was filled by the glassy matrix and removed by the hydrofluoric acid.

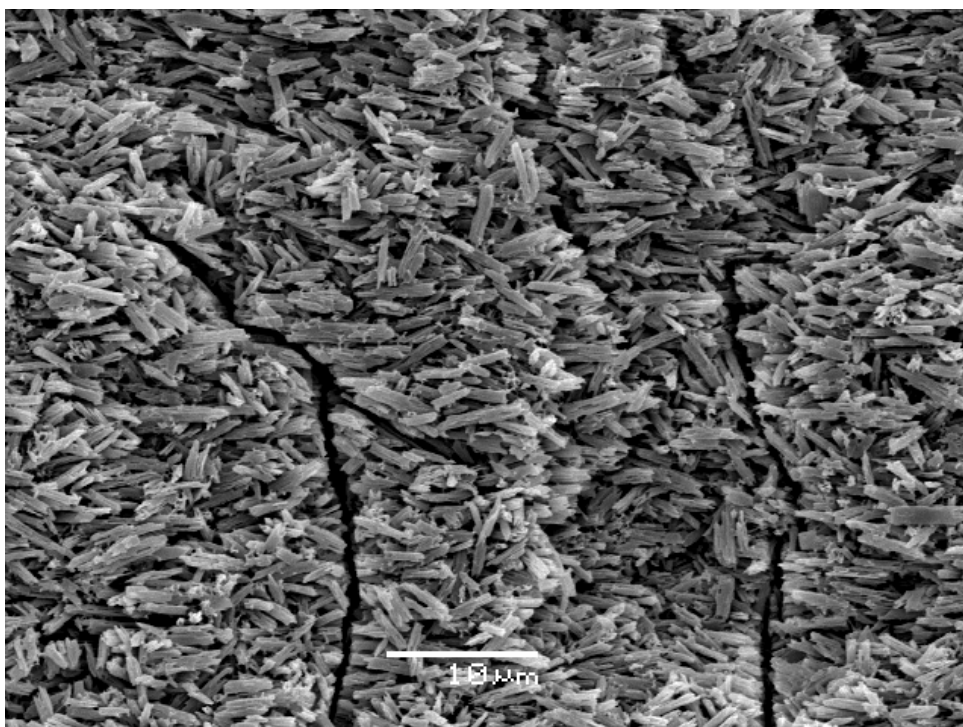


Figure 4 – SEM image of the non-polished surface conditioned with hydrofluoric acid. Magnification of 2000X. Crystals are also projected and with spaces between them due to the glassy matrix. Notice the presence of fractures and irregularities in the lithium disilicate disposition.

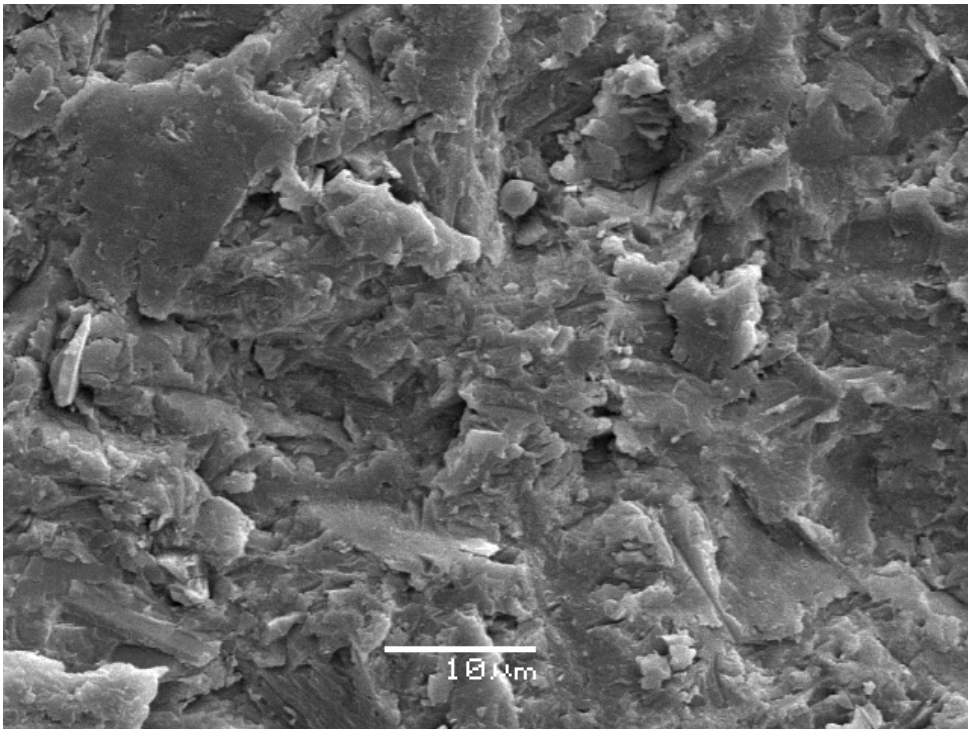


Figure 5 – SEM image of the polished sandblasted surface. Magnification of 2000X. The sandblasting changed the surface morphology creating irregularities that work as mechanical microretention.

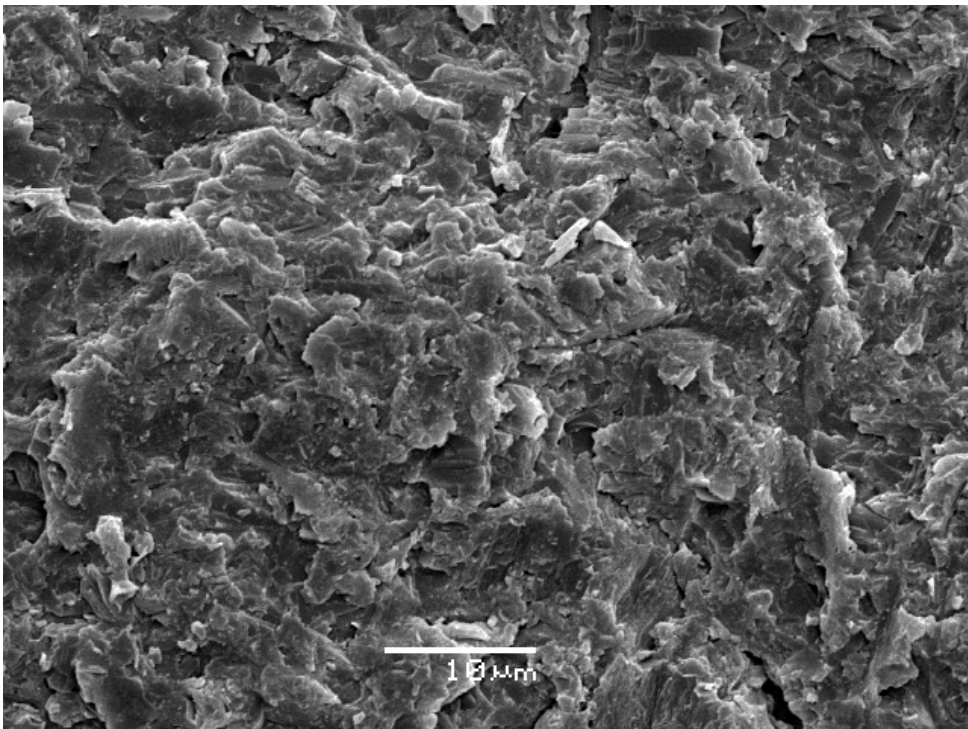


Figure 6 – SEM image of the non-polished sandblasted surface. Magnification of 2000X. The additional sandblasting promoted a certain wear on the surface, flattening some spots that presented a higher volume compared to the non polished control group.

10. REFERENCES

1. Anusavice, KJ. Cerâmicas Odontológicas. In: Anusavice, KJ (ed). Phillips Materiais Dentários. São Paulo: Elsevier, 2005: 619-677.
2. Blatz MB, Sadan A, Kern M. Resin-ceramic bonding: a review of the literature. J Prosthet Dent 2003; 89: 268-274.
3. Borges GA, Sophr AM, Goes MF, Correr-Sobrinho L, Chan DCN. Effect of etching and airborne particle abrasion on the microstructure of different dental ceramics. J Prosthet Dent 2003; 89: 479-88.
4. Clelland NL, Ramirez A, Katsube N, Seghi RR. Influence of bond quality on failure load of leucite- and Lithia disilicate-based ceramics. J Prosthet Dent 2007; 97: 18-24.
5. Della Bona A, Anusavice KJ, Mecholsky Jr JJ. Failure analysis of resin composite bonded to ceramic. Dent Mater 2003; 19: 693-699.
6. Della Bona A, Anusavice KJ, Shen C. Microtensile strength of composite bonded to hot-pressed ceramics. J Adhes Dent 2000; 2: 305-313.
7. Della Bona A, Anusavice KJ. Microstructure, composition, and etching topography of dental ceramics. Int J Prosthodont 2002;15(2):159-167.
8. Filho AM, Vieira LCC, Araújo E, Monteiro Junior S. Effect of Different Ceramic Surface Treatments on Resin Microtensile Bond Strength. J Prosthodont 2004; 13: 28-35.
9. Matinlinna JP, Vallittu PK. Bonding of resin composites to etchable ceramic surfaces – an insight review of the chemical aspects on surface conditioning. J Oral Rehabil 2007; 34: 622-630.
10. Nagai T, Kawamoto Y, Kakehashi Y, Matsumura H. Adhesive bonding of a lithium disilicate ceramic material with resin-based luting agents. J Oral Rehabil 2005; 32: 598-605.
11. Nagayassu MP, Shintome LK, Uemura ES, Araújo JEJ. Effect of Surface Treatment on the Shear Bond Strength of a Resin-Based Cement to Porcelain. Braz Dent J 2006; 17(4): 290-295.
12. Özcan M, Alkumru HN, Gemalmaz D. The effect of surface treatment on the shear bond strength of luting cement to a glass-infiltrated alumina ceramic. Int J Prosthodont 2001;14(4):335-339.

13. Panah FG, Rezai SMM, Ahmadian L. The Influence of Ceramic Surface Treatments on the Micro-shear Bond Strength of Composite Resin to IPS Empress 2. *J Prosthodont* 2008; 17: 409-414.
14. Pisani-Proença J, Erhardt MCG, Valandro LF, Gutierrez-Aceves G, Bolanos-Carmona MV, Castillo-Salmeron RD, Bottino MA. Influence of ceramic surface conditioning and resin cements on microtensile bond strength to a glass-ceramic. *J Prosthet Dent* 2006; 96: 412-417.
15. Piwowarczyk A, Lauer HC, Sorensen JA. In vitro shear bond strength of cementing agents to fixed prosthodontic restorative materials. *J Prosthet Dent* 2004; 92: 265-273.
16. Placido E, Meira JBC, Lima RG, Muench A, Souza RM, Ballester RY. Shear versus micro-shear bond strength test: A finite element stress analysis. *Dent Mater* 2007; 23: 1086-1092.
17. Sálvio LA, Correr-Sobrinho L, Consani S, Sinhoreti MAC, Góes MF, Knowles J C. Effect of Water Storage and Surface Treatments on the Tensile Bond Strength of IPS Empress 2 Ceramic. *J Prosthodont* 2007; 16: 192-199.
18. Saraçoglu A, Cura C, Cotert HS. Effect of various surface treatment methods on the bond strength of the heat-pressed ceramic specimens. *J Oral Rehabil* 2004 31; 790–797.
19. Shimada Y, Yamaguchi S, Tagami J. Micro-shear bond strength of dual-cured resin cement to glass-ceramics. *Dent Mater* 2002; 18: 380-388.
20. Soares C, Soares PV, Pereira JC, Fonseca RB. Surface Treatment Protocols in the Cementation Process of Ceramic and Laboratory-Processed Composite Restorations: A Literature Review. *J Esthet Restor Dent* 2005; 17: 224-235.