

MAYRA DE MELLO FABIÃO

**AVALIAÇÃO DA RESISTÊNCIA DE UNIÃO AO
MICROCISALHAMENTO E GRAU DE CONVERSÃO
DE CIMENTOS RESINOSOS COM A UTILIZAÇÃO DE
DIFERENTES PROTOCOLOS ADESIVOS**

PIRACICABA

2012

UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS
FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE PIRACICABA

MAYRA DE MELLO FABIÃO

**AVALIAÇÃO DA RESISTÊNCIA DE UNIÃO AO
MICROCISALHAMENTO E GRAU DE CONVERSÃO DE
CIMENTOS RESINOSOS COM A UTILIZAÇÃO DE
DIFERENTES PROTOCOLOS ADESIVOS.**

Dissertação Mestrado apresentada a
Faculdade de Odontologia de Piracicaba da
UNICAMP para obtenção do título de Mestre
em Clínica Odontológica, na Área de
Dentística

Orientador: Prof. Dr. Luis Roberto Marcondes Martins

Este exemplar corresponde à versão final da Tese/Dissertação defendida pela aluna, e orientada pelo Prof. Dr. Luis Roberto Marcondes Martins

Assinatura do orientador

PIRACICABA, FEVEREIRO DE 2012

FICHA CATALOGRÁFICA ELABORADA POR
MARILENE GIRELLO – CRB8/6159 - BIBLIOTECA DA
FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE PIRACICABA DA UNICAMP

F112a Fabião, Mayra de Mello, 1987-
Avaliação da resistência de união ao microcissalhamento e grau de conversão de cimentos resinosos com a utilização de diferentes protocolos adesivos / Mayra de Mello Fabião. -- Piracicaba, SP : [s.n.], 2012.

Orientador: Luis Roberto Marcondes Martins.
Dissertação (mestrado) - Universidade Estadual de Campinas, Faculdade de Odontologia de Piracicaba.

1. Dentística. I. Martins, Luis Roberto Marcondes, 1960- II. Universidade Estadual de Campinas. Faculdade de Odontologia de Piracicaba. III. Título.

Informações para a Biblioteca Digital

Título em Inglês: Effect of the adhesive protocol on micro shear bond strength and degree of conversion among different resin cement and ceramic systems

Palavras-chave em Inglês:

Dentistry

Área de concentração: Dentística

Titulação: Mestre em Clínica Odontológica

Banca examinadora:

Luis Roberto Marcondes Martins [Orientador]

William Cunha Brandt

Bruno de Castro Ferreira Barreto

Data da defesa: 15-02-2012

Programa de Pós-Graduação: Clínica Odontológica



UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS
Faculdade de Odontologia de Piracicaba



A Comissão Julgadora dos trabalhos de Defesa de Dissertação de Mestrado, em sessão pública realizada em 15 de Fevereiro de 2012, considerou a candidata MAYRA DE MELLO FABIÃO aprovada.

A stylized, cursive signature in blue ink, consisting of several loops and flourishes.

Prof. Dr. LUIS ROBERTO MARCONDES MARTINS

A stylized, cursive signature in blue ink, with a prominent initial 'W' and 'C'.

Prof. Dr. WILLIAM CUNHA BRANDT

A stylized, cursive signature in blue ink, with a prominent initial 'B' and 'C'.

Prof. Dr. BRUNO DE CASTRO FERRERA BARRETO

DEDICATÓRIA

Aos meus pais, Francisco e Jacqueline, agradeço todo o amor, confiança, paciência e companheirismo. Agradeço também a dedicação de seus esforços na minha formação, possibilitando a conclusão da minha pós-graduação. Sem seu apoio, nada seria possível. Amo muito vocês!

Às minhas irmãs Larissa e Amanda por todos os momentos que passamos juntas. Obrigada pela torcida e cumplicidade de sempre... vocês são as minhas melhores amigas!

Ao Gustavo, meu amor, sem o seu apoio e sua compreensão não teria sido a mesma coisa! Agradeço cada momento que passamos juntos nesses últimos 6 anos! Sou muito feliz por estar ao seu lado!

AGRADECIMENTOS ESPECIAIS

A DEUS, por conceder-me o dom da vida, e com ela mais uma oportunidade de evolução. Obrigada por estar sempre ao meu lado, me dando forças para superar os obstáculos apresentados durante minha caminhada.

Ao meu orientador, Beto, por me dar a oportunidade de ser sua aluna e de compartilhar comigo seu conhecimento e experiência. Agradeço pela convivência e por poder contar com o senhor para meu crescimento profissional. Obrigada pela confiança em mim depositada!

Ao Adriano Lima, por toda a dedicação em me ajudar neste trabalho. Agradeço os conhecimentos repassados, paciência, momentos agradáveis e amizade. Torço muito por você!

AGRADECIMENTOS

À Faculdade de Odontologia de Piracicaba da Universidade de Campinas, na pessoa de seu diretor, Prof. Dr. Jacks Jorge Júnior e ao diretor associado Prof. Dr. Alexandre Augusto Zaia.

À Coordenadora Geral da Pós-Graduação da FOP/UNICAMP, Prof. Dra. Renata Cunha Matheus Rodrigues Garcia e ao Coordenador associado Prof. Dr. Ricardo Della Colleta.

Ao Coordenador do curso de Pós-Graduação em Clínica Odontológica da FOP/UNICAMP, Prof. Dr. Márcio de Moraes.

À secretária da Coordenadoria de Pós-Graduação da FOP/UNICAMP, Érica Alessandra Pinho Sinhoreti, por toda atenção dispensada.

Aos professores que participaram da minha banca de qualificação, Profa. Dra. Regina Maria Puppim Rontani, Prof. Dr. Luis Alexandre Maffei Sartini Paulillo e Prof. Dr. Enilson Antônio Sallum, pelas valiosas contribuições para este trabalho;

Aos professores que aceitaram participar da minha banca de defesa, Prof. Dr. Bruno de Castro Ferreira Barreto, e William Cunha Brandt. Obrigada por terem aceitado meu convite e deixado seus afazeres nas Universidades em que lecionam para contribuir com o meu trabalho. Significa muito pra mim!

Ao professor Luis Alexandre Maffei Sartini Paulillo por toda disponibilidade e dedicação em me ajudar durante os anos de graduação e mestrado;

Aos professores da Área de Dentística, Prof. Dr. Luis Roberto Marcondes Martins, Prof. Dr. Luis Alexandre Maffei Sartini Paulillo, Prof. Dr. Marcelo Giannini, Prof. Dra. Giselle Maria Marchi Baron, Prof. Dr. Flávio Henrique Baggio Aguiar, Prof. Dr. José Roberto Lovadino e Profa. Dra. Débora Alves Nunes Leite Lima, pela convivência e por todo conhecimento transmitido na pós-graduação.

Aos funcionários da Área de Dentística, Sr. Pedro Justino e Mônica Barnabé, pela disposição em me ajudar sempre que possível e pelos momentos de descontração, sempre muito agradáveis. Obrigada por tudo!

Ao engenheiro Marcos Blanco Cangiani e da Área Materiais Dentários da Faculdade de Odontologia de Piracicaba pela confecção das matrizes utilizadas no trabalho. Obrigada pela prestatividade e atenção;

À Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES) pela concessão da Bolsa nos primeiros meses de Mestrado;

À Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo (FAPESP) pela concessão de Bolsa e Auxílio a Pesquisa que permitiram realização deste trabalho;

Aos colegas da turma de mestrado: Bia, Boniek, Carlos Eduardo, Diogo, Eduardo, Giovana, Larissa, Livia, Lucinha, Milena, Natália, Paulo, Priscila, Robson

pelos momentos compartilhados;

Aos amigos de orientação durante o mestrado Bruno, Carlos Oliveira, Gisele, Milena e Priscila. Muito obrigada por tudo que me ensinaram nas intermináveis clínicas de graduação, aprendi muito com vocês!

Aos meus amigos Adriano Lima, Ana Paula Fugolin, Bia D'Arce, Bruno Barreto, Larissa Sgarbosa, Livia Gaglianone, Marina Leme, Milena Santos-Caldeira, Priscila Bertaglia e Tiago Stape por toda a amizade e contribuição na realização deste trabalho. Obrigada pelo carinho e contem comigo!

Ao Prof. Dr. André Luis Faria-e-Silva, muito obrigada pela sua orientação no período em que fiz iniciação científica. Seu trabalho é um exemplo pra mim e fico muito feliz com seu sucesso!

Aos amigos da especialização em Periodontia: Camila, Carol, Dani, Evelyn, Igor, Isa, Julia, Juliana, Maria Alice, Mayra e Tiago, se não fosse vocês os módulos não seriam a mesma coisa! Obrigada pela torcida!

Aos novos amigos e amigas voluntários da ONG Vira Lata Vira Vida: Alice, Bruna, Camila, Cecília, Elisângela, Érika, Giuliana, Henrique, Leila, Luciana, Mauro, Meire, Miriam, Mirna, Patrícia, Silvia, Vanessa e Vânia por me aceitarem nesse grupo maravilhoso e me mostrarem o valor das palavras trabalho incansável e amor incondicional pelos animais. Com certeza me tornei uma pessoa melhor ao conhecê-los e espero retribuir a confiança depositada;

À minha avó e madrinha Silvia Mello pelo apoio e torcida desde sempre. Meus dias em Rio Claro não seriam os mesmos sem nossos almoços regados a muita conversa boa e bolo de chocolate!

À minha avó Irmã Fabião, que apesar da distância geográfica sei que sempre lembra de mim em suas orações! Obrigada!

Ao meu avô Joaldy Mello (in memorian) pelo exemplo como pessoa e como profissional. Tenho muito orgulho em escutar seus antigos pacientes sempre lembrando de você com grande carinho! Gostaria de tê-lo ao meu lado em mais essa vitória, passeando pela Faculdade e trocando experiências! Lamento muito não ter essa oportunidade nessa vida, mas sei que está sempre perto de nós;

À minha sogra, Fátima, pelo carinho, apoio e torcida durante todos esses anos em que faço parte da sua família!

Ao meu cunhado Danilo Prezotto, pelos desenhos do projeto. Até que a comunicação da dentista com o engenheiro deu certo! Obrigada também pelos bons momentos com muita pizza e rodízio japonês!

Ao meu cunhado André Prezotto, por ter participado das fotos para o meu primeiro seminário!

Aos meus cunhados Cauê Soares e Rodrigo Faber pelo carinho e por trazer mais alegria para a nossa família!

À Elaine, que após 20 anos trabalhando em casa, já faz parte da família!
Agradeço muito sua dedicação durante todos esses anos!

Ao meu filho e filhas caninas Meg, Vilma, Filho, Vic e Bia pela felicidade e
companheirismo! Meus dias não seriam os mesmos sem vocês, minhas lindezas!

Aos meus amigos de Piracicaba e a todas as pessoas que participaram desta
conquista, contribuindo para a realização deste trabalho, direta ou indiretamente, meu
agradecimento.

"A grandeza de uma nação pode ser julgada
pelo modo que seus animais são tratados."

Mahatma Gandhi

Resumo

O objetivo deste estudo foi avaliar a resistência de união ao microcisalhamento de três cimentos resinosos (RelyX ARC, RelyX U100 e Panavia F), com diferentes protocolos adesivos estabelecidos para cada cimento e unidos a dois tipos de cerâmica (feldspática – d.SIGN e dissilicato de lítio – e.max) através da fotopolimerização transcerâmica. Em adição foi avaliado o grau de conversão dos grupos em estudo. Para resistência de união, após a aplicação dos adesivos, foram confeccionados cilindros de cimento para a realização do teste de microcisalhamento (n=8) em máquina de ensaio universal. A fotopolimerização foi realizada com aparelho de luz halógena por 60 segundos através da cerâmica com o auxílio de um dispositivo confeccionado para o presente estudo. Após os ensaios, as amostras fraturadas foram analisadas em microscópio eletrônico de varredura para a classificação do padrão de fratura. Para análise do grau de conversão, os cimentos foram manipulados e inseridos em molde. Os diferentes protocolos adesivos foram aplicados em uma tira de poliéster, posicionados sobre o cimento e fotopolimerizados através de um disco de cerâmica de acordo com o grupo (n=5). A leitura do grau de conversão foi realizada através de espectrofotometria. Os dados obtidos para ambos os experimentos foram analisados estatisticamente através de ANOVA 2-critérios e teste de Tukey ($p \leq 0,05$). A resistência de união e o grau de conversão foram influenciados pelo tipo de cerâmica utilizada. As amostras fotopolimerizadas através da cerâmica feldspática apresentaram resultados superiores do que as polimerizadas através da cerâmica reforçada. RelyX ARC obteve os maiores valores de resistência de união que os demais cimentos testados. Os valores de resistência de união e grau de conversão dos cimentos testados foram influenciados pelos protocolos adesivos na ausência de intensidade de luz adequada.

Palavras-chave: Cimentos resinosos, cerâmicas, protocolos adesivos, resistência de união, grau de conversão

Abstract

The aim of this study was to evaluate the micro shear bond strength of three resin cements (RelyX ARC, RelyX U100 and Panavia F), with different adhesive protocols and two ceramic types (feldspathic – d.SIGN and lithium disilicate reinforced – e.max) photocured through ceramic. In addition it was measured the degree of conversion of each group. For bond strength test, the adhesives were applied in the ceramic surface, and the resin cement cylinders were confectioned for the micro-shear bond strength test (8 specimens with 4 cylinders for each group). A device was developed to permit light cure through ceramic. Fractures specimens were SEM analyzed to classify the failure mode. For DC analysis, the resin cements were manipulated and applied into a mold. The adhesive protocols were performed on a Mylar strip and positioned upon the manipulated cement. A ceramic disc respective to each group was placed above the Mylar strip and the light curing was performed (n=5). Data were statistically analyzed ($p \leq 0.05$) using a two-way ANOVA and Tukey's test. Feldspathic ceramic presented better results than lithium disilicate reinforced ceramic for both methodologies. RelyX ARC presented higher bond strength values than the other cements. Different adhesive protocols significantly affect bond strength and DC values in absence of adequate light intensity.

Key-words: Resin cements, ceramic, adhesive protocols, bond strength, degree of conversion

SUMÁRIO

INTRODUÇÃO	1
CAPÍTULO ÚNICO: “Effect of the adhesive protocol on bond strength and degree of conversion of resin cements with different ceramic systems”	4
METODOLOGIA ILUSTRADA	24
REFERÊNCIAS	37

INTRODUÇÃO

A utilização de restaurações indiretas em cerâmica livre de metal (*metal free*) tem crescido consideravelmente nos últimos anos, devido ao aumento da procura e realização de procedimentos odontológicos estéticos.

Embora as cerâmicas possuam excelentes propriedades mecânicas, como alta resistência à compressão, apresentam-se como materiais friáveis, com alto módulo de elasticidade, que podem apresentar fraturas internas, devido a fendas microscópicas que promovem áreas de concentração de esforços. Com o carregamento mastigatório atuando continuamente sobre as fendas microscópicas, fraturas podem ocorrer no material com o tempo (Correr-Sobrinho, L, 1998). A adesão efetiva da cerâmica à estrutura dentária permite a distribuição mastigatória para dentro do complexo dente - agente cimentante - cerâmica, evitando a propagação de possíveis fendas, de maneira semelhante a uma fenda de esmalte que se propaga até a junção amelo-dentinária, sem crescimento posterior (Roulet *et al.*, 1995). A partir disso, ressalta-se a importância da correta escolha do agente cimentante utilizado na fixação de peças cerâmicas, para que as ótimas propriedades desse material sejam aproveitadas em sua plenitude.

O cimento de fosfato de zinco, ao longo dos anos, apresentou alto índice de sucesso (Creugers NH *et. al*, 2004). Porém, a ausência de união tanto ao substrato como ao material restaurador, além de sua alta solubilidade, contra-indicam sua utilização em restaurações adesivas de cerâmica fazendo-se necessária a utilização, nesses casos, de cimentos que possibilitem união ao material restaurador e ao preparo (Raigrodski AJ, 2005). Os cimentos ionoméricos, apesar de suas características adesivas ao substrato dental e liberação de flúor, tem em sua opacidade uma desvantagem, pois esta propriedade, em alguns casos, pode comprometer a estética da restauração final (Gladys *et al.*, 1999), além destes agentes cimentantes apresentarem maior solubilidade e menor módulo de elasticidade, quando comparados aos cimentos resinosos (Rosenstiel SF *et al.*, 1998). O aprimoramento dos

sistemas de cimentação resinosos, com conseqüente melhoria em suas propriedades mecânicas e adesivas, faz com que a cimentação de restaurações indiretas em cerâmica *metal free* seja um procedimento cada vez mais seguro, confiável, e com maior perspectiva de longevidade clínica (Raigrodski AJ, 2005).

Os cimentos resinosos apresentam em sua fórmula, componentes semelhantes à resina composta, como a presença de monômeros como Bis-GMA, UDMA, HEMA e TEGDMA. O Bis-GMA é uma molécula longa com duplas ligações alifáticas de carbono nas extremidades e anéis aromáticos no centro da cadeia, o que confere rigidez e alta viscosidade (Peutzfeldt, 1997; Van Landuyt *et al.*, 2007). Em função desta elevada viscosidade, monômeros diluentes com menor peso molecular são adicionados aos compósitos resinosos, a fim de facilitar suas características manipulativas, sendo que a quantidade de diluente incorporada ao material irá ditar a sua fluidez (Davy *et al.*, 1998).

A modificação da superfície das cerâmicas de vidro pelo condicionamento ácido resulta no aumento da superfície de contato, melhorando a interação entre a cerâmica e o cimento resinoso (Zogheib LV *et al.*, 2011). Para o melhor aproveitamento do aumento da energia de superfície, é necessário um molhamento adequado da superfície cerâmica permitindo completa infiltração nas irregularidades criadas. Apesar de os fabricantes recomendarem o uso dos cimentos resinosos diretamente sobre a superfície silanizada das cerâmicas, para conferir efetiva união entre a cerâmica e o substrato dentário a grande maioria dos cimentos resinosos necessita da realização de um procedimento adesivo prévio (Piwowarczyk A, Lauer HC, Sorensen JA, 2004). Quando o adesivo entra em contato com a superfície de cerâmica, se espalha e penetra profundamente nas microrretenções criadas pelo condicionamento ácido prévio, devido a sua baixa viscosidade (Oh WS *et al.*, 2002). Após sua polimerização, se estabelece uma ligação química com o cimento resinoso e um forte embricamento mecânico com a cerâmica (Waters MGJ *et al.*, 1995). Dessa maneira, um bom molhamento da superfície condicionada da cerâmica pela camada adesiva menos

viscosa, é importante para obtenção de uma resistência de união adequada (Phoenix RD, Shen C, 1995)

Os sistemas adesivos podem ser classificados de acordo com a sua forma de aplicação. Os convencionais exigem condicionamento prévio do substrato, sendo estes de dois ou três passos, e os autocondicionantes, de dois passos ou aplicação única, que foram desenvolvidos buscando eliminar a sensibilidade técnica em relação às etapas críticas associadas aos adesivos convencionais, como condicionamento ácido e controle de umidade da superfície a ser restaurada (Van Meerbeek *et al.*, 2003). Buscando simplificar ainda mais a etapa da cimentação, foram desenvolvidos os cimentos auto-adesivos, a fim de eliminar etapas de condicionamento do substrato e aplicação do sistema adesivo (Burke FJ, 2005).

Em relação ao modo de polimerização, os cimentos resinosos podem ser classificados em: ativados quimicamente, fisicamente ativados ou de ativação dupla (cimentos duais), que combina as duas formas anteriores de ativação (Van Landuyt KL, *et. al*, 2007). Uma polimerização inadequada está relacionada à propriedades mecânicas deficientes. Estudos relatam a atenuação da luz ao passar pela cerâmica, o que diminui a quantidade de energia que alcança o agente cimentante, sendo esta atenuação dependente da estrutura cristalina da cerâmica, espessura, cor e formato da peça (Borges GA *et. al*, 2008; Rasetto FH, Driscoll CF & von Fraunhofer JA, 2001; Soares CJ, da Silva NR, Fonseca RB, 2006)

Diante da grande variedade de materiais disponíveis, dúvidas surgem a respeito da escolha do cimento resinoso, e do correto protocolo adesivo a ser utilizado. Sendo assim, faz-se necessária a avaliação da resistência de união de peças cerâmicas a diferentes agentes de fixação, a partir da realização de variados protocolos adesivos, assim como a avaliação do grau de conversão dos diferentes cimentos resinosos, através de fotoativação transcerâmica, para que as propriedades mecânicas dos cimentos, assim como suas propriedades adesivas sejam aproveitadas ao máximo, e as restaurações indiretas em cerâmica tenham maior longevidade e sucesso clínico.

CAPÍTULO ÚNICO

Effect of the adhesive protocol on micro shear bond strength and degree of conversion among different resin cements and ceramic systems.

Mayra de Mello Fabião*

Adriano Fonseca de Lima*

Gisele Maria Marchi Baron*

Luis Roberto Marcondes Martins*

* Department of Restorative Dentistry, Operative Dentistry Section, Piracicaba School of Dentistry,
University of Campinas, SP, Brazil

Abstract

The aim of this study was to evaluate the micro shear bond strength of three resin cements (RelyX ARC, RelyX U100 and Panavia F), with different adhesive protocols and two ceramic types (feldspathic – d.SIGN and lithium disilicate reinforced – e.max) photocured through ceramic. In addition it was measured the Degree of Conversion of each group. For bond strength test, after the adhesive application on ceramic surface, resin cement cylinders were confectioned (8 specimens with 4 cylinders for each group). A device was developed to permit light cure through ceramic. Fractures specimens were SEM analyzed to classify the failure mode. For DC analysis, the resin cements were manipulated and applied into a mold. The adhesive protocols were performed on a Mylar strip and positioned upon the manipulated cement. A ceramic disc respective to each group was placed above the Mylar strip and the light curing was performed (n=5). Data were statistically analyzed ($p \leq 0.05$)

using a two-way (ceramic type X adhesive protocol) ANOVA and Tukey's test for each cement tested. Feldspatic ceramic presented superior results than lithium disilicate reinforced ceramic for both methodologies. RelyX ARC presented higher bond strength values than the other cements. Different adhesive protocols significantly affect bond strength and DC values in absence of adequate light intensity.

Key-words: Resin cements, ceramic, adhesive protocols, bond strength, degree of conversion

Introduction

The use of indirect metal free ceramic restorations has grown considerably in recent years, due to increased demand for aesthetic procedures. Desirable characteristics for materials used on confection of indirect restorations include translucence, fluorescence, chemical stability, biocompatibility, high compressive strength, and a coefficient of thermal expansion similar to tooth structure (Moraes RR *et al.*, 2008)

Although ceramics have excellent mechanical properties, it is a friable material with high elastic modulus, which may present internal fractures due to microscopic cracks, promoting areas of concentrated effort (Lawn BR *et al.*, 2004). With the masticatory load acting continuously on the microscopic cracks, total failures may occur in the material over time (Sobrinho LC *et al.*, 1998). The effective bonding of the ceramic restorations to tooth structure allows a better stress distribution into the tooth - luting agent - ceramic complex, preventing cracks (Roulet *et al.*, 1995) and consequently, increasing the longevity of the restoration.

To ensure adherence of the resin cement to the ceramic, an intermediate adhesive layer of low viscosity and high flow characteristics is mandatory (Piwowarczyk A *et al.*, 2004).

When the adhesive resin contacts the ceramic surface, it wets, spreads over the surface, and deeply penetrates into the grooves and pits within the conditioned ceramic surface (Oh WS *et. al*, 2002). As the adhesive resin polymerizes, it establishes chemical bonds with resin cement and a mechanical interlocking mechanism with the ceramic (Waters MGJ *et. al*., 1995). Thus the wetting of roughened ceramic surface by adhesive resin is a critical requirement for establishing optimal bonding of resin to ceramic (Phoenix RD; Shen C., 1995).

The adhesives can be classified according to their application form, as conventional systems, which require prior acid etching of the substrate, presenting agents with two or three steps, and self-etches, one- or two-steps, which were developed to eliminate the technique sensitivity in relation to critical steps associated with conventional adhesives, such as etching and moist control of dental substrate (Van Meerbeek *et al.*, 2003). To simplify the cementation, self-adhesives cements were developed, in order to eliminate the critical steps inherent to the bonding procedures involving the adhesives systems (Burke FJ, 2005).

In face of these facts, the resin cements properties, such as bonding and the degree of conversion, are crucial to improve the reliability of the ceramic restorations. Inadequate polymerization is associated with lower mechanical properties (Ferracane & Grenner, 1986, Vandewalle *et al.*, 2004, Satterthwaite *et. al.*, 2009). Many studies have reported the attenuation of light through the ceramic, which decreases the energy reaching the luting agent. This attenuation is dependent on the crystal structure of ceramic, thickness and shape of the indirect restoration (Borges GA *et al.*, 2008; Rasetto FH *et. al.*, 2001)

Due to the great amount of materials available, questions arises about the choice of the resin cement and the correct adhesive protocol to be used. The different composition of ceramics, as well as adhesive protocol can influence the bond effectiveness and degree of conversion of the dual-cure adhesives systems. Therefore, the aim of this study was evaluate the influence of adhesive protocols on the degree of conversion and bond strength of dual-cure resin cements to a feldspatic and a lithium dissilicate reinforced ceramic.

Materials and Methods

One hundred and forty four ceramic discs (12 mm diameter, 2 mm thick - 1 mm core, 0,5 mm dentin shade and 0,5 mm enamel shade, both A2) were prepared and divided into two groups with 72 specimens, according to the ceramic composition (d.SIGN, feldspatic ceramic and e.Max, lithium dissilicate reinforced ceramic, Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein).

Three resin cements (RelyX ARC, RelyX U100 and Panavia F) and adhesives protocols were established for each ceramic type (n=8).

Experimental Groups

For each ceramic type the following adhesives protocols were established:

RelyX ARC + SBMP Catalyst

RelyX ARC + SBMP Adhesive

RelyX ARC + SBMP Adhesive + SBMP Catalyst

RelyX U100

RelyX U100 + SBMP Adhesive + U100

RelyX U100 + SBMP Adhesive + SBMP Catalyst

Panavia F + ED Primer + Panavia F

Panavia F + Clearfil SE Bond

Panavia F + Clearfil SE Bond + ED primer.

The ceramic disks surfaces were acid etched with 10% hydrofluoric acid (Dentsply, Petropolis, Brazil). The feldspatic ceramic disks were conditioned for 60 seconds (Passos SP *et al.*, 2008) and the lithium dissilicate reinforced ceramic disks were conditioned for 20

seconds (Kiyan, VH, *et. al*, 2007, Blatz, MB, *et. al*, 2003). The etched disks were thoroughly water rinsed and extensively air-dried for 30 s with oil-free compressed air. The silane (Ceramic Primer for RelyX ARC and RelyX U100 and Clearfil Porcelain Bond Activator/Clearfil SE Primer for Panavia F) was then applied according to manufactures' instructions followed by the adhesive protocol established for each group.

Micro-shear Bond Strength Test

After the adhesive protocol application, the resin cements were manipulated according to manufacturers' instructions and inserted inside a silicon matrix with a 1 mm orifice, fixed to the internal face of the ceramic. The ceramic discs were fixed in a device, specially developed to permits the light curing through the ceramic, simulating a clinical situation. The resin cement was light-cured (60 s) with a quartz-tungsten halogen unit (LC Demetron, Kerr Orange, CA, USA) which had its irradiance constantly monitored, being around 600 mW/cm². Afterwards, the molds were removed to expose the resin cylinders. It was confectioned 8 specimens with 4 cylinders for each group.

The specimens were submitted to micro-shear bond strength test on mechanical testing machine (EMIC DL 2000, São José dos Pinhais, PR, Brazil). A shear load was applied to the base of the cylinder at a crosshead speed of 0.5 mm/min until failure. Micro shear bond strength were calculated and expressed in MPa. The average value of the four bonded cylinders for each ceramic disc was recorded and considered as a value of each specimen.

The fractured specimens were assembled on aluminum stubs, coated with gold (SCD 050, Baltec, Vaduz, Liechtenstein) and evaluated by scanning electron microscopy (JSM-5600LV, JEOL, Tokyo, Japan). The failure modes were classified as: Adhesive failure between resin cement and ceramic disc; Cohesive failure within the ceramic; Mixed failure.

Degree of conversion (DC)

For DC analysis, the resin cements were manipulated and applied into a mold (disc-shaped - 0,5 mm thick, 5 mm in diameter). The adhesive protocols previously described were performed on a Mylar strip and positioned upon the manipulated cement. A ceramic disc respective to each group was placed above the Mylar strip and the light curing was performed for 60 seconds (600 mW/cm², LC Demetron, Kerr Orange, CA, USA), in a similar way that the micro-shear bond strength test. As a control group, the DC of each resin cement was measured without adhesive protocol. Five specimens were made for each group and they were stored dry at 37 °C in absence of light for 24 hours after the polymerization. The surfaces were wet-grounded with 1200 grit SiC papers (Carburundum, Vinhedo, SP, Brazil) to remove the adhesive layer. Afterwards the cured specimens were placed on the ATR crystal surface and an infrared spectra were collected between 1665 a 1589 cm⁻¹ at a 4 cm⁻¹ resolution. Monomer conversion was calculated by standard methods using changes in the ratios of the aliphatic to aromatic C=C absorption peaks in both the uncured and cured states obtained from the infrared spectra according to the following equation, where abs is absorbance:

$$DC = 1 - \frac{[\text{abs (C = C aliphatic)} / \text{abs (C = C aromatic)}]_{\text{polymer}}}{[\text{abs (C = C aliphatic)} / \text{abs (C = C aromatic)}]_{\text{monomer}}} \times 100$$

Statistical Analysis

Data from bond strength test and degree of conversion of each resin cement were analyzed by two-way ANOVA, with main variables “adhesive protocol” and “ceramic type”. All post hoc multiple comparisons were performed using Tukey’s test.

Statistical significance was preset at a $\alpha = 0.05$.

Results

Micro-Shear Bond strength

The means and standard deviations of the bond strength of the resin cements are summarized in Table 1.

Table 1. Means (SD) for Micro-shear Bond Strength (MPa) of the Resin Cements Testing Different Adhesive Protocols with Different Ceramics

Protocols*	Lithium dissilicate reinforced ceramic	Feldspatic ceramic	
ARC/SBMP Catalyst	43,52 (1,36) Bb	46,40 (1,73) Aa	
ARC/SBMP Adhesive	45,28 (1,06) Ba	50,32 (2,6) Aa	
ARC/SBMP Adhesive/Catalyst	48,72 (2,28) Aa	47,39 (0,64) Aa	
U100	23,34 (1,24)	24,70 (1,11)	c
U100/SBMP Adhesive	32,61 (2,14)	34,62 (,073)	a
U100/SBMP Adhesive/Catalyst	29,76 (1,8)	30,85 (0,59)	b
	B	A	
Panavia F/ED Primer	27,47 (0,75) Bb	32,17 (1,23) Aa	
Panavia F/Clearfil SE Bond	29,29 (0,54) Ba	33,10 (1,24) Aa	
Panavia F/Clearfil SE Bond/ED Primer	28,77 (0,96) Bab	31,73 (1,14) Aa	

*The comparisons were performed between the adhesive protocols and different ceramics. The resin cements were not compared.

**Means followed by distinct capital letters in the same row and distinct small letters in the same column are significantly different at $p < 0.05$.

Relyx ARC, showed no difference among adhesive protocols within glass ceramic. Instead, for lithium dissilicate reinforced ceramic the group with previous application of catalyst presented lower values.

RelyX U100 showed no interaction among factors, instead values obtained with glass ceramic were superior than lithium dissilicate ceramic. Bond application showed the better values and the control group revealed the worst mean of bond strength,

regardless the ceramic. The simultaneously application revealed intermediate values for both ceramic.

Panavia F presented better values within feldspatic ceramic with no difference among adhesive protocols. Instead, for reinforced ceramic, the Clearfil SE Bond application showed better results, while ED primer group obtained the worst values of bond strength.

After evaluating the better bond strength values for each cement, they were compared (table 2).

Table 2. Comparison between the better bond strength values (MPa) of adhesive protocol for each cement and ceramic

Protocolos	Cerâmica	
	e.max	d.SIGN
ARC/SBMP Adhesive/Catalyst	48,72 (2,28) Aa	47,39 (0,64) Aa
U100 2/ SBMP Adhesive	32,61 (2,14) Ab	34,62 (0,73) Ab
Panavia F/Clearfil SE Bond	29,29 (0,54) Bb	33,10 (1,24) Ab

**Means followed by distinct capital letters in the same row and distinct small letters in the same column are significantly different at $p < 0.05$.

RelyX presented higher results irrespective the ceramic type. The other cements were similar when glass ceramic was used. However, Panavia F presented lower values for reinforced ceramic compared to d.SIGN.

Degree of conversion

The means and standard deviations of the degree of conversion of the resin cements are summarized in Table 3.

Table 3. Means (SD) of the degree of conversion (%) of the Resin Cements Testing

Different Adhesive Protocols with Different Ceramics:

Protocols*	Lithium dissilicate reinforced ceramic	Feldspatic ceramic	
	79,86 (0,85) Bb	85,60 (1,41) Aa	
ARC/SBMP Catalyst	82,65 (1,55) Ba	82,84 (0,68) Bb	
ARC/SBMP Adhesive	83,83 (1,71) Ba	82,89 (1,18) Bb	
ARC/SBMP Adhesive/Catalyst	82,18 (0,67) Bab	83,2 (0,85) Bab	
U100	65,42 (2,16) Bb	79,98 (3,57) Aa	
U100/SBMP Adhesive	77,25 (1,47) Aa	78,69 (2,7) Aa	
U100/SBMP Adhesive/Catalyst	78,51 (0,58) Aa	81,34 (1,95) Aa	
Panavia F	73,73 (1,29)	76,86 (1,35)	b
Panavia F/ED Primer	75,55 (0,76)	78,26 (2,14)	b
Panavia F/Clearfil SE Bond	79,82 (2,68)	82,00 (1,17)	a
Panavia F/Clearfil SE Bond/ ED Primer	77,98 (1,51)	81,52 (1,5)	a
	B	A	

*The comparisons were performed between the adhesive protocols and different ceramics. The resin cements were not compared.

**Means followed by distinct capital letters in the same row and distinct small letters in the same column are significantly different at $p < 0.05$.

RelyX ARC showed no difference among ceramics within adhesive protocols, instead of the control group with feldspatic ceramic, which presented higher values. For lithium dissilicate reinforced ceramic, the control group presented the worst DC values. The combined application of Adhesive and Catalyst showed intermediate results for both ceramics systems.

RelyX U100 presented higher means of DC with glass ceramic compared to the control group within reinforced ceramic. For lithium dissilicate ceramic, the Adhesive application groups presented higher DC than the control group.

Panavia F showed no interaction among factors, instead DC values obtained with glass ceramic were superior than reinforced ceramic. The Clearfil SE Bond groups presented higher values of monomer conversion than the control and solo ED Primer application groups, regardless de ceramic used.

Failure Mode

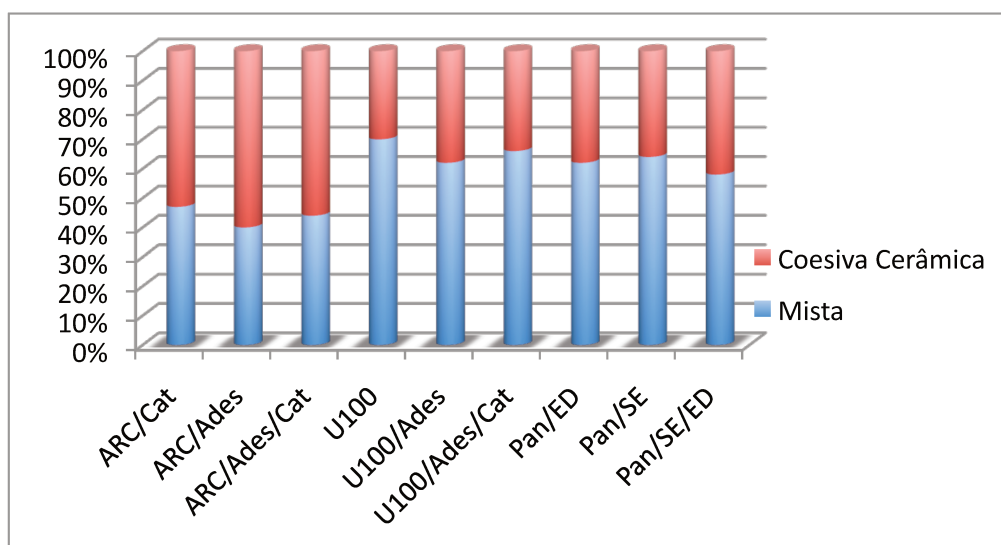


Figure 1. Failure mode distribution for the IPS e.max groups. There was a predominance of mixed failure in the RelyX U100 and Panavia F groups regardless the adhesive protocol applied. For RelyX ARC it was observed a greater amount of mixed failures.

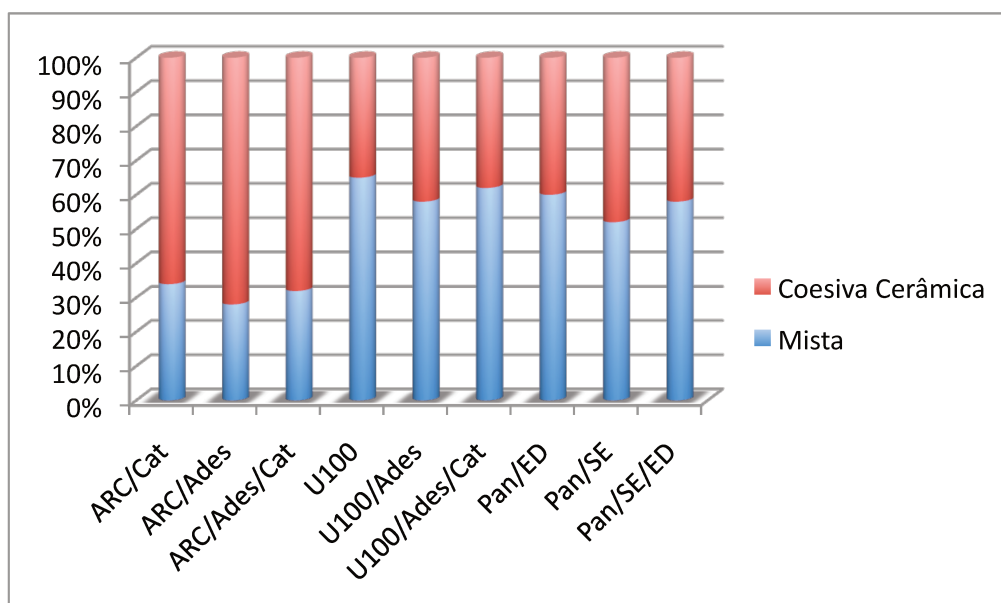


Figure 2. Failure mode distribution for the IPS d.SIGN groups. There was a predominance of mixed failure in the RelyX U100 and Panavia F groups regardless the adhesive protocol applied. For RelyX ARC it was observed a greater amount of mixed failures.

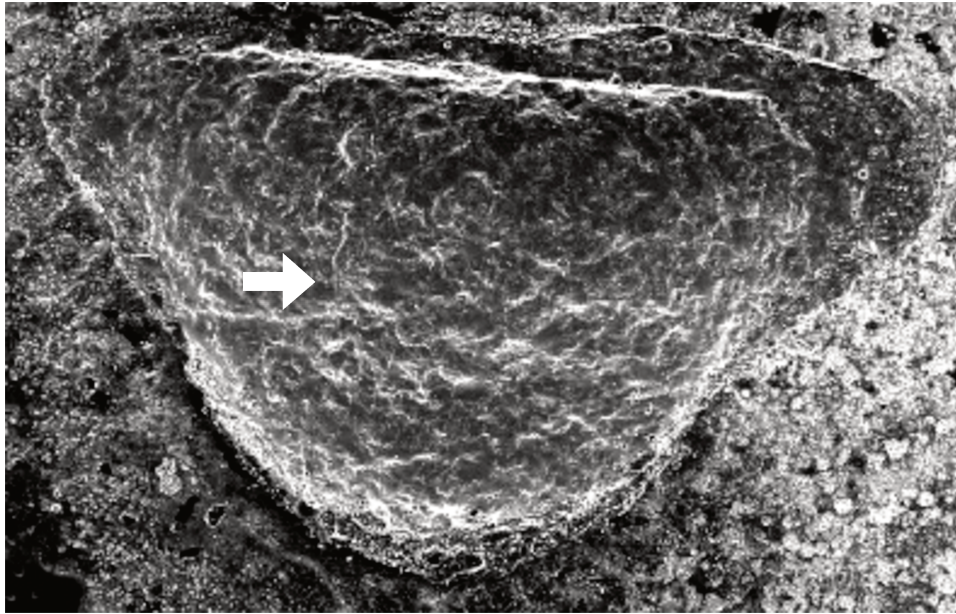


Figure 3. SEM image of fractured cylinder on ceramic surface. Cohesive failure.

White arrow – fractured ceramic

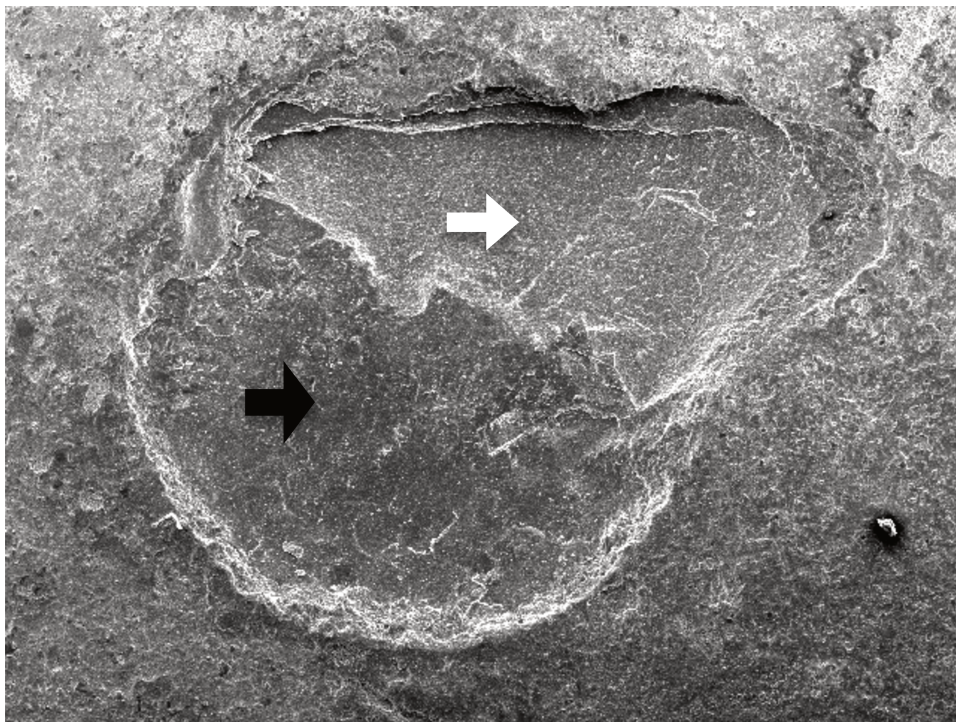


Figure 4. SEM image of fractured cylinder on ceramic surface. Mixed failure.

White arrow – fractured ceramic. Black arrow - adhesive layer

Discussion

Dual-cured resin cements are popular because of their ability to bond to tooth structure and restoration, their reduced solubility and they biocompatibility. However light reaching the cement is strongly attenuated by either the distance source or by the absorbing characteristics of the indirect restorative material (Arrais, CAG *et al.*, 2009). Different commercially resin cements available were evaluated in an attempt to obtain further information about their behavior when distinct adhesive protocols and ceramic type are employed. The results showed that these factors were able to modulate the bond strength and DC of the resin cements tested.

In this study, the groups cured through glass ceramic, presented higher bond strength and DC than lithium dissilicate reinforced ceramic, for almost all adhesive protocols tested. This probably occurred because the light intensity reaching the resin cement was reduced when the more crystalline ceramic (lithium dissilicate reinforced ceramic) was used (Pazin MC *et al.*, 2008; Valentino TA *et al.*, 2010). The degree of this attenuation is primarily dependent on the characteristics of the restorative material, such as its crystalline structure, thickness, and opacity. Combination of scattering, reflecting, and absorbing properties at the outer surface of the intervening material may explain the reduction in the incident light and, consequently, the reduction of polymerization effectiveness. (Moraes RR *et al.*, 2008)

For RelyX ARC bond strength, the adhesive protocols interfered significantly only when photo cured through reinforced ceramic. Braga *et al.* (1999) showed that when light is attenuated by the presence of an indirect restoration, the self-curing reaction contributes to the cement polymerization, allowing the chemical components to react. Besides, the application of SBMP Adhesive in lithium dissilicate ceramic, lead to higher bonds strength values. The hydrophobic layer possibly diffuses through the irregularities created on the ceramic after the acid etching, leading to a mechanical interlocking capable of increase the

bond strength in these groups after polymerization (El Zohairy AA *et. al*, 2004). The control group presented the highest values of monomer conversion when photocured through glass ceramic. On the other hand, when the light intensity was strongly attenuated by reinforced ceramic, the control group presented lower DC, which can be explained by the absence of photoinitiators and chemical components for activation of the polymerization reaction, present in the adhesives applied (Arrais CAG *et al.*, 2009).

In relation to RelyX U100 bond strength, no interaction among factors was observed. Glass ceramic presented better results than the reinforced one. When an adhesive protocol was applied, higher values were obtained, regardless the ceramic type. The high viscosity of RelyX U100 may have hindered a great diffusion of free radicals in the polymerization process, jeopardizing the conversion potential (Faria-e-Silva *et al.*, 2010, Caughman WF, *et al.*, 2001), and consequently the mechanical properties. Besides that, to establish a reliable bonding to dental ceramic, it is necessary to obtain adequate infiltration of monomers interlocking the ceramic substrate, allied to the optimal mechanical properties of the luting agents. According to this approach, the penetration ability of the cement is fundamental to high bond strength. Thereby, the previous low viscosity adhesive application may have promoted a better wetting and consequently interlocking within the ceramic irregularities (El Zohairy AA *et. al*, 2004). Catalyst application reduced bond strength values. A possible explanation for this fact is that the catalyst contains benzoyl peroxide in its composition, responsible for the chemical reaction start in the presence of tertiary amine. However, this cement doesn't present this initiator system in its composition. Therefore, the catalyst application may have limited the contact between the resin cement and Adhesive layer, reducing the monomer interaction, decreasing the bond strength values obtained. For this cement the absence of previous adhesive application and adequate light intensity was determinant for the reduced values obtained for bond strength and DC.

On the same way, Panavia F also presented better bond strength and DC values when light cured through feldspathic ceramic. This cement showed a significant difference

between adhesive protocols, and the groups with previous Clearfil SE application presented higher DC and Bond Strength values. Some authors report that polymerization inhibition can occur in the presence of acidic monomers, presented such as, in ED primer composition (Tay FR, *et al.*, 2003; Arrais CAG *et al.*, 2008). This inhibition in the base of the interface between cement and ceramic disk probably reduced its mechanical properties and consequently the bond strength. In addition, the presence of filler particles in Clearfil SE composition probably resulted in better mechanical properties within ceramic micro porosities, creating a better mechanical interlocking and consequently, enhancing bond strength values. (Ronaldo G. Viotti RG *et al.*, 2009).

Moreover, Faria-e-Silva AL *et al.* evaluated the rate of polymerization and DC of Panavia F when self- or dual-activated, and the influence of either using or not using ED Primer mixed with the material. They showed that the Primer containing co-initiators is essential for the polymerization of Panavia F when it is not exposed to polymerizing light. However in this study, ED primer was applied on ceramic surface before Panavia F mixture. Thus the effect of any co-initiators may have occurred at the interface between the resin cement and the primer layer, thus only a few micrometers thickness of the cement may have undergone increase in DC. The remaining material probably poorly polymerized when exposed to attenuated light, reducing its mechanical properties and consequently the bond strength values.

After evaluating the better bond strength values for each cement, they were compared. RelyX presented higher results irrespective of the ceramic type. The other cements were similar when glass ceramic was used. However, Panavia F presented lower values for reinforced ceramic. RelyX U100 presents both a new methacrylate monomer formulation and technology of initiating polymerization in an acidic environment. According to the manufacturer, the initial high acidity of the cement is then quickly neutralized during the polymerization process because the phosphoric acid groups react with alkaline fillers (Vaz RR, *et al.*, 2011). However, this initial acidity may have hindered the DC of the

unpolymerized SBMP Adhesive applied before, reducing the polymer mechanical properties, jeopardizing the bond strength (Suh BI, *et al.*, 2003). In relation to Panavia F, the lower values obtained can be explained by the different silane agent applied. Whereas Ceramic Primer is fully hydrolyzed in the bottle and ready for application, the Porcelain Bond Activator must be activated with Clearfil SE Primer before application, which introduces a higher likelihood of operator variability and incomplete hydrolysis (Lu R *et al.*, 1992). The higher the degree of hydrolysis, the better bond strength is provided. Therefore, the lower bond strength with Porcelain Bond Activator could be due to an incomplete hydrolysis in the activation step.

Almost all bond strength tests are categorized as tensile or shear bond strength. Regarding low flaw concentration and uniform stress distribution along the interface observed in microspecimen, microtests seems to be more accurate than macrotests. Specimen preparation for micro-tensile test is difficult and time consuming, especially for ceramic material, which is hard and brittle. Compared to micro-tensile test, trimming of the bonded specimens is not necessary for micro-shear test and specimens can easily be made, even for brittle materials. (Kermanshah H. *et al.*, 2011). Shear stresses are believed to be major stresses involved in in-vivo bonding failures of restorative materials. In this study, bond strengths were assessed by means of a micro-shear bond test that measured bonding to small areas of the ceramic substrate. In addition, the fractured bond sites were evaluated by scanning electron microscopy (SEM). After the shear test, the debonded site showed a significant amount of cohesive failure within the ceramic. Even though it has been reported that this mode of failure is due to the non-uniform stress distribution generated in the shear test arrangement (DellaBona e van Noort R, 1995), Shimada *et al* reported that HF-etching may be destructive for glass ceramics.

After all, it should be clarified that the absence of adequate light intensity was determinant for the reduced values obtained for bond strength and DC when activated through lithium disilicate ceramic. In this condition, the previous application of an adhesive

protocol is necessary to enhance the ceramic surface wetting, the monomer conversion and consequently the mechanical properties of resin cements.

Conclusion

Based on the results, it can be concluded that:

A – The micro shear Bond strength and the degree of conversion are influenced by the ceramic type;

B – Feldspatic ceramic presented superior results than lithium disilicate reinforced ceramic for both methodologies;

C – Different adhesive protocols significantly affects bond strength and DC values in absence of adequate light intensity.

References

- A.Della Bona and van Noort, R. Shear vs. Tensile Bond Strength of Resin Composite Bonded to Ceramic. J. Dent Res 74(9): 1591-1596, September, 1995
- Asmussen E, Peutzfeldt A. Influence of pulse-delay curing on softening of polymer structures. J Dent Res. 2001; 80(6): 1570-3.
- Arrais CA, Rueggeberg FA, Waller JL, de Goes MF, Giannini M. Effect of curing mode on the polymerization characteristics of dual-cured resin cement systems. Journal of Dentistry 2008; 36:418–26.
- Arrais CAG, Giannini M, Rueggeberg FA. Effect of sodium sulfinate salts on the polymerization characteristics of dual-cured resin cement systems exposed to attenuated light-activation. Journal of Dentistry 2009; 37(3): 219-227
- Arrais CAG, Giannini M, Rueggeberg FA. Kinetic analysis of monomer conversion in auto- and dual-polymerizing modes of commercial resin luting cements. J Prosthet Dent. 2009 Feb; 101(2): 128-36.

Blatz MB, Sadan A, Kern M. Resin-ceramic bonding: a review of the literature. *J Prosthet Dent*. 2003 Mar; 89(3): 268-74

Borges GA, Agarwal P, Miranzi BA, Platt JA, Valentino TA, dos Santos PH. Influence of different ceramics on resin cement Knoop Hardness Number. *Oper Dent*. 2008 Nov-Dec; 33(6): 622-8.

Burke FJ. Trends in indirect dentistry: 3 Luting materials. *Dent Update*. 2005; 32(5): 251-4, 257-8, 260.

Braga RR, Ballester RY, Carrilho MR. Pilot study on the early shear strength of porcelain-dentin bonding using dual-cure cements. *J Prosthet Dent*. 1999 Mar; 81(3): 285-9.

Brian R. Lawn, Antonia Pajares, Yu Zhang, Yan Deng, Mariando A. Polack, Isabel K. Lloyd, E.Dianne Rekow, Van P Thompson. Materials design in the performance of all-ceramic crowns. *Biomaterials*, 2004 jun, 25 (14): 2885-2892

Caughman WF, Chan DC, Rueggeberg FA. Curing potential of dual-polymerizable resin cements in simulated clinical situations. *J Prosthet Dent*. 2001 Jul; 86(1):101-6.

Davy KW, Kalachandra S, Pandain MS, Braden M. Relationship between composite matrix molecular structure and properties. *Biomaterials*. 1998; 19(22): 2007-14.

El Zohairy AA, De Gee AJ, Hassan FM, Feilzer AJ. The effect of adhesives with various degrees of hydrophilicity on resin ceramic bond durability. *Dent Mater*. 2004 Oct; 20(8): 778-87.

Faria-e-Silva AL, Moraes RR, Ogliari FA, Piva E, Martins LR. Panavia F: the role of the primer. *J Oral Sci*. 2009 Jun; 51(2): 255-9

Faria-e-Silva AL, Fabião MM, Arias VG, Martins LR. Activation mode effects on the shear bond strength of dual-cured resin cements. *Oper Dent*. 2010 Sep-Oct; 35(5): 515-21.

Ferracane JL, Greener EH. The effect of resin formulation on the degree of conversion and mechanical properties of dental restorative resins. *J Biomed Mater Res* 1986; 20(1): 121-31.

Kermanshah H, Borougeni AT, Bitaraf T. Comparison of the microshear bond strength of feldspathic porcelain to enamel with three luting resins. *J Prosthodontic Research* 2011; 55(2): 110-116

Kiyan VH, Saraceni CH, da Silveira BL, Aranha AC, Eduardo Cda P. The influence of internal surface treatments on tensile bond strength for two ceramic systems. *Oper Dent*. 2007 Sep-Oct; 32(5): 457-65.

Lu R, Harcourt JK, Tyas MJ, Alexander B. An investigation of the composite resin/porcelain interface. *Aust Dent J*, 1992, 37: 12–19.

Moraes RR, Correr-Sobrinho L, Sinhoreti MA, Puppini-Rontani RM, Ogliari FA, Piva E. Light-activation of resin cement through ceramic: relationship between irradiance intensity and bond strength to dentin. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater*. 2008 Apr; 85(1):160-5.

Musanje L, Darvell BW. Curing-light attenuation in filled resin restorative materials. *Dental Materials* 2006; 22: 804–17.

Oh WS, Shen C, Alegre B, Anusavice KJ. Wetting characteristic of ceramic to water and adhesive resin. *J Prosthet Dent*. 2002 Dec;88(6):616-21.

Passos SP, Valandro LF, Amaral R, Ozcan M, Bottino MA, Kimpara ET. Does adhesive resin application contribute to resin bond durability on etched and silanized feldspathic ceramic? *J Adhes Dent*. 2008 Dec;10(6):455-60.

Pazin MC, Moraes RR, Golçalves LS, Borges GA, Sinhoreti MA, Correr-Sobrinho L. Effects of ceramic thickness and curing unit on light transmission through leucite-reinforced material and polymerization of dual-cured luting agent. *J Oral Sci*. 2008 Jun; 50(2): 131-6.

Pekkan G, Hekimoglu C. Evaluation of shear bond strength between dentin and ceramic using dual-polymerizing resin cements. *J Prosthetic Dent*. 2009 Oct; 102(4): 242-52.

Peutzfeldt A. Resin composites in dentistry: the monomer systems. *Eur J Oral Sci*. 1997; 105(2): 97-116.

Phoenix RD, Shen C. Characterization of treated porcelain surfaces via dynamic contact angle analysis. *Int J Prosthodont* 1995;8:187-94.

Piwowarczyk A, Lauer HC, Sorensen JA. In vitro shear bond strength of cementing agents to fixed prosthodontic restorative materials. *J Prosthet Dent*. 2004 Sep;92(3):265-73.

Rasetto FH, Driscoll CF & von Fraunhofer JA (2001) Effect of light source and time on the polymerization of resin cement through ceramic veneers. *Journal of Prosthodontics* 10(3) 133-139.

Roulet JF, Söderholm KJ, Longmate J. Effect of treatment and storage conditions on ceramic/composite bond strength.

Rueggeberg FA, Hashinger DT, Fairhurst CW. Calibration of FTIR conversion analysis of contemporary dental resin composites. *Dent. Mater.* 1990; 6(4): 241-9.

Satterthwaite JD, Vogel K, Watts DC. Effect of resin-composite filler size and shape on shrinkage-strain. *Dent Mater* 2009; 25(12): 1612-1615.

Shimada Y, Yamaguchi S, Tagami J. Micro-shear bond strength of dual-cured resin cement to glass ceramics. *Dent Mater* 2002; 18:380-8.

Sideridou I, Tserki V, Papanastasiou G. Effect of chemical structure on degree of conversion in light-cured dimethacrylate-based dental resins. *Biomaterials.* 2002; 23(8): 1819-29.

Sobrinho LC, Glover RH, Knowles JC, Cattell MJ. Comparison of the wet and dry fatigue properties of all ceramic crowns. *J Mater Sci Mater Med.* 1998 Sep; 9 (9): 517-21.

Soares CJ, da Silva NR, Fonseca RB. Influence of the feldspathic ceramic thickness and shade on the microhardness of dual resin cement. *Oper Dent.* 2006; 31(3): 384-9.

Souza-Junior EJ, Prieto LT, Soares GP, Dos Santos Dias CT, Aguiar FH, Paulillo LA. *Lasers Med Sci.* 2010 Nov 23. [Epub ahead of print]. The effect of curing light and chemical catalyst on the degree of conversion of two dual cured resin luting cements.

Suh BI, Feng L, Pashley DH, Tay FR. Factors contributing to the incompatibility between simplified-step adhesives and chemically-cured or dual-cured composites. Part III. Effect of acidic resin monomers. *J Adhes Dent.* 2003 Winter; 5(4):267-82.

Valentino TA, Borges GA, Borges LH, Vishal J, Martins LR, Correr-Sobrinho L. Dual resin cement knoop hardness after different activation modes through dental ceramics. *Braz Dent J.* 2010; 21(2): 104-10.

Stewart GP, Jain P, Hodges J. Shear bond strength of resin cements to both ceramic and dentin. *J Prosthet Dent* 2002; 88:277- 84.

Tay FR, Pashley DH, Yiu CK, Sanares AM, Wei SH. Factors contributing to the incompatibility between simplified-step adhesives and chemically-cured or dual-cured composites. Part I. Single-step self-etching adhesive. *The Journal of Adhesive Dentistry* 2003; 5:27–40.

Vandewalle KS, Ferracane JL, Hilton TJ, Erickson RL, Sakaguchi RL. Effect of energy density on properties and marginal integrity of posterior resin composite restorations. *Dent Mater* 2004; 20(1): 96-106

Van Landuyt KL, Snauwaert J, De Munck J, Peumans M, Yoshida Y, Poitevin A, Coutinho E, Suzuki K, Lambrechts P, Van Meerbeek B. Systematic review of the chemical composition of contemporary dental adhesives. *Biomaterials*. 2007; 28(26): 3757-85.

Van Meerbeek B, De Munck J, Yoshida Y, Inoue S, Vargas M, Vijay P, Van Landuyt K, Lambrechts P, Vanherle G. Buonocore memorial lecture. Adhesion to enamel and dentin: current status and future challenges. *Oper Dent*. 2003 May-Jun; 28(3):215-35.

Vaz RR, Di Hipólito V, Perlatti D'Alpino PH, de Goes MF. Bond Strength and Interfacial Micromorphology of Etch-and-Rinse and Self-Adhesive Resin Cements to Dentin. *J Prosthodont*. 2011 Nov 1.

Viotti RG, Kasaz A, Pena CE, Alexandre RS, Arrais CA, Reis AF. Microtensile bond strength of new self-adhesive luting agents and conventional multistep systems. *J Prosthet Dent*. 2009 Nov; 102(5): 306-12.

Zogheib LV, Bona AD, Kimpara ET, McCabe JF. Effect of hydrofluoric acid etching duration on the roughness and flexural strength of a lithium disilicate-based glass ceramic. *Braz Dent J*. 2011;22(1):45-50.

METODOLOGIA ILUSTRADA

MATERIAIS E MÉTODOS

Os cimentos resinosos duais e sistemas adesivos utilizados neste trabalho estão demonstrados nas Figuras 1 e 2. A composição dos materiais está descrita na Tabela 1.



Figura 1. Cimentos resinosos duais avaliados: (A) RelyX ARC; (B) Panavia F e (C) RelyX U100.



Figura 2. Materiais utilizados nos procedimentos de união. (A) (3M ESPE) – Ceramic Primer, Adesivo e Catalisador do sistema Scotchbond Multi-purpose; (B) (Kuraray) – Clearfil Porcelain Bond Activator e Primer do sistema Clearfil SE Bond; ED Primer e Adesivo do sistema Clearfil SE Bond.

Tabela 1. Composição dos materiais

Cimentos	Fabricantes	Composição
RelyX ARC	3M ESPE, St Paul, MN, USA	Pasta A: Bis-GMA, TEGDMA, pigmentos, Carga de Sílica/Zircônia, polímero dimetacrilato, amina e CQ. Pasta B: Bis-GMA, TEGDMA, polímero dimetacrilato, Carga de Sílica/Zircônia e BPO.
RelyX U100	3M ESPE, St Paul, MN, USA	Pasta A: Monômeros metacrilatos, grupos ácido fosfórico, partículas silanizadas, iniciadores, estabilizadores Pasta B: monômeros metacrilatos, partículas silanizadas, iniciadores, estabilizadores, pigmentos
Panavia F	Kuraray Dental Co., Okayama, Japão	<i>Pasta A (Light):</i> Dimetacrilatos hidrófilos e hidrófobos, 10-MDP, sílica coloidal, CQ e BPO. <i>Pasta B:</i> Dimetacrilatos hidrófilos e hidrófobos, vidro debário silanizado, óxido de titânio, fluoreto de sódio, sílica coloidal, DHEPT e sulfonato de sódio benzênico T-isopropílico.

Adper ScotchBond MPP	3M ESPE, St Paul, MN, USA	Catalisador: Bis-GMA, HEMA, peróxido de benzoíla. Bond: Bis-GMA, HEMA, CQ
ED Primer	Kuraray Dental Co., Okayama, Japão	Líquido A: HEMA, 10-MDP, 5-NMSA, água, aceleradores Líquido B: 5-NMSA, água, catalisadores, aceleradores.
Clearfil SE	Kuraray Dental Co., Okayama, Japão	Primer: 2- HEMA, 10-MDP, dimetacrilatos hidrofilicos. CQ, água, aceleradores, pigmentos. Bond: Bis-GMA, HEMA, 10-MDP, dimetacrilatos hidrofóbicos, sílica coloidal, CQ, iniciadores, aceleradores. Porcelain Bond Activator: 3-trimetoxisililpropil metacrilato, dimetacrilatos hidrofóbicos.
RelyX Ceramic Primer	3M ESPE, St Paul, MN, USA	Etanol, água, metacriloxipropiltrimetoxisilano

Avaliação da resistência de união

Confecção dos discos de cerâmica

Para avaliação da resistência de união, foram utilizados 144 discos, sendo 72 deles de cerâmica feldspática (d.SIGN, Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein) e 72 discos de cerâmica de di-silicato de lítio (e.max, Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein) confeccionados de acordo com as instruções dos fabricantes. Os espécimes foram confeccionados com 12 mm de diâmetro e 2,0 mm de altura (1,0 mm de material opaco A2, 0,5 mm de substrato correspondente a dentina e 0,5 mm de substrato correspondente ao esmalte A2), a fim de simular as características de peças protéticas em cerâmica, livres de metal.

Grupos Experimentais

Previamente ao condicionamento e silanização, todos os discos foram limpos em ultrassom por 5 minutos com água destilada e alocados aleatoriamente em 18 grupos experimentais (n=8), de acordo com o tipo de cerâmica (feldspática e di-silicato de lítio) e o protocolo adesivo a ser realizado, descritos abaixo:

G1 - Ceramic Primer + SBMP Catalisador + RelyX ARC

G2 - Ceramic Primer + SBMP Adesivo + RelyX ARC

G3 - Ceramic Primer + SBMP Adesivo + SBMP Catalisador + RelyX ARC

G4 - Ceramic Primer + RelyX U100

G5 - Ceramic Primer + SBMP Adesivo + U100

G6 - Ceramic Primer + SBMP Adesivo + SBMP Catalisador + RelyX U100

G7 - Clearfil SE Primer + Porcelain Bond Activator + ED Primer + Panavia F

G8 - Clearfil SE Primer + Porcelain Bond Activator + Clearfil SE Bond + Panavia F

G9 - Clearfil SE Primer + Porcelain Bond Activator + Clearfil SE Bond + ED primer + Panavia F

Preparo das amostras

Para possibilitar a fotopolimerização dos cimentos através da cerâmica, foi confeccionado um dispositivo semelhante a uma mesa (Figura 3 – A) com um orifício no centro (Figura 3 – B) permitindo a passagem da ponta do aparelho fotopolimerizador para que fique em contato com a superfície externa da cerâmica permitindo a fotopolimerização transcerâmica (Figura 4 A).

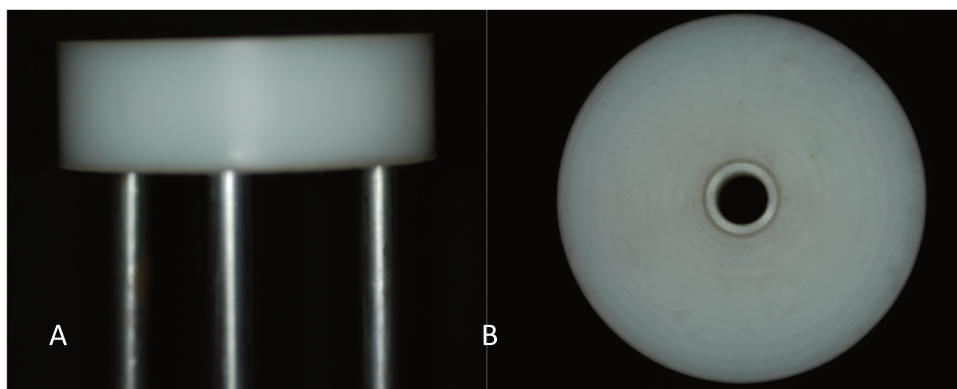


Figura 3. Dispositivo desenvolvido para permitir a fotopolimerização transcerâmica. (A) - Visão lateral do dispositivo, (B) - Orifício central.

Condicionamento

Para ambas as cerâmicas, os discos foram tratados com ácido fluorídrico (Dentsply Petropolis, Brazil) a 10%. Porém, nos grupos a serem confeccionados com a cerâmica feldspática, esse condicionamento foi mantido por 60 segundos (Passos SP *et al.*, 2008), enquanto que nos grupos de cerâmica de di-silicato de lítio, esse condicionamento se deu por 20 segundos (Kiyari, VH, *et al.*, 2007, Blatz, MB, *et al.*, 2003) (Figura 4-B)

Silanização e Procedimentos Adesivos

G1 - Após a aplicação do silano (Ceramic Primer, 3M ESPE, St Paul, MN, USA) na superfície dos discos e secagem após 60 segundos para evaporação do solvente, o catalisador do sistema SBMPP foi aplicado e um leve jato de ar foi dispensado.

G2 - Após a aplicação do silano na superfície dos discos e secagem após 60 segundos para evaporação do solvente, o Bond do sistema SBMPP foi aplicado e um leve jato de ar foi dispensado.

G3 - Após a aplicação do silano na superfície dos discos e secagem após 60 segundos para evaporação do solvente, o Bond do sistema SBMPP foi aplicado e um leve jato de ar dispensado. Depois, o catalisador, também do sistema SBMPP, foi aplicado.

G4 - O silano foi aplicado na superfície dos discos e seco após 60 segundos para evaporação do solvente.

G5 - Após a aplicação do silano na superfície dos discos e secagem após 60 segundos para evaporação do solvente, o Bond do sistema SBMMP foi aplicado e um leve jato de ar dispensado.

G6 - Após a aplicação do silano (Ceramic Primer, 3M ESPE, St Paul, MN, USA) na superfície dos discos e secagem após 60 segundos para evaporação do solvente, o Bond do sistema SBMPP foi aplicado e um leve jato de ar dispensado. Depois, o catalisador, também do sistema SBMPP, foi aplicado.

G7 - Uma gota de Clearfil SE Bond Primer e de Clearfil Porcelain Bond Activator (Kuraray Dental Co., Okayama, Japão) foram misturadas no casulo fornecido pelo fabricante e aplicadas imediatamente na superfície da cerâmica. Após 60 segundos, um leve jato de ar foi aplicado para evaporação do solvente. Uma gota de cada frasco de ED Primer foram misturadas e aplicadas sobre a superfície da cerâmica. Após 30 segundos, um leve jato de ar foi aplicado.

G8 - Após aplicação do silano, um leve jato de ar foi aplicado após 60 segundos para evaporação do solvente. Uma gota do Clearfil SE Bond foi aplicada e um jato de ar foi dispensado.

G9 - Após aplicação do silano, um leve jato de ar foi aplicado após 60 segundos para evaporação do solvente. Uma gota do Clearfil SE Bond foi aplicada e um jato de ar foi dispensada. Em seguida, uma gota de cada frasco de ED Primer foram misturadas e aplicadas sobre a superfície da cerâmica. Após 30 segundos, um leve jato de ar foi aplicado.

Confecção dos cilindros de cimento

Foi utilizada uma matriz com 1 mm de altura e 2 mm de diâmetro interno, obtida a partir de um molde, e confeccionada com o material leve do silicone de adição (Aquasil,

Dentsply, DeTrey, Konstanz, Alemanha). Esta foi posicionada sobre a superfície interna dos discos de cerâmica (Figura 5 – A), permitindo a confecção de cilindros de cimentos, com auxílio de uma sonda exploradora #5 (Figura 5- C). Para cada amostra, foram confeccionados quatro cilindros de cimento. Os cimentos resinosos foram manipulados de acordo com as especificações dos respectivos fabricantes, e então inseridos no interior da matriz (Figura 5 – B).

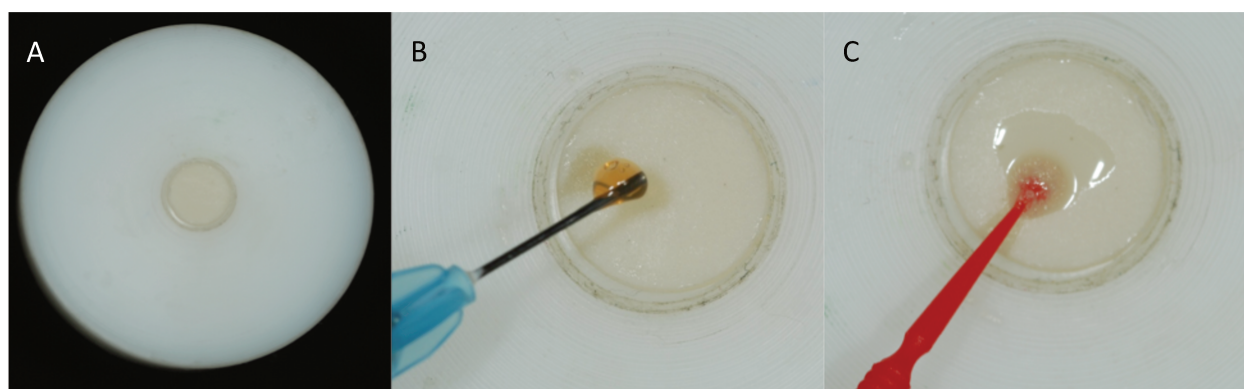


Figura 4. Condicionamento e procedimentos adesivos. (A) – Disco de cerâmica posicionado sobre o orifício do dispositivo, (B) – Condicionamento com ácido fluorídrico, (C) – Silanização e procedimentos adesivos

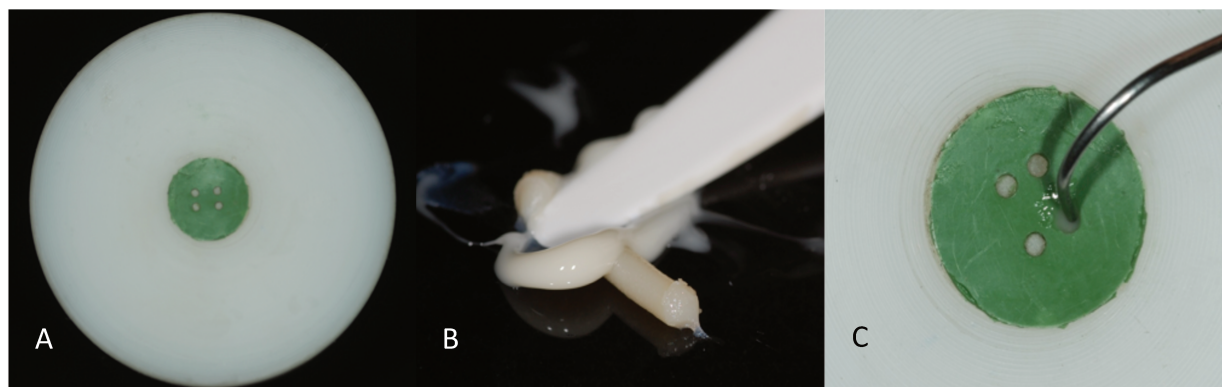


Figura 5. Confeção dos cilindros de cimento. (A) Matriz posicionada sobre o disco de cerâmica, (B) Manipulação dos cimentos resinosos, (C) Inserção dos cimentos na matriz

Fotoativação do cimento

A fotopolimerização dos cimentos foi realizada com a ponta do aparelho de lâmpada halógena Optilux 501 (Kerr/Demetron, Orange, CA, USA – Figura 6 - A), tocando a superfície da cerâmica, pelo tempo de 60 segundos. Após a polimerização do cimento resinoso, a

matriz de silicone foi removida com o auxílio de uma espátula de inserção de resina, permanecendo quatro cilindros de cimento resinoso aderidos ao disco de cerâmica (Figura 6 - B). Os corpos-de-prova foram armazenados em umidade relativa e ao abrigo da luz até o momento do ensaio de micro-cisalhamento (Figura 7 – A).

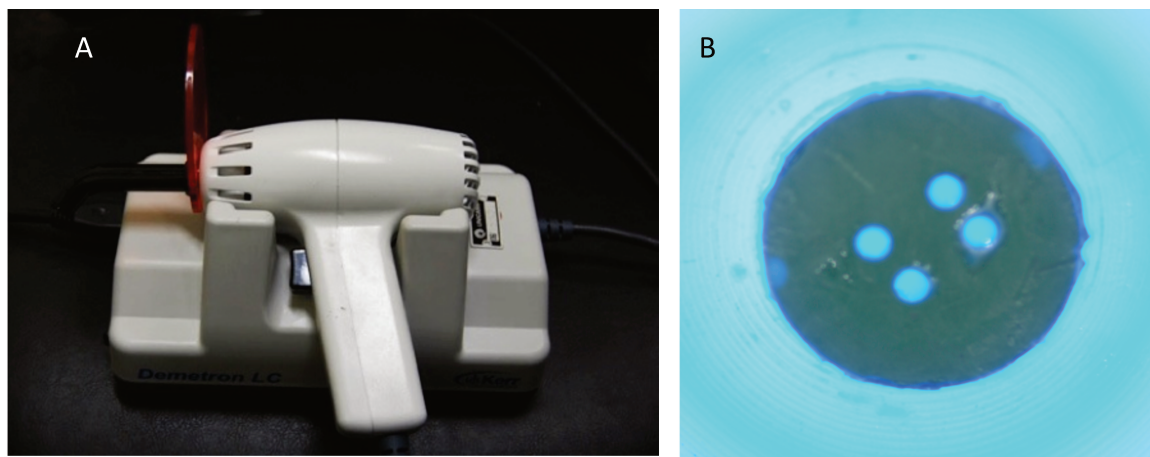


Figura 6. (A) Aparelho de fotoativação com luz halógena Demetron LC/Kerr

(B) Fotopolimerização transcerâmica

Ensaio de Microcisalhamento

Para o ensaio de microcisalhamento, os corpos-de-prova foram unidos à base do dispositivo acoplado à máquina de ensaios (Emic - Equipamentos e Sistemas de Ensaio LTDA, São José dos Pinhais. PR – Brasil). O carregamento foi realizado através de um fio de aço de 0,3 mm de diâmetro preso à porção superior do dispositivo, ligado à célula de carga (50 N) a uma velocidade de 0,5 mm por minuto até que ocorreu a ruptura do cilindro de cimento resinoso (Figura 7 – B). Os valores da carga máxima fornecidos em Kgf foram convertidos em MPa através da seguinte fórmula: $\text{MPa} = \text{Kgf} * 9,8 \text{ (constante)} / \text{área (expressa em mm}^2\text{)}$.

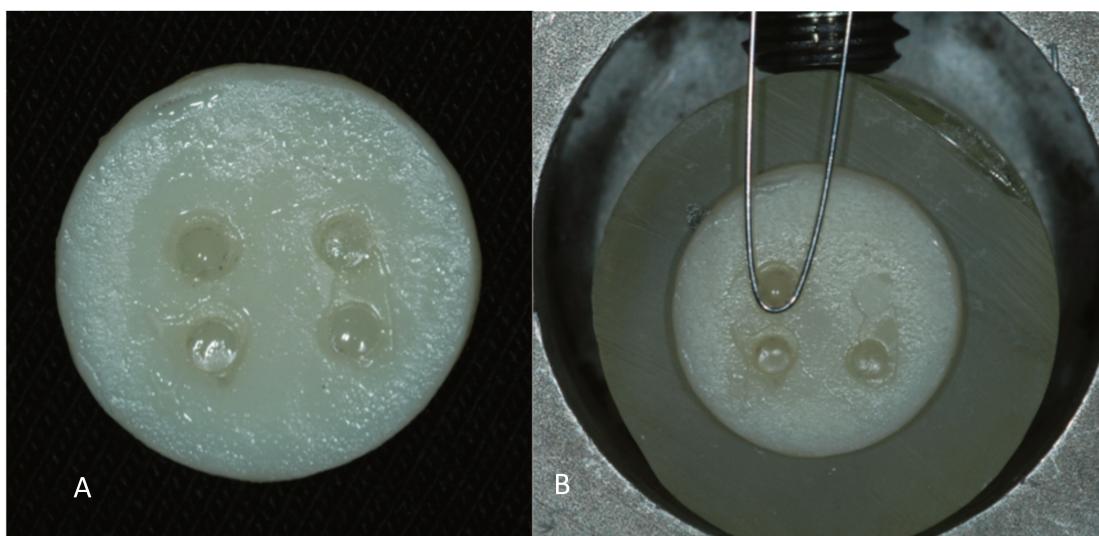


Figura 7. (A) Amostra finalizada, (B) Ensaio de Microcissalhamento

Análise do Padrão de fratura

Após o teste de microcissalhamento, as amostras fraturadas foram limpas em ultrassom com água destilada por 10 minutos, secas com papel absorvente e desidratadas em um recipiente com sílica coloidal por 24 horas.

As amostras foram fixadas em *stubs*, com auxílio de fita adesiva dupla face de carbono, e levadas a um metalizador MED 10 (Balzers Union, Fürstentum, Liechtenstein). Após a obtenção de vácuo de 10^{-1} mmHg, em atmosfera de Argônio, uma placa de ouro foi bombardeada por íons positivos e os átomos gerados por esse bombardeamento do ouro se depositaram na superfície da amostra. Para a obtenção de uma camada superficial de 200Å, a metalização foi feita por 180 segundos. Em seguida, as amostras metalizadas foram levadas a um microscópio eletrônico de varredura (JEOL-JMS-T33A Scanning Microscope, JEOL – USA Inc., Peabody, MA, USA) para a observação e captura das imagens das superfícies na superfície da cerâmica. A primeira imagem de cada amostra fraturada foi feita com uma magnificação que possibilitou a visualização de toda a superfície fraturada. Em seguida, foram feitas novas imagens com magnificações maiores, buscando a observação mais detalhada de áreas específicas.

As imagens foram classificadas de acordo com os seguintes padrões:

Tipo 1 – Fratura coesiva na cerâmica)

Tipo II – Fratura mista

Grau de conversão

Buscou-se resultados que auxiliem na interpretação dos valores obtidos de resistência de união, foi desenvolvido um delineamento para a análise do grau de conversão. Desse modo, buscamos avaliar a influência do protocolo adesivo no grau de conversão dos cimentos resinosos testados. A fotopolimerização foi realizada através dos discos de cerâmica feldspática e reforçada por dissilicato de lítio. Para RelyX ARC e Panavia, foi proposto um grupo controle, com a ausência de protocolo adesivo. Para RelyX U100 foi acrescentado um grupo com aplicação do SBMP Catalisador. Os grupos, para cada cerâmica, estão descritos abaixo:

G1 - RelyX ARC

G2 - SBMP Catalisador + RelyX ARC

G3 - SBMP Bond + RelyX ARC

G4 - SBMP Bond + Catalisador SBMPP + RelyX ARC

G5 - RelyX U100

G6 - SBMP Catalisador + RelyX U100

G7 - SBMP Bond + RelyX U100

G8 - SBMP Bond + Catalisador SBMPP + RelyX U100

G9 - Panavia F

G10 - ED Primer + Panavia F

G11 - Clearfil SE Bond + Panavia F

G12 - Clearfil SE Bond + ED Primer + Panavia F

Para a realização das amostras para a leitura do grau de conversão, uma matriz de silicone de adição foi confeccionada de modo que o corpo de prova apresentasse 5mm de diâmetro e 0,5mm de espessura. Os protocolos adesivos foram realizados sobre uma tira de poliéster que foi posicionada sobre o cimento resinoso manipulado e inserido na matriz, de acordo com o grupo a ser analisado. Um disco de cerâmica (feldspática ou reforçada) foi posicionado sobre a tira de poliéster e a fotopolimerização se deu por 60 segundos. Foram confeccionadas 5 amostras para cada grupo que foram armazenadas ao abrigo de luz e sua leitura ocorreu 24 horas após a polimerização. A utilização dos blocos de cerâmica objetiva simular uma situação clínica, em que o cimento resinoso é utilizado na cimentação de peças protéticas e a fotoativação daquele é realizada através do material cerâmico (Figuras 8 e 9).

As amostras de cimento resinoso polimerizado foram lixadas e limpas ultrasonicamente para a remoção da camada de adesivo. A mensuração do grau de conversão dos cimentos resinosos foi realizada em um espectrômetro de raios infravermelhos transformado de Fourier – FT-IR (Spectrum 100 Optica; PerkinElmer, MA, USA), com um elemento de refletância total atenuada acoplado - ATR, o qual possui um cristal horizontal de Seleneto de Zinco (Pike Technologies, Madison, WI, USA) no centro que funciona com substrato ativo para os raios infra-vermelhos (Figura 10). Para a definição dos espectros dos cimentos não polimerizados, as duas pastas de cada cimento foram colocadas sobre o cristal separadamente e foi realizada a leitura da espectrometria. Para o cálculo, foi utilizada a técnica de *baseline* (Rueggeberg et al., 1990), que será traçado pelo próprio programa Spectrum. A partir desta, foram mensurados alguns parâmetros pelo próprio programa. A intensidade corrigida dos picos observados nos comprimentos de onda 1638 e 1608 cm⁻¹ foi utilizada na seguinte fórmula:

$$GC(\%) = \left\{ 1 - \left[\frac{\text{Polimerizada/Não Polimerizada(Alifática)}}{\text{Polimerizada/Não Polimerizada(Aromática)}} \right] \right\} \times 100$$

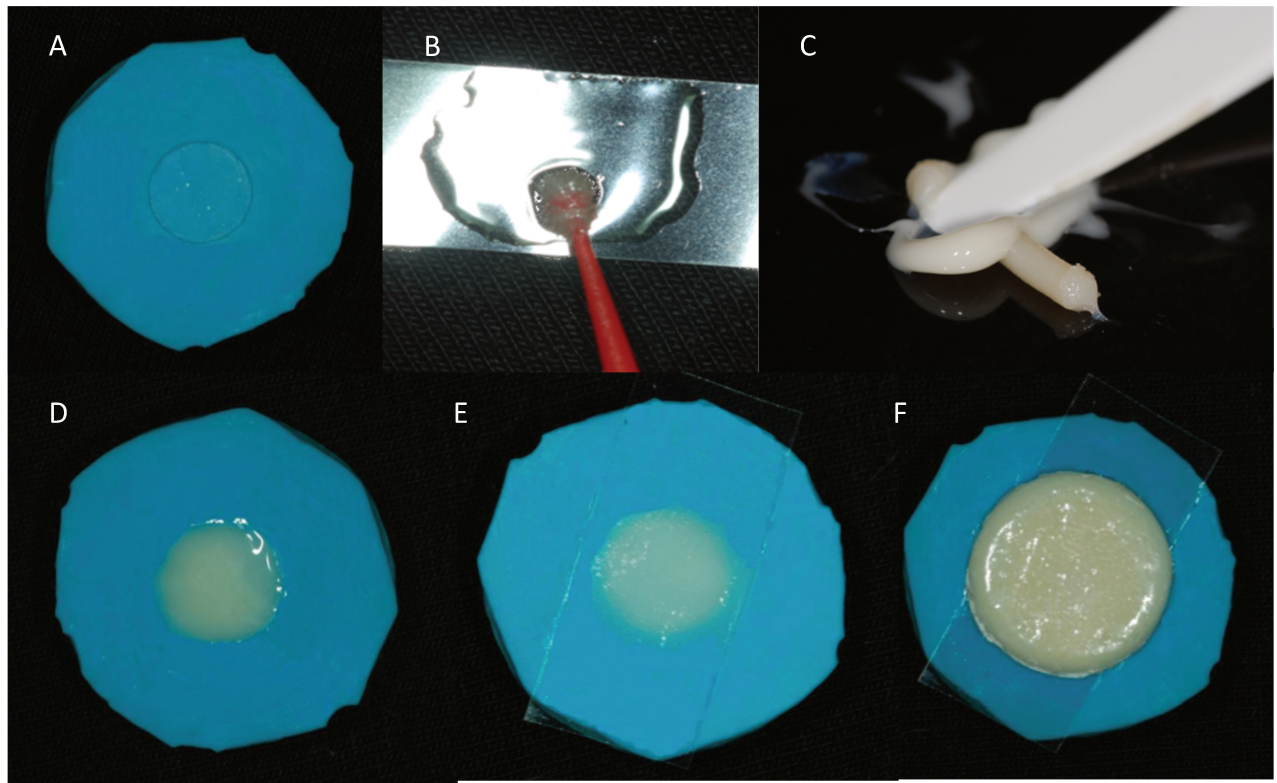


Figura 8: (A) Matriz de silicone; (B) Aplicação do protocolo adesivo na tira de poliéster; (C) Manipulação do cimento; (D) Inserção do cimento no interior da matriz; (E) Tira de poliéster sobre o cimento manipulado; (F) Disco de cerâmica sobre a tira de poliéster.

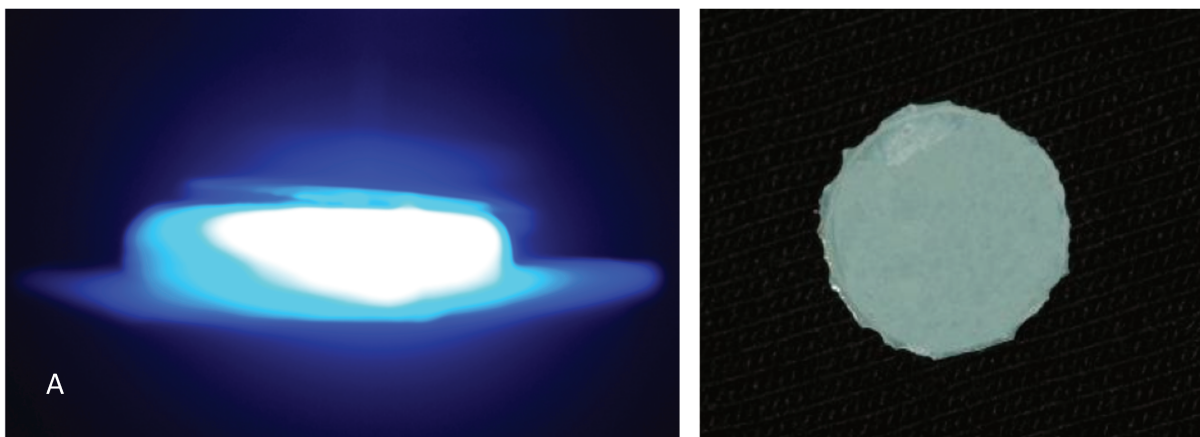


Figura 9: (A) Fotopolimerização transcerâmica; (B) Amostra finalizada.

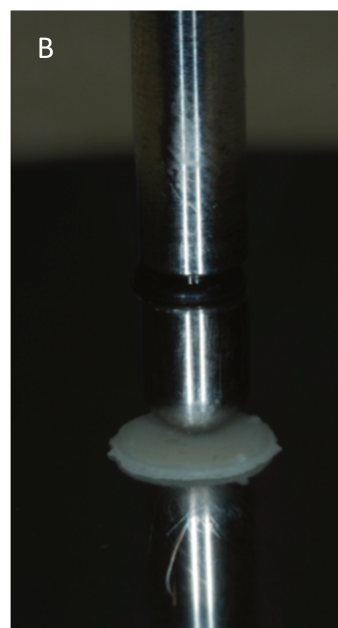
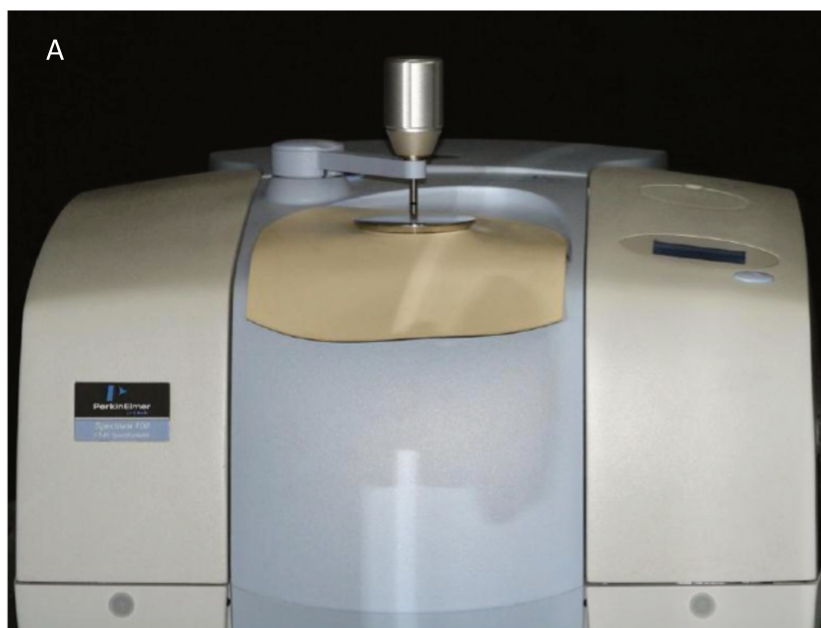


Figura 10: (A) Espectrômetro de raios infravermelhos transformado de Fourier - FTIR com elemento de refletância total atenuada acoplado (ATR); (B) Leitura do grau de conversão.

Referências

- A.Della Bona and van Noort, R. Shear vs. Tensile Bond Strength of Resin Composite Bonded to Ceramic. J. Dent Res 74(9): 1591-1596, September, 1995
- Asmussen E, Peutzfeldt A. Influence of pulse-delay curing on softening of polymer structures. J Dent Res. 2001; 80(6): 1570-3.
- Arrais CA, Rueggeberg FA, Waller JL, de Goes MF, Giannini M. Effect of curing mode on the polymerization characteristics of dual-cured resin cement systems. Journal of Dentistry 2008; 36:418–26.
- Arrais CAG, Giannini M, Rueggeberg FA. Effect of sodium sulfinate salts on the polymerization characteristics of dual-cured resin cement systems exposed to attenuated light-activation. Journal of Dentistry 2009; 37(3): 219-227
- Arrais CAG, Giannini M, Rueggeberg FA. Kinetic analysis of monomer conversion in auto- and dual-polymerizing modes of commercial resin luting cements. J Prosthet Dent. 2009 Feb; 101(2): 128-36.
- Blatz MB, Sadan A, Kern M. Resin-ceramic bonding: a review of the literature. J Prosthet Dent. 2003 Mar; 89(3): 268-74
- Borges GA, Agarwal P, Miranzi BA, Platt JA, Valentino TA, dos Santos PH. Influence of different ceramics on resin cement Knoop Hardness Number. Oper Dent. 2008 Nov-Dec; 33(6): 622-8.
- Burke FJ. Trends in indirect dentistry: 3 Luting materials. Dent Update. 2005; 32(5): 251-4, 257-8, 260.
- Braga RR, Ballester RY, Carrilho MR. Pilot study on the early shear strength of porcelain-dentin bonding using dual-cure cements. J Prosthet Dent. 1999 Mar; 81(3): 285-9.
- Brian R. Lawn, Antonia Pajares, Yu Zhang, Yan Deng, Mariando A. Polack, Isabel K. Lloyd, E.Dianne Rekow, Van P Thompson. Materials design in the performance of all-ceramic crowns. Biomaterials, 2004 jun, 25 (14): 2885-2892

Caughman WF, Chan DC, Rueggeberg FA. Curing potential of dual-polymerizable resin cements in simulated clinical situations. *J Prosthet Dent*. 2001 Jul; 86(1):101-6.

Correr-Sobrinho, L. Avaliação das resistências à fratura e à fadiga de três sistemas de cerâmica dental. [Tese] Piracicaba: Faculdade de Odontologia de Piracicaba; 1998.

Creugers NH, Käyser AF, Van't Hof MA. A meta-analysis of durability data on conventional fixed bridges. *Community Dent Oral Epidemiol*. 1994; 22(6): 448-52.

Davy KW, Kalachandra S, Pandain MS, Braden M. Relationship between composite matrix molecular structure and properties. *Biomaterials*. 1998; 19(22): 2007-14.

El Zohairy AA, De Gee AJ, Hassan FM, Feilzer AJ. The effect of adhesives with various degrees of hydrophilicity on resin ceramic bond durability. *Dent Mater*. 2004 Oct; 20(8): 778-87.

Faria-e-Silva AL, Moraes RR, Ogliari FA, Piva E, Martins LR. Panavia F: the role of the primer. *J Oral Sci*. 2009 Jun; 51(2): 255-9

Faria-e-Silva AL, Fabião MM, Arias VG, Martins LR. Activation mode effects on the shear bond strength of dual-cured resin cements. *Oper Dent*. 2010 Sep-Oct; 35(5): 515-21.

Ferracane JL, Greener EH. The effect of resin formulation on the degree of conversion and mechanical properties of dental restorative resins. *J Biomed Mater Res* 1986; 20(1): 121-31.

Gladys S, Van Meerbeek B, Lambrechts P, Vanherle G. Evaluation of esthetic parameters of resin-modified glass-ionomer materials and a polyacid-modified resin composite in Class V cervical lesions. *Quintessence Int*. 1999; 30(9): 607-14.

Kermanshah H, Borougeni AT, Bitaraf T. Comparison of the microshear bond strength of feldspathic porcelain to enamel with three luting resins. *J Prosthodontic Research* 2011; 55(2): 110-116

Kiyan VH, Saraceni CH, da Silveira BL, Aranha AC, Eduardo Cda P. The influence of internal surface treatments on tensile bond strength for two ceramic systems. *Oper Dent*. 2007 Sep-Oct; 32(5): 457-65.

Lu R, Harcourt JK, Tyas MJ, Alexander B. An investigation of the composite resin/porcelain interface. *Aust Dent J*, 1992, 37: 12–19.

Moraes RR, Correr-Sobrinho L, Sinhoreti MA, Puppini-Rontani RM, Ogliari FA, Piva E. Light-activation of resin cement through ceramic: relationship between irradiance intensity and bond strength to dentin. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater*. 2008 Apr; 85(1):160-5.

Musanje L, Darvell BW. Curing-light attenuation in filled resin restorative materials. *Dental Materials* 2006; 22: 804–17.

Oh WS, Shen C, Alegre B, Anusavice KJ. Wetting characteristic of ceramic to water and adhesive resin. *J Prosthet Dent*. 2002 Dec;88(6):616-21.

Passos SP, Valandro LF, Amaral R, Ozcan M, Bottino MA, Kimpara ET. Does adhesive resin application contribute to resin bond durability on etched and silanized feldspathic ceramic? *J Adhes Dent*. 2008 Dec;10(6):455-60.

Pazin MC, Moraes RR, Golçalves LS, Borges GA, Sinhoreti MA, Correr-Sobrinho L. Effects of ceramic thickness and curing unit on light transmission through leucite-reinforced material and polymerization of dual-cured luting agent. *J Oral Sci*. 2008 Jun; 50(2): 131-6.

Pekkan G, Hekimoglu C. Evaluation of shear bond strength between dentin and ceramic using dual-polymerizing resin cements. *J Prosthetic Dent*. 2009 Oct; 102(4): 242-52.

Peutzfeldt A. Resin composites in dentistry: the monomer systems. *Eur J Oral Sci*. 1997; 105(2): 97-116.

Phoenix RD, Shen C. Characterization of treated porcelain surfaces via dynamic contact angle analysis. *Int J Prosthodont* 1995; 8:187-94.

Piwowarczyk A, Lauer HC, Sorensen JA. In vitro shear bond strength of cementing agents to fixed prosthodontic restorative materials. *J Prosthet Dent*. 2004 Sep;92(3):265-73.

Raigrodski AJ. All-ceramic full-coverage restorations: concepts and guidelines for material selection. *Pract Proced Aesthet Dent*. 2005; 17(4): 249-56; quiz 58.

Rasetto FH, Driscoll CF & von Fraunhofer JA (2001) Effect of light source and time on the polymerization of resin cement through ceramic veneers. *Journal of Prosthodontics* 10(3) 133- 139.

Rosenstiel SF, Land MF, Crispin BJ. Dental luting agents: A review of the current literature. *J Prosthet Dent*. 1998 Sep;80(3):280-301.

Roulet JF, Söderholm KJ, Longmate J. Effect of treatment and storage conditions on ceramic/composite bond strength.

Rueggeberg FA, Hashinger DT, Fairhurst CW. Calibration of FTIR conversion analysis of contemporary dental resin composites. *Dent Mater*. 1990; 6(4): 241-9.

Satterthwaite JD, Vogel K, Watts DC. Effect of resin-composite filler size and shape on shrinkage-strain. *Dent Mater* 2009; 25(12): 1612-1615.

Shimada Y, Yamaguchi S, Tagami J. Micro-shear bond strength of dual-cured resin cement to glass ceramics. *Dent Mater* 2002; 18:380-8.

Sideridou I, Tserki V, Papanastasiou G. Effect of chemical structure on degree of conversion in light-cured dimethacrylate-based dental resins. *Biomaterials*. 2002; 23(8): 1819-29.

Sobrinho LC, Glover RH, Knowles JC, Cattell MJ. Comparison of the wet and dry fatigue properties of all ceramic crowns. *J Mater Sci Mater Med*. 1998 Sep; 9 (9): 517-21.

Soares CJ, da Silva NR, Fonseca RB. Influence of the feldspathic ceramic thickness and shade on the microhardness of dual resin cement. *Oper Dent*. 2006; 31(3): 384-9.

Souza-Junior EJ, Prieto LT, Soares GP, Dos Santos Dias CT, Aguiar FH, Paulillo LA. *Lasers Med Sci*. 2010 Nov 23. [Epub ahead of print]. The effect of curing light and chemical catalyst on the degree of conversion of two dual cured resin luting cements.

Suh BI, Feng L, Pashley DH, Tay FR. Factors contributing to the incompatibility between simplified-step adhesives and chemically-cured or dual-cured composites. Part III. Effect of acidic resin monomers. *J Adhes Dent*. 2003 Winter; 5(4):267-82.

Valentino TA, Borges GA, Borges LH, Vishal J, Martins LR, Correr-Sobrinho L. Dual resin cement knoop hardness after different activation modes through dental ceramics. *Braz Dent J*. 2010; 21(2): 104-10.

Stewart GP, Jain P, Hodges J. Shear bond strength of resin cements to both ceramic and dentin. *J Prosthet Dent* 2002; 88:277- 84.

Tay FR, Pashley DH, Yiu CK, Sanares AM, Wei SH. Factors contributing to the incompatibility between simplified-step adhesives and chemically-cured or dual-cured composites. Part I. Single-step self-etching adhesive. *The Journal of Adhesive Dentistry* 2003; 5:27–40.

Vandewalle KS, Ferracane JL, Hilton TJ, Erickson RL, Sakaguchi RL. Effect of energy density on properties and marginal integrity of posterior resin composite restorations. *Dent Mater* 2004; 20(1): 96-106

Van Landuyt KL, Snauwaert J, De Munck J, Peumans M, Yoshida Y, Poitevin A, Coutinho E, Suzuki K, Lambrechts P, Van Meerbeek B. Systematic review of the chemical composition of contemporary dental adhesives. *Biomaterials*. 2007; 28(26): 3757-85.

Van Meerbeek B, De Munck J, Yoshida Y, Inoue S, Vargas M, Vijay P, Van Landuyt K, Lambrechts P, Vanherle G. Buonocore memorial lecture. Adhesion to enamel and dentin: current status and future challenges. *Oper Dent*. 2003 May-Jun; 28(3):215-35.

Vaz RR, Di Hipólito V, Perlatti D'Alpino PH, de Goes MF. Bond Strength and Interfacial Micromorphology of Etch-and-Rinse and Self-Adhesive Resin Cements to Dentin. *J Prosthodont*. 2011 Nov 1.

Viotti RG, Kasaz A, Pena CE, Alexandre RS, Arrais CA, Reis AF. Microtensile bond strength of new self-adhesive luting agents and conventional multistep systems. *J Prosthet Dent*. 2009 Nov; 102(5): 306-12.

Waters MGJ, Jagger RG, Jeroliv V, Williams KR. Wettability of denture soft-lining materials. *J Prosthet Dent* 1995; 74:644-6.

Zogheib LV, Bona AD, Kimpara ET, McCabe JF. Effect of hydrofluoric acid etching duration on the roughness and flexural strength of a lithium disilicate-based glass ceramic. *Braz Dent J*. 2011;22(1):45-50.