



DANIEL SUNDFELD NETO

**“RESISTÊNCIA DA UNIÃO CERÂMICA-CIMENTO RESINOSO E
MORFOLOGIA DA SUPERFÍCIE/INTERFACE DE CERÂMICAS
VÍTREAS CONDICIONADAS COM DIFERENTES
CONCENTRAÇÕES DE ÁCIDO FLUORÍDRICO”**

**PIRACICABA
2013**



UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS
FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE PIRACICABA

DANIEL SUNDFELD NETO

**“RESISTÊNCIA DA UNIÃO CERÂMICA-CIMENTO RESINOSO E
MORFOLOGIA DA SUPERFÍCIE/INTERFACE DE CERÂMICAS VÍTREAS
CONDICIONADAS COM DIFERENTES CONCENTRAÇÕES DE ÁCIDO
FLUORÍDRICO”**

Orientador: Prof.Dr. Lourenço Correr Sobrinho

Co-Orientador: Prof.Dr. Lucas Zago Naves

**DISSERTAÇÃO DE MESTRADO
APRESENTADA À FACULDADE DE
ODONTOLOGIA DE PIRACICABA DA
UNICAMP PARA OBTENÇÃO DO
TÍTULO DE MESTRE EM MATERIAIS
DENTÁRIOS**

**Este exemplar corresponde à versão final da
Dissertação defendida pelo aluno Daniel Sundfeld Neto,
e orientada pelo Prof. Dr. Lourenço Correr Sobrinho**

Assinatura do Orientador:

**PIRACICABA
2013**

FICHA CATALOGRÁFICA ELABORADA POR
JOSIDELMA F COSTA DE SOUZA – CRB8/5894 - BIBLIOTECA DA
FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE PIRACICABA DA UNICAMP

Su72r Sundfeld Neto, Daniel, 1987-
Resistência da união cerâmica-cimento resinoso e morfologia da superfície/interface de cerâmicas vítreas condicionadas com diferentes concentrações de ácido fluorídrico / Daniel Sundfeld Neto. – Piracicaba, SP : [s.n.], 2013.

Orientador: Lourenço Correr Sobrinho.
Dissertação (mestrado) - Universidade Estadual de Campinas, Faculdade de Odontologia de Piracicaba.

1. Toxicidade. 2. Cerâmica odontológica. I. Correr Sobrinho, Lourenço, 1960- II. Universidade Estadual de Campinas. Faculdade de Odontologia de Piracicaba. III. Título.

Informações para a Biblioteca Digital

Título em Inglês: Bond strenght between dental ceramic-resin cement and surface/interface morphology of glass ceramics etched with different hydrofluoric acid concentrations

Palavras-chave em Inglês:

Toxicity

Dental ceramic

Área de concentração: Materiais Dentários

Titulação: Mestre Materiais Dentários

Banca examinadora:

Lourenço Correr Sobrinho [Orientador]

Marcelo Giannini

Gilberto Antônio Borges

Data da defesa: 21-02-2013

Programa de Pós-Graduação: Materiais Dentários



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 21 de Fevereiro de 2013, considerou o candidato DANIEL SUNDFELD NETO aprovado.



Prof. Dr. LOURENÇO CORRER SOBRINHO



Prof. Dr. GILBERTO ANTÔNIO BORGES



Prof. Dr. MARCELO GIANNINI

Dedico este trabalho...

À minha família

Renato, Daisy, Fernando, Clarice e José, pelo apoio incondicional investido no meu desenvolvimento profissional, pelo amor e dedicação depositados em mim

Aos amigos

Por me ensinarem o real significado do que é amizade verdadeira: República Acapulco e T22

À minha namorada

Pelo suporte e amor à minha pessoa

“A ciência nunca resolve um problema sem criar pelo menos outros dez.”

George Bernard Shaw

Agradecimentos Especiais

Ao meu orientador, Prof. Dr. Lourenço Correr-Sobrinho, pela presença e orientação tanto profissional como humana, na evolução do meu trabalho na vida acadêmica e por me fazer sentir em casa a cada almoço e jantar realizados... Meu muito obrigado!

Ao meu co-orientador, Prof. Dr. Lucas Zago Naves, por toda dedicação dado à esse trabalho, pelos ensinamentos e por estimular cada vez o desejo do saber.... Obrigado!

Agradecimentos

Ao Magnífico Reitor da Universidade Estadual de Campinas, Prof. Dr. *Fernando Ferreira Costa*

À Faculdade de Odontologia de Piracicaba, UNICAMP, pelos diretores Prof.Dr. *Jacks Jorge Junior* e Diretor Associado Prof.Dr. *Alexandre Augusto Zaia*

À Coordenadoria da Pós-Graduação e área de Materiais Dentários, por darem a oportunidade de expandir e sedimentar, com extrema qualidade, os conceitos científicos da Odontologia

Ao corpo docente envolvido no Programa de Pós-Graduação em Materiais Dentários pela Faculdade de Odontologia de Piracicaba – UNICAMP

Prof.Dr. Mário Alexandre Coelho Sinhoreti, pela transparência e paciência ao passar conhecimento

Prof.Dr. Simonides Consani, pelo conteúdo científico repassado e por estimular a busca por respostas além dos nossos olhos. Serei seu eterno aluno e admirador

Prof. Dr. Mario Fernando de Goes, pelo qualidade do conhecimento repassado à nós

Prof.Dra. Regina Maria Puppim Rontani, pela demonstração fiel aos preceitos da ciência

Aos colegas do departamento de Materiais Dentários, Selma e Marcão, pela atenção e disponibilidade em ajudar

Aos colegas da Faculdade de Odontologia de Araçatuba – UNESP, pela ajuda e ensinamentos à mim repassados

Ao órgão fomentador desse estudo, CNPq

À Universidade de São Paulo – Esalq, por compartilhar conhecimentos e equipamentos
para o desenvolvimento desse estudo

Às demais pessoas envolvidas para o êxito desse projeto..... Obrigado!

RESUMO

O objetivo neste estudo foi avaliar a influência de diferentes concentrações do ácido fluorídrico (AF) na morfologia da superfície/interface, assim como a resistência de união ao microcislamento de dois tipos de cerâmica vítrea: (1) IPS Empress Esthetic (EST), (Ivoclar Vivadent) e (2) IPS e.max Press (EMX), (Ivoclar Vivadent), unidas ao cimento resinoso (Variolink II, Ivoclar-Vivadent), com ou sem aplicação do adesivo (Ad) após a aplicação do silano. Blocos cerâmicos com $8 \times 8 \times 2$ mm de espessura foram separados em 12 grupos, totalizando 24 grupos, de acordo com as concentrações do ácido fluorídrico: 1%, 2,5%, 5%, 7,5%, 10% e 15%. O tempo de condicionamento para a cerâmica EST foi 60 segundos e para EMX, 20 segundos. Todos os blocos foram silanizados após o condicionamento ácido e a sigla 'Ad' nos grupos designados recebeu a aplicação de uma camada de adesivo após a aplicação do silano. Caracterização dos padrões de condicionamento e interfaces de união foram conduzidas pela análise em MEV. Para o ensaio de microcislamento, cilindros de cimento resinoso foram confeccionados sobre a superfície da cerâmica condicionada, fotoativados durante 40 segundos e armazenados durante 24 horas em água destilada a 37°C. Os dados foram submetidos à Análise de Variância de 3 fatores e ao teste de Tukey ($p < 0,05$). As imagens de MEV mostraram pobre condicionamento quando utilizado a concentração de 1%, para EST e EMX. HF2,5% mostrou grande remanescente de fase vítrea e ranhuras pouco profundas na superfície das cerâmicas. Padrões semelhantes de condicionamento foram encontrados para HF7,5% e HF10%. Canais profundos foram encontrados para HF15%. Espaços não preenchidos foram encontrados na interface de grupos que não receberam a aplicação do adesivo. O preenchimento desses espaços foi encontrado quando utilizou-se o adesivo, mostrando uma interface mais contínua e homogênea. Para o teste de microcislamento, os resultados não mostraram diferença estatística entre as cerâmicas EST e EMX. Grupos que receberam o adesivo mostraram valores estatisticamente maiores do que o grupo sem adesivo e HF10% e HF15% mostram valores estatisticamente maiores comparados ao HF1% e HF2,5%. Conclusão: A concentração do ácido fluorídrico influenciou na topografia da superfície e nos valores de resistência de união ao microcislamento. O adesivo resultou em maiores valores de união e mostrou-se capaz de criar uma interface

mais homogênea, resultando em interfaces mais “entrelaçadas” e provavelmente essa característica pode fornecer interfaces mais confiáveis.

Palavras-chave: cerâmica, ácido fluorídrico, morfologia/interface de união, resistência de união.

ABSTRACT

The objective on this study was to evaluate the influence of hydrofluoric acid (HF) concentration on the surface/interface morphology, also the microshear bond strength on two types of ceramic: (1) IPS Empress Esthetic (EST), (Ivoclar Vivadent), (2) IPS e.max Press (EMX), (Ivoclar Vivadent), bonded to a resin cement (Variolink II, Ivoclar-Vivadent), with or without application of an unfilled resin (UR) after silane application. Each type of ceramic blocks with 8 mm × 8mm × 2 mm in thickness were separated into 12 groups (n=6), totaling 24 groups, according to the hydrofluoric acid concentration: 1%, 2.5%, 5%, 7.5%, 10% and 15%. Etching time was fixed in 60 seconds for EST and 20 seconds for EMX. All the groups were silanated after etching and the acronym 'UR' on the designated groups received a layer of an unfilled resin after silane application. Characterization of the etching patterns and bonding interfaces was conducted by SEM. For the microshear bond test, resin cylinders were built on the etched ceramic surface, photoactivated during 40 seconds and stored in distilled water during 24 hours, 37°C, for later evaluation in a universal testing machine. The data were submitted to three-way ANOVA and Tukey's test ($p < 0.05$). SEM images showed that poor etching was detected when using HF 1% on EST and EMX groups. HF 2.5% resulted in large remnants of vitreous phase and shallow grooves on ceramic surface. Similar etching patterns were detected for HF 7.5 and 10%. Deep channels were extensively observed on surfaces etched with HF 15%. Unfilled voids underlying the ceramic-resin cement interface were detected in groups that did not received the application of the unfilled resin. Fully completion of the irregularities was detected using unfilled resin. Overall, when both silane and unfilled resin were applied, all groups generally showed more continuously and homogeneous interfaces. For microshear bond test, the results showed no statistical difference among EST and EMX. Groups with unfilled resin showed statistical higher microshear bond values than groups that did not received this treatment and HF10% and HF15% showed statistical higher values compared to HF1% and HF2.5%. Conclusion: Hydrofluoric acid concentration influenced the ceramic topography and microshear bond strength values. Unfilled resin seems to create more homogeneous interfaces and its application was able to infiltrate the unfilled voids beneath the ceramic-resin cement interface, resulting in more entangled interfaces and probably this feature could result in more reliable interfaces.

Keywords: ceramic, hydrofluoric acid, bonding morphology/interface, microshear test.

SUMARIO

1 INTRODUÇÃO	1
2 REVISÃO DA LITERATURA	3
3 PROPOSIÇÃO	36
4 MATERIAL E MÉTODOS	37
4.1 Confeção das amostras cerâmicas	37
4.2 Tratamento da superfície das cerâmicas	40
4.3 Protocolo de cimentação	41
4.4 Confeção das amostras para o teste de microcisalhamento	44
4.5 Teste de resistência de união ao microcisalhamento	46
4.6 Análise da interface de união	47
5 RESULTADOS	48
5.1 Resistência de união ao microcisalhamento	48
5.2 Análise do padrão de fratura	50
5.3 Análise das imagens MEV	52
6 DISCUSSÃO	55
7 CONCLUSÃO	60
REFERÊNCIAS	61

1 - INTRODUÇÃO

A cerâmica para uso odontológico foi desenvolvida pelo químico francês Alex Duchateau e pelo cirurgião-dentista Nicholas Dubois de Chemant, no ano de 1774. Desde então, suas propriedades evoluíram e sua indicação tem aumentado devido às características, como: alta capacidade de mimetização funcional e estética dos tecidos dentais, biocompatibilidade, estabilidade de cor, alta resistência mecânica, radiopacidade e baixa condutibilidade térmica (Höland et al., 2000). Dentre as escolhas por materiais que preencham esses requisitos, destacam-se as cerâmicas prensadas do sistema IPS (Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein). O sistema é composto basicamente por dois tipos de cerâmica: IPS e.max Press, com alto conteúdo cristalino de dissilicato de lítio e pequena quantidade de cristais de ortofosfato de lítio; e o IPS Empress Esthetic, reforçado por cristais de leucita dispersos em fase vítrea (Höland et al., 2000).

Na busca por longevidade clínica e correta distribuição de cargas oclusais para o remanescente dental, além do ajuste oclusal adequada, torna-se vital o correto procedimento de cimentação do elemento cerâmico (Zortuk et al. 2010). A qualidade da união tem relação direta com o tipo da cerâmica envolvida na restauração, assim como as variáveis que influenciam no condicionamento da sua superfície da cerâmica, responsáveis pela criação da rugosidade de superfície, que melhora o contato do material resinoso com a cerâmica (Kukiattrakoon et al., 2007; Naves et al., 2010). Portanto, o tratamento de superfície é necessário quando se deseja obter união entre cimento resinoso e cerâmica (Filho et al., 2004; Brum et al., 2011). Por terem sílica em sua composição, as cerâmicas vítreas são capazes de serem cimentadas adesivamente, sendo que a união química com o cimento resinoso é associada à aplicação prévia do silano, consagrado na literatura por influenciar positivamente na resistência e durabilidade da união (Hayakawa et al., 1992; Hooshmand et al., 2002; Spohr et al., 2003; Della Bona et al., 2004; Nagai et al., 2005; Panah et al., 2008).

Dentre os condicionadores de superfície, destaca-se o ácido fluorídrico (Spohr et al., 2003; Blatz et al., 2003; Panah et al., 2008), indicado para o condicionamento de superfície de cerâmicas vítreas, previamente ao procedimento de cimentação adesiva (Brum et al., 2011; Özcan et al., 2012). Esse ácido possui baixo

tempo de aplicação clínica, baixo custo, grande eficiência na produção das rugosidades superficiais (Güler et al., 2005). O ácido fluorídrico é derivado da reação química entre o $H_2SO_4 + CaF_2 \rightarrow 2HF + CaSO_4$, tendo como produto o HF (Özcan et al., 2012). No entanto, esse ácido possui desvantagens, pois trata-se de um material tóxico, altamente volátil, devendo ser manipulado com cuidado pelo cirurgião-dentista a fim de não provocar lesões nos tecidos moles do paciente, mão do operador, olhos, e quando inalados ou ingeridos, podem causar injúrias no sistema respiratório ou digestivo, respectivamente. A gravidade da lesão está ligada diretamente ao tempo de exposição e concentração do ácido (Özcan et al., 2012). Muito embora não existam relatos de injúrias fatais e severas na literatura odontológica quanto à utilização desse ácido, Trakyal et al., 2009, utilizando ácido fluorídrico (AF) nas concentrações de 9,6 e 5%, verificaram resultados de resistência de união ao cisalhamento semelhantes nessas concentrações, sendo seu uso preferido devido a menor concentração do ácido.

Por essas características, métodos alternativos de tratamento de superfície foram avaliados. Ácidos como o bifluoreto de amônio, flúor fosfato acidulado ou jateamento com partículas de óxido de alumínio, 50 ou 100 μ m, não resultaram em rugosidade de superfície semelhantes ao ácido fluorídrico (Al Edris et al., 1990; Roulet 1995; Canay et al., 2001; Della Bona et al., 2002; Della Bona et al., 2004; Nagai et al., 2005; Kukiattrakoon et al., 2007; Melo et al., 2007) ou valores de resistência de união comparáveis ou maiores (Roulet 1995; Kato et al., 2001; Della Bona et al., 2003; Spohr et al., 2003; Brentel et al., 2007; Torres et al., 2009; Brum et al., 2011; Guarda et al., 2012).

Diante do contexto apresentado, avaliou-se a interface de união cerâmica/cimento resinoso quando menores e diferentes concentrações do ácido fluorídrico são utilizadas no condicionamento de superfície de cerâmicas vítreas, visto a necessidade de condições menos prejudiciais aos profissionais e pacientes durante a prática clínica. Além disso, verificou-se a influência do adesivo após a aplicação do silano, material que possui menor viscosidade comparado ao cimento resinoso e que pode melhorar qualidade da adesão entre essas substâncias e a homogeneidade da interface de união, assim como a resistência de união ao microcisalhamento ao cimento resinoso e análise do padrão de fratura.

2 - REVISÃO DE LITERATURA

Em 1982, Chen *et al* avaliaram o comportamento da silanização das partículas de carga (sílica) quando outros tipos de solventes foram utilizados. Para isso, uma superfície pura (99.8% de sílica) foi confeccionada com 6mm largura x 0,2mm espessura x 1mm comprimento pressionando pó de sílica em um molde de alumínio à pressão de 82 Mpa, durante 10 minutos. A sílica foi submetida à silanização por 2 horas à temperatura ambiente, posteriormente lavada com acetona por 10 minutos e evaporada com um jato de ar antes da análise através do infra-vermelho. A estabilidade da união sílica-silano foi avaliada através da imersão dos espécimes em água durante à 68°C durante 280 horas. Composto resinoso contendo 22,47% de sílica silanizada foi preparada: (1) sílica silanizada, (2) ausência de *n*-propilamina. A adição de 2% de *n*-propilamina no solvente aumentou significativamente a qualidade da união do agente silano. A completa eliminação do radical silanol livre foi alcançada quando utilizado os solventes acetona, *n*-pentano, *n*-hexano, *n*-heptano, xileno ou ciclohexano, todos na presença do *n*-propilamina. Entretanto, quando os espécimes foram deixados em repouso, o radical silanol reapareceu, o qual foi confirmado pela análise em infra-vermelho do grupo da sílica não silanizada quando exposta a determinados solventes. Desse modo, essa condição parece estar relacionada através da interação sílica-solvente. A estabilidade da união sílica-silano reduziu quando os espécimes foram submetidos ao teste de envelhecimento, porém uma menor deterioração foi observada no grupo da sílica silanizada na presença dos solventes *n*-propilamina com *n*-pentano, *n*-hexano, *n*-heptano ou ciclohexano. A resistência biaxial da resina composta com sílica silanizada tratada com propilamina reduziu em pequena quantidade quando foram termocicladadas, enquanto que a resina composta submetida à silanização convencional continuou a decair após 3 semanas de observação. Assim, os autores concluíram que: (1) *n*-propilamina aumentou o poder de silanização da sílica e resultou em maior e melhor estabilidade da união sílica-silano; (2) quando a sílica do grupo com *n*-propilamina foi inserida na resina composta, aumentou consideravelmente a resistência à tração e resistência à degradação pela água.

Em 1990, Al Edris *et al* avaliaram a capacidade de produção de áreas de retenções micromecânicas em três tipos de cerâmicas submetidas ao condicionamento com 3 tipos de ácido. Três cerâmicas foram testadas nesse estudo: Mirage (Mirage Porcelain Systems), Vita VMK (H.Rauter GmbH) e Ceramco II (Johnson & Johnson Co.). Doze amostras em cerâmicas foram confeccionadas medindo 12mm x 12mm x 1mm e separadas em 2 grupos: Grupo 1- os espécimes foram jateados com partículas de óxido de alumínio até a remoção total do glaze; Grupo 2- sem remoção do glaze. Após os tratamento, os grupos foram subdivididos em 3 grupos de acordo com o tipo de ácido utilizado: (1) Super Etch (ácido nítrico, ácido fluorídrico e ácido clorídrico) durante 90 segundos; (2) Stripit (ácido fluorídrico e ácido sulfúrico) durante 2 minutos; (3) gel de flúor fosfato acidulado (fluoreto de sódio, ácido fluorídrico e ácido fosfórico) durante 10 minutos. Os espécimes foram preparados para análise em MEV com aumento de $\times 2000$. O grupo do ácido Super Etch criou fissuras e canais com formas mais eminentes na cerâmica Ceramco, Vita e Mirage, respectivamente. O ácido Stripit produziu padrões de condicionamento semelhantes ao condicionamento com o Super Etch, porém nesse subgrupo os padrões parecem ser mais pronunciados e agressivos. Para o grupo do gel flúor fosfato acidulado, a superfície condicionada apresentou pouca alteração de superfície, com ausência de fissuras e canais amplos e profundos. Por meio desse estudo, os autores concluíram que: Os padrões de condicionamento foram diferentes para as 3 cerâmicas; (2) O ácido fluorídrico em combinação com os outros ácidos produziu padrões de condicionamento similares nas 3 cerâmicas; (3) O gel flúor fosfato acidulado provocou leve alteração superficial nas amostras condicionadas.

Em 1992, Hayakawa *et al* avaliaram a influência das condições de superfície de uma cerâmica odontológica submetida à diferentes tratamentos de superfície, a aplicação ou não de um silano quando submetida ao teste de resistência de união à uma resina composta. Discos de porcelana com 10 mm diâmetro x 2 mm espessura foram fabricadas e submetidas à 3 tratamentos de superfície: (1) Lixados com lixa#1000; (2) Condicionados com ácido fosfórico durante 60 segundos e posteriormente lixados com lixa#1000; (3) Condicionado com ácido fluorídrico por 60 segundos e lixados com lixa#1000. O silano foi aplicado por 30 segundos e evaporado por 10 segundos. No grupo controle não foi submetido à aplicação do silano. Os

espécimes, depois de unidos à resina composta, foram imersos em água durante 1 semana a uma temperatura de 37°C submetidos ao teste de união ao cisalhamento. Os dados foram submetidos à análise de Variância e ao teste de Scheffé's para comparação entre as médias. Os resultados mostraram que o grupo controle, sem aplicação do silano e condicionado com ácido fluorídrico obteve maiores médias de resistência de união com o padrão de fratura mista. O grupo submetido ao condicionamento com ácido fluorídrico e aplicação do silano resultou nas maiores médias de união. O tratamento de superfície da cerâmica não mostrou influência significativa quando foi aplicado silano, com predominância de fratura coesiva. A análise em MEV mostrou que a cerâmica condicionada com ácido fluorídrico promoveu superfície mais rugosa, sendo o grupo com ácido fosfórico apresentando baixo efeito na superfície da cerâmica, e menos influência ainda para o grupo tratado somente com a lixa. Os autores concluíram que o condicionamento com ácido fluorídrico não é necessário para se obter forte união à uma cerâmica quando há a aplicação de um agente de silanização.

Em 1995, Roulet *et al* avaliaram diferentes tratamentos de superfície na cerâmica e como suas variáveis influenciam na qualidade da união cerâmica/compósito. Foram avaliados: (1) Composição do material cerâmico; (2) Método de condicionamento-asperização da superfície; (3) Tratamento com silano; (4) Tratamento térmico do silano; (5) Condições de armazenamento na resistência de união. Três materiais de diferentes composições foram utilizados: (1) Dicor–Dentsply; (2) Mirage–Mirage; (3) Vita Experimental V7–Vita. Três formas de tratamento de superfície foram eleitos: (1) Amostras polidas com lixa abrasiva granulação 600; (2) Amostras jateadas com partículas de óxido de alumínio 50µm; (3) Amostras condicionadas com ácido fluorídrico 10% ou com bifluoreto de amônio 10% durante 90 segundos. Três formas de tratamento com silano foram adotadas: (1) 2,5vol% MPS + 2,5vol% ácido acético misturado com álcool 95vol%; (2) 2,5vol% MPS + 0,5vol% dimetil-paratoluidina + 2,5vol% ácido acético misturado com 94,5vol% etanol; (3) 2,5vol% viniltriclorosilano + 2,5vol% ácido acético misturado com 95% de etanol. Diferentes métodos de tratamento térmico foram analisados: (1) As amostras tratadas com silano foram mantidas em temperatura ambiente durante 60 segundos antes da aplicação do agente adesivo de união; (2) As amostras tratadas com silano foram secas por 60 segundos à temperatura

de $100^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$. Os cilindros cerâmicos foram unidos ao substrato cerâmico através do cimento resinoso dual (Dual Cement). Após cimentados, todos os espécimes foram mantidos durante 24 horas em lugar seco à temperatura ambiente. Após 24 horas, metade dos espécimes foram submetidos ao ensaio de resistência de união ao cisalhamento, enquanto que a outra metade foram mantidas em recipiente com água corrente a 37°C por 12 meses antes de serem submetidas ao ensaio de resistência ao cisalhamento. Os dados foram submetidos à análise de Variância para que fosse analisado os principais efeitos, e 2 ou 3 fatores de interação. Os resultados mostraram que o método de tratamento de superfície (jateamento, condicionamento e lixa abrasiva) influenciaram fortemente no resultado de união, enquanto que o tipo da cerâmica, o menor efeito. Interação significativa entre o material cerâmico e o método de tratamento de superfície foi encontrado, como também para o silano e seu tratamento térmico. O ácido fluorídrico apresentou melhor desempenho quando comparado ao jateamento e lixas abrasivas. O armazenamento em água durante 12 meses não influenciou nos valores de resistência de união para o grupo condicionado com ácido fluorídrico, enquanto os jateados e com lixas abrasivas apresentaram redução de 50 a 75% quando comparado aos que foram armazenados por 24 horas em ambiente seco. O tratamento térmico a 100°C por 60 segundos mostrou valores de resistência de união duas vezes maiores em relação aos grupos sem tratamento térmico do silano. Concluiu-se que os valores de resistência de união foram afetados pelo método de tratamento de superfície da cerâmica, provavelmente sendo o fator chave para o sucesso da união cerâmica/compósito.

Em 1998, Chen *et al* avaliaram os diferentes tempos de condicionamento de um ácido fluorídrico quando utilizados para condicionar uma cerâmica usinada, assim como sua alteração microestrutural, quando unidos à um composto resinoso. Cinquenta e quatro amostras cerâmicas com $10\text{mm} \times 8\text{mm} \times 2,5$ foram fabricados, polidos até a lixa de carbetto de silício n°600 e separados em 6 grupos ($n=9$): Grupo 1: condicionamento ácido fluorídrico 5% por 0 segundos; Grupo 2: condicionamento com ácido fluorídrico 5% por 5 segundos; Grupo 3: condicionamento com ácido fluorídrico 5% por 30 segundos; Grupo 4: condicionamento com ácido fluorídrico 5% por 60 segundos; Grupo 5: condicionamento com ácido fluorídrico 5% por 120 segundos;

Grupo 6: condicionamento com ácido fluorídrico 5% por 180 segundos. Nenhum grupo recebeu a aplicação do silano. Foi utilizado um cimento resinoso dual para cimentação das cerâmicas. Os espécimes, após cimentados, foram armazenados em água por 24 horas, a 37°C, antes de realizar o teste de resistência de união ao cisalhamento. Por meio da análise em MEV mostram diferença microestrutural entre os grupos, sendo evidenciado um aumento na produção de cavidades e irregularidades de acordo com o aumento do tempo de condicionamento. A Análise de Variância mostrou que a resistência de união foi significativamente afetada pelo tempo de condicionamento. Os valores em (Mpa) de cada grupo foram: 1–0 MPa, SD =0; 2–12,3 MPa, SD=11,9; 3–32,3 MPa, SD=6,6; 4–35,9MPa, SD=3,8; 5–44,5 MPa, SD=7,6; 6–41 MPa, SD=8,1. Os autores concluíram que: (1) O aumento no tempo de condicionamento aumentou a rugosidade de superfície da cerâmica; (2) O cimento resinoso não foi capaz de se unir a cerâmica com o grupo que não foi submetido ao condicionamento; (3) Resultados superiores a 30 MPa foram obtidos nos grupos com tempo de condicionamento superiores à 30 segundos.

Em 1999, Meldrum avaliou a potencial toxicidade do fluoreto de hidrogênio. Uma cânula endotraqueal foi inserida em ratos, como sendo uma forma de simular uma eventual exposição dessa substância em seres humanos. Essa substância é capaz de causar danos ao sistema respiratório, fígado, baço, timo, como edema, necrose. Estima-se que a concentração máxima de exposição ao fluoreto de hidrogênio seja de aproximadamente 200 ppm por 60 minutos em seres humanos. Em animais, uma exposição única mostrou uma irritação dos olhos, nariz, trato respiratório e lesões patológicas na pele, olhos, mucosa nasal e pulmões. Os resultados desse estudo estão de acordo com o relatório expedido pelo Órgão de Saúde e Segurança da Inglaterra publicado em 1993, em que ambos são baseados em dados experimentais, seguindo práticas toxicológicas tradicionais.

Em 2000, Höland *et al* analisaram e compararam as propriedades e composições das cerâmicas IPS Empress e IPS Empress 2 através do microscópio eletrônico de varredura. Foram analisadas resistência à flexão, tenacidade à fratura,

resistência à abrasão, estabilidade química e propriedades óticas como translucidez. Para o teste de flexão, foram confeccionadas infraestruturas de IPS Empress e IPS Empress 2, com a cerâmica de recobrimento sinterizadas. Para o teste de flexão foram confeccionadas amostras com 1,2 x 4 x 25 mm. Para o teste de tenacidade à fratura as dimensões das amostras foram 1,5 x 4x 20 mm. Para o teste de abrasão, foi utilizado um simulador de mastigação com cúspides em esmalte como antagonistas. A propriedade ótica de translucidez foi realizada pela relação de contraste, sendo as amostras com dimensões de 16mm de diâmetro e $1 \pm 0,025$ mm de espessura. Para o teste de estabilidade química, as amostras apresentaram $12 \pm 0,2$ mm de diâmetro e $1,6 \pm 0,1$ mm em espessura. As amostras foram imersas em ácido acético 4% e aquecidas em água 80°C por 16 horas. Para analisar o coeficiente térmico de expansão, amostras com 6mm por diâmetro e 26mm de comprimento foram analisadas por dilatômetro. A análise microscópica mostrou que a formação de um cristal único é típico da microestrutura da IPS Empress, sendo a leucita o principal cristal da fase vítrea. Para IPS Empress 2, o dissilicato de lítio é a principal fase cristalina, tendo uma segunda fase em menor quantidade de cristais de ortofosfato de lítio. Para a resistência à flexão, IPS Empress 2 apresentou valor de 400 ± 40 MPa, e o a IPS Empress 112 ± 10 MPa. A tenacidade à fratura da IPS Empress 2 foi de $3,3 \pm 0,3$ MPa \cdot m^{0.5} e a IPS Empress $1,3 \pm 0,1$ MPa \cdot m^{0.5}. A propriedade ótica da IPS Empress 2 foi próxima do IPS Empress, com valor de 0,58 e da dentição natural, sendo classificada como 0,55 (0=100% transparente, 1=100% opaca). O coeficiente de expansão térmica da IPS Empress 2 é de $10,6 \pm 0,25 \cdot 10^{-6}$ K⁻¹(100 – 400°C) e do IPS Empress $15 \pm 0,25 \cdot 10^{-6}$ K⁻¹ (25 – 500°C). A cerâmica IPS Empress 2 apresentou melhor estabilidade química em relação ao IPS Empress, 50µg/cm² e 200µg/cm², respectivamente. Cerâmicas de cobertura utilizadas nas infraestruturas, apresentaram propriedades óticas próximas a dentição natural, sendo capazes de mimetizar a dentina e a incisal das estruturas. A relação de contraste para a cor dentina é de 0,42 para a cerâmica à base de leucita (IPS Empress) e 0,46 para a cerâmica à base de apatita (IPS Empress 2). O resultado de flexão para a cerâmica à base de apatita e a base de leucita foi de 80 ± 25 MPa. O coeficiente de expansão térmica da cerâmica à base de leucita foi de $15,4 \pm 0,25 \cdot 10^{-6}$ K⁻¹(25 – 500°C) e para a base de apatita $\pm 0,25 \cdot 10^{-6}$ K⁻¹(100 – 400°C). Ambas apresentaram ótima estabilidade química, sendo a IPS Empress 20µg/cm² e IPS Empress 2 30µg/cm². Os autores concluíram que as propriedades mecânicas das infraestruturas são superiores para a

cerâmica IPS Empress 2 devido ao seu maior conteúdo cristalino em relação a cerâmica IPS Empress, $70\% \pm 5\text{vol}$ e $35\% \pm 5\text{vol}$, respectivamente. Assim foi possível confeccionar infraestruturas com a cerâmica IPS Empress 2 para próteses fixas de 3 elementos até 2° pré-molar.

Em 2001, Canay *et al* avaliaram a influência de determinados condicionantes ácidos na texturização de uma cerâmica feldspática. Para isso, 24 amostras cerâmicas Ceramco II foram confeccionadas com 7 mm diâmetro x 3 mm espessura e separadas em 3 grupos (n=8): Grupo 1: condicionadas com flúor fosfato acidulado 1,23% por 10 minutos; Grupo 2: condicionadas com ácido fluorídrico 9,5% por 1 minuto; Grupo 3: condicionados com ácido fluorídrico 9,5% por 4 minutos. Posteriormente, 4 amostras de cada grupo foram lavadas com água destilada por 10 segundos e as 4 restantes foram lavadas em ultrassom por 1 minuto. As amostras lavadas com água destilada ou em banho de ultrassom, foram subdivididas em 2 subgrupos (n = 2): com silano; e, com silano. As amostras foram analisadas em MEV, e mostrou que: (1) O flúor fosfato acidulado alterou a superfície da cerâmica, produzindo pequena quantidade de retenção micromecânica, com qualidade em relação ao ácido fluorídrico, mais pronunciado e agressivo; (2) O tratamento com ultrassom removeu da superfície da cerâmica os resíduos do condicionamento, mostrando imagem limpa da superfície rugosa; (3) Fissuras e canais são mais pronunciados no grupo submetido ao condicionamento com ácido fluorídrico por 4 minutos, seguido do ácido fluorídrico 1 minuto e, por último, o flúor fosfato acidulado. A partir desses resultados, os autores concluíram que o condicionamento com ácido fluorídrico por 1 minuto foi capaz de criar uma adequada rugosidade no material, sendo que o condicionamento por 4 minutos é capaz de produzir formas irregulares na superfície cerâmica, o que pode causar concentração de stress nesse ponto; além disso, mantendo o ácido fluorídrico por 4 minutos na cavidade bucal pode ser prejudicial, visto o seu grande potencial de evaporação e toxicidade.

Em 2001, Kato *et al* avaliou a resistência de união entre cerâmica feldspática (VMK 68) e adesivo quando diferentes condições de superfície e tratamento químico foram propostos. Assim, 80 discos cerâmicos foram confeccionados. Vinte amostras foram lixadas até a granulação 1000, sendo o grupo controle. As sessenta amostras restantes foram divididas em 3 grupos (lixados, jateadas com partículas de óxido de alumínio 50µm, ácido fluorídrico 5%) sendo posteriormente subdivididas em 2 subgrupos: os primeiros 20 pares foram tratadas com o líquido A do silano Porcelain Liner M (grupos 2 e 6), 20 amostras tratadas com o líquido B do mesmo silano (grupos 3 e 7) e as últimas 20 amostras tratadas com o líquido A + líquido B (grupos 4 e 8). Os espécimes foram unidos um ao outro por meio de um cimento resinoso e armazenados em água durante 24 horas, 37°C. Amostras foram submetidas à ciclagem térmica entre 4 e 60°C, 100 000 ciclos. Posteriormente, as amostras cicladas e não cicladas foram submetidas ao ensaio de resistência de união e constatou-se que o grupo condicionado com ácido fluorídrico 5% seguido da aplicação do silano (líquido A + líquido B) apresentou os valores de união mais duráveis em comparação aos demais grupos.

Em 2002, Della Bona *et al* analisou a influência de determinados condicionantes de superfície de cerâmica, também como sua composição, nos padrões de condicionamento obtidos. Foram analisados 15 tipos de cerâmica: Vita VMK 95 opaco, Vita Omega opaco, Vita VMK dentina, Vita Omega dentina, Vitadur- α , Vitadur-N core, Vitadur-N dentin, Vita Hi-Ceram, Mirage II Fiber, Mirage, Fortress, Colorlogic, Ceramco II, IPS Classic, Duceram LFC. As amostras cerâmicas foram polidas até pasta diamanta com partículas com 1µm, e submetidas ao tratamento de superfície: condicionamento com ácido fluorídrico 9.6% durante 2 minutos, bifluoreto de amônio durante 1 minuto, flúor fosfato acidulado 4% durante 2 minutos. Posteriormente ao tratamento superficial, todas as amostras foram submetidas à análise qualitativa e quantitativa por meio de análise em: microscopia eletrônica de varredura, imagens de retroespelhamento, difração de raio-X, perfilometria óptica, espectroscopia de comprimento de onda dispersiva baseado na correção de Phi-Rho-Z. Os resultados evidenciaram padrões de condicionamento diferentes para os três condicionantes de superfície utilizados. O ácido fluorídrico produziu porosidades em sua maior parte, o bifluoreto de amônio produziu ranhuras na superfície, sendo que o flúor fosfato

acidulado mostrou uma deposição de precipitado na sua superfície. As cerâmicas para infra-estrutura apresentaram a menor modificação da sua superfície devido ao alto conteúdo de alumina e baixa reatividade química aos ácidos utilizados. Os autores concluíram que a composição da cerâmica influencia na retenção micromecânica produzida pelo condicionamento e que os padrões de condicionamento foram diferentes para os três tipos utilizados, sendo que o ácido fluorídrico produziu padrões mais evidentes comparados ao bifluoreto de amônio e flúor fosfato acidulado.

Em 2002, Shimada *et al* avaliaram os efeitos do jateamento, condicionamento ácido e silano na resistência de união ao microcisalhamento de um cimento resinoso dual à cerâmica vítrea. Blocos cerâmicos foram confeccionados com 15 mm comprimento x 10 mm largura x 1 mm espessura. Os grupos foram divididos em: Grupo 1: somente jateadas com partículas de vidro 30 µm por 30 segundos; Grupo 2: Polidas com lixa de carbetto de silício e pastas diamantadas até granulação de 25 µm; Grupo 3: Condicionamento com ácido fluorídrico 16,8% por 5 segundos; Grupo 4: Condicionamento com ácido fluorídrico 16,8% por 30 segundos; Grupo 5: Mesmo tratamento do grupo 2, seguido da aplicação de ácido fosfórico 40% por 5 segundos.; Grupo 6: Mesmo tratamento do grupo 2, seguido da aplicação de ácido fosfórico 40% por 60 segundos. Metade dos espécimes cerâmicos foram tratados com adesivo auto-condicionante (primer), a outra metade, além do adesivo auto-condicionante, recebeu a aplicação de silano. Cilindros de cimento resinoso com 0,75 mm diâmetro x 0,5 mm altura foram confeccionados sobre a superfície cerâmica tratada, e armazenadas em água, 37°C, por 24 horas. Após esse período, as amostras foram submetidas ao ensaio de de união ao microcisalhamento. Os dados foram analisados pelo teste de variância 2 fatores e múltiplas comparações pelo teste de Fisher. Depois dos testes, as amostras foram avaliadas em MEV para análise do padrão de fratura: A: falha adesiva entre cerâmica e cimento resinoso; B: falha adesiva entre cerâmica e cimento resinoso combinada com falha coesiva em cerâmica; C: falha coesiva em cerâmica combinada com falha adesiva entre cerâmica e cimento resinoso; D: falha coesiva em cerâmica. A Análise de Variância 2 fatores indicou interações significativas entre o primer e o tratamento de superfície. O silano aumentou os valores de resistência de união ao microcisalhamento, com exceção do grupo condicionado com ácido fluorídrico durante

30 segundos. Se o primer foi aplicado juntamente com o silano, o número de falhas tipo B, C e D aumentaram. Quando a superfície foi jateada ou condicionada com ácido fluorídrico por 5 ou 30 segundos, padrões de falha tipo C e D foram mais frequentes. Mais de 50% de falhas adesivas foi encontrada nos grupos polidos ou condicionados com ácido fosfórico durante 5 ou 60 segundos. Os autores concluíram que: (1) O silano, juntamente com a aplicação do primer, pode aumentar a resistência de união ao microcisalhamento entre o cimento resinoso e cerâmica; (2) Não houve diferença nos valores de união entre o grupo condicionado com ácido fluorídrico e jateados.

Em 2002, Hooshmand *et al* estudaram a duração da união através do teste de tração entre um composto resinoso e uma cerâmica submetida a diferentes protocolos de aplicação do silano, com finalidade de eliminar a aplicação do ácido fluorídrico. Amostras de cerâmicas reforçadas por leucita foram confeccionadas e submetidas aos protocolos de aplicação do silano, sendo que para os grupos G1-G7 a superfície da cerâmica foi polida com pasta diamantada 1 μ m: G1: Amostras imersas em solução de silano por 60 segundos e secas com jato de ar por 15 segundos; G2: Amostras imersas em solução silano por 60 segundos e secas em forno a 100°C durante 2 minutos; G3: Silano aplicado com microbrush por 60 segundos e secas com jato de ar por 15 segundos; G4: Protocolo similar ao grupo 3, tratada com calor 100°C por 2 minutos; G5: Protocolo similar ao grupo 3, secos com jato de ar a 50 \pm 5°C por 15 segundos; G6: Protocolo similar ao grupo 5, seguido da lavagem da amostra em água à 80°C por 15 segundos e secas com ar quente por 30 segundos; G7: Com protocolo similar ao grupo 6, aplicando uma fina camada de adesivo utilizando o microbrush antes da aplicação do cimento resinoso. Com a finalidade em comparar a superfície cerâmica, outros 3 grupos foram incluídos no estudo: G8: Jateamento com partículas de óxido de alumínio 50 μ m; G9: Condicionadas com ácido fluorídrico 10% por 2 minutos; G10: Jateadas e condicionadas de forma similar aos grupos 8 e 9. Para cada um desses 3 grupos, o protocolo de tratamento do Grupo 7 foi adotado. Para a análise da durabilidade da união, 6 grupos foram criados e subdivididos em 3 subgrupos: (1) armazenadas em água destilada 37°C por 24 horas, 1 semana, 1 mês e 3 meses; (2) armazenadas em água destilada 37°C por 24 horas e termocicladas 3000 vezes com temperatura entre 5 e 55°C; (3) Armazenadas em água destilada 100°C por 24 horas. OS valores de

resistência à tração (MPa) e o modo de fratura foram: G1:13,7, 30 falhas adesivas e 1 coesiva; G2: 18,5, 19 falhas adesivas e 11 coesivas; G3: 17,8, 16 falhas adesivas e 14 coesivas; G4: 14,8, 21 falhas adesivas e 9 coesivas; G5: 21, 11 falhas adesivas e 19 coesivas; G6: 19,6, 3 falhas adesivas e 27 coesivas; G7: 25,7, 4 falhas adesivas e 26 coesivas; G8: 26,3, 5 falhas adesivas e 25 coesivas; G9: 23,8, 3 falhas adesivas e 27 coesivas; G10: 28,3, 2 falhas adesivas e 28 coesivas. Os resultados da avaliação da durabilidade de união mostraram que para as cerâmicas somente polidas com pasta diamantada 1µm, sem termociclagem e armazenamento em água destilada alterou significativamente a resistência de união à tração. Para as amostras jateadas, condicionadas e jateadas e condicionadas houve aumento gradual na resistência de união a qual foi estatisticamente relevante após 3 meses de armazenamento. O modo de falha para todos os grupos foi predominantemente coesiva no cimento resinoso. Desse modo, os autores concluíram que uma união durável e confiável entre um composto resinoso e uma cerâmica feldspática reforçada por leucita pode ser alcançada, sem a necessidade união micromecânica, somente usando o silano.

Em 2003, Della Bona *et al* avaliaram o padrão de fratura entre uma resina composta e determinadas cerâmicas por meio de testes de resistência de união (Microtração) e análise fractográfica. Cerâmicas de diferentes composições foram avaliadas (IPS Empress-cerâmica vítrea reforçada por leucita; IPS Empress 2-cerâmica vítrea reforçada por dissilicato de lítio) e submetidas a diferentes tratamentos de superfície: (1) Ácido fluorídrico 9,5% por 2 minutos; (2) Fluoreto fosfato acidulado 4% por 2 minutos; (3) Somente aplicação de um agente silano; (4) Ácido fluorídrico 9,5% + Silano; (5) Fluoreto fosfato acidulado 4% + Silano. Todas as amostras receberam a aplicação do adesivo (Scotchbond Multi-Purpose Adhesive) e posteriormente a resina composta (Z100, cor A3, 3M Dental Products) em incrementos de 2mm e fotoativados por 40 segundos. Os blocos cerâmicos foram seccionados e armazenados em água destilada a 37°C, por 30 dias antes do teste de microtração. Os dados foram submetidos à Análise de Variância e pelo teste de múltiplo alcance de Dunn. As amostras fraturadas foram analisadas por um microscópio óptico e pelo MEV para determinar o padrão de fratura e o ponto de origem da falha. Os resultados mostraram uma maior capacidade de produzir rugosidade para o ácido fluorídrico, em relação ao flúor fosfato acidulado,

independente da composição da cerâmica. A cerâmica reforçada por dissilicato de lítio (IPS Empress 2) apresentou maiores valores de união em relação à reforçada por leucita (IPS Empress). O silano atuou de forma positiva nos valores de união, independente da cerâmica. O modo de falha puramente adesivo foi identificada para os grupos: Empress 1 + Fluoreto fosfato acidulado; Empress 1 + Fluoreto fosfato acidulado + Silano; e, Empress 2 + Fluoreto fosfato acidulado. O modo de falha tipo 4 (falha inicia na interface cerâmica-adesivo e se propaga através do adesivo) foi associado aos grupos: Empress 1 + Ácido fluorídrico, Empress 1 + Ácido fluorídrico + Silano e Empress 2 + Ácido fluorídrico + Silano. O modo de falha tipo 5 (falha inicia na interface cerâmica-adesivo e se propaga através do adesivo até atingir a interface resina composta/adesivo) foi associado aos grupos: Empress 1 + Silano e Empress 2 + Ácido fluorídrico. O modo de falha 3 (falha dentro da camada adesiva) foi identificado em 2 amostras do grupo Empress 1 + Silano. Os autores concluíram que a qualidade da união não deve ser analisada somente por testes mecânicos, mas também que seja avaliada o modo de falha.

Em 2003, Spohr *et al* analisaram a influência de determinados tratamentos superficiais e do agente silano quando submetidos ao procedimento de união à cerâmica IPS Empress por intermédio de um cimento resinoso. Cento e vinte amostras cerâmicas foram confeccionadas e divididas em 6 grupos (n=10): Grupo 1: Jateamento com partículas de óxido de alumínio 100 μ m; Grupo 2: Jateamento com partículas de óxido de alumínio 100 μ m + silano (Scotchbond Ceramic Primer); Grupo 3: Jateamento com partículas de óxido de alumínio 50 μ m; Grupo 4: Jateamento com partículas de óxido de alumínio 50 μ m + silano; Grupo 5: Condicionamento com ácido fluorídrico 10% por 20 segundos; Grupo 6: Condicionamento com ácido fluorídrico 10% por 20 segundos + silano. Uma camada do adesivo Single Bond (3MESPE) foi aplicada nas superfícies das cerâmicas. As amostras cerâmicas foram então unidas em pares com cimento resinoso Rely X ARC. O conjunto é armazenado em água a 37°C por 24 horas e posteriormente submetidos à 500 ciclos térmicos entre 5 e 55°C. As amostras foram submetidas ao ensaio de resistência à tração. Os dados foram submetidos à Análise de Variância e ao teste de Tukey (5%). O maior resultado de união foi obtido pelo grupo 6, 25,6 MPa, submetido ao condicionamento com ácido fluorídrico 10% + silano. Para os grupos

tratados pelo jateamento superficial, o grupo com partículas de 50µm (11,8MPa com silano; 5,4MPa sem o silano) produziu melhores resultados do que o grupo de 100µm (8,4MPa com silano; 3,8MPa sem o silano), independente do uso ou não do silano. A partir da análise por MEV, foi possível identificar superfícies com rugosidade maior no grupo submetido ao condicionamento com ácido do que nos grupos jateados. Os autores concluíram que aplicação do silano é eficaz em aumentar a resistência de união à tração; (2) O condicionamento com ácido fluorídrico 10% aumentou a resistência de união à tração; (3) O protocolo ácido fluorídrico 10% + silano proporcionou maior resistência de união.

Em 2003, Blatz *et al* fizeram uma revisão da literatura da união da cerâmica odontológica à materiais resinosos. Artigos em inglês encontrados no PubMed entre os anos de 1966 e 2001 foram analisados e somente 68 artigos foram selecionados para o estudo. As cerâmicas à base de sílica e sua união com materiais resinosos está muito bem documentada na literatura, fortalecendo o uso do condicionamento com ácido fluorídrico nas concentrações entre 2,5 a 10%, por 2 a 3 minutos, seguido da aplicação do silano. Para os materiais cerâmicos de infraestrutura à base de zircônia ou alumina, preconiza-se o jateamento com partículas de óxido de alumínio, com tamanho variando entre 50 a 110µm e posterior cimentação com cimento resinoso modificado contendo monômero fosfatado (MDP) ou o tratamento triboquímico e posterior cimentação com material contendo monômero de Bis-GMA. Poucos estudos *in vivo* sobre as cerâmicas de alta resistência estão disponíveis na literatura, sendo necessário maior quantidade de trabalhos para que se possa realizar recomendações clínicas.

Em 2004, Della Bona e *et al* avaliaram o tratamento de superfície com diferentes ácidos e a influência do silano na adesão da resina à cerâmica IPS Empress 2. Foram analisadas as medidas dos ângulos de contato entre a cerâmica e o material resinoso para que fosse calculada a energia de superfície da amostra e a tensão superficial do cimento. Oitenta amostras com 8 x 15 x 1,5 mm³ foram confeccionadas esubdivididas em 8 grupos (n=10): Grupos 1 e 3: somente polidos; Grupos 2 e 4: condicionados com ácido fluorídrico 9.5% durante 1 minuto; Grupo 5: condicionado

com flúor fosfato acidulado 4% por 2 minutos; Grupo 6: somente aplicação do silano; Grupo 7: condicionado com ácido fluorídrico 9,5% por 1 minuto e aplicação do silano; Grupo 8: condicionado com flúor fosfato acidulado 4% por 2 minutos e posteriormente silanizados. As medidas dos ângulos de contato foram calculadas através da interação substrato-água de alta pureza e resina (65% BisGMA – 35% TEGDMA). Análise de Variância de 2 fatores foi utilizado para determinar a influência do líquido-resina e ácido fluorídrico nos ângulos de contato (grupos 1-4), e para determinar o efeito do condicionamento da cerâmica e silanização nas mensurações dos ângulos de contato com a resina (grupos 3-8). Análise de Variância de 1 fator foi realizado para verificar o efeito do condicionamento e silanização separadamente. O material resinoso apresentou menor adesão do que a água, sendo que a silanização promoveu menor adesão do que as superfícies não silanizadas. A análise topográfica das amostras mostrou que o ácido fluorídrico 9,5% produz maior efeito condicionante do que o flúor fosfato acidulado 4%, mas o silano foi capaz de revestir completamente as superfícies condicionadas. Os autores concluíram que asperizar a superfície através do condicionamento com ácido fluorídrico e subsequente aplicação do silano promove maiores valores de resistência de união e as superfícies cerâmicas silanizadas apresentaram menor energia de superfície e não melhoraram a união com o líquido resinoso pela adesão.

Em 2004, Filho *et al* realizaram diversos tratamentos superficiais em uma cerâmica de dissilicato de lítio e avaliou a resistência de união à microtração quando uma resina composta foi aderida na sua superfície. Quatro blocos cerâmicos medindo 7 x 7 x 5mm foram confeccionados, submetidos ao acabamento com lixas de carbetto de silício n°600 seguido por jateamento com partículas de alumínio 50µm, e separados em 4 grupos: Grupo 1: condicionamento com ácido fluorídrico 9,5% por 20 segundos + aplicação do silano por 3 minutos; Grupo 2: somente aplicação do silano por 3 minutos; Grupo 3: ácido fluorídrico 9,5% por 20 segundos; Grupo 4: sem tratamento. Uma camada do adesivo Scotchbond MP (3M ESPE) foi aplicado em todas as amostras, e fotoativado por 20 segundos. Em seguida, 4 camadas, 1mm cada, a resina composta (Z250, 3M ESPE) foi aplicada e fotoativada por 40 segundos cada camada. Após a união, as amostras foram armazenadas em água destilada por 24 horas a 37°C. Os blocos cerâmicos + resina composta de cada grupo foram cortados de tal forma que

resultasse, em média, 36 palitos/grupo. Os resultados em MPa de cada grupo foram: Grupo 1: 56,8, SD = $\pm 10,4$; Grupo 2: 44,8, SD = $\pm 11,6$; Grupo 3: 35,1, SD = $\pm 7,7$; Amostras do grupo 4 quebraram quando eram cortados, sendo assim eliminados do estudo. A Análise de Variância de 1 fator revelou que a resistência de união foi significativamente afetada pelo tratamento de superfície. O teste comparativo de Bonferroni mostrou que o Grupo 1 obteve maiores resultados de união em relação ao grupo 2, e o Grupo 2 melhores resultados do que o Grupo 3, sendo o silano classificado como o agente responsável pelos melhores resultados do Grupo 1. A análise pelo MEV mostrou que o Grupo 1 e 3 exibiram, na maior parte, falhas mistas, enquanto o Grupo 2 apresentou predominantemente falhas adesivas. Os autores concluíram que o silano foi fator significativo nos resultados de resistência de união; combinação ácido fluorídrico + silano resultou nos melhores resultados de união à microtração; (3) O jateamento em si não produziu resultados de união satisfatórios.

Em 2004, Shen C *et al* avaliaram a forma de secagem após a aplicação do agente silano e suas consequências quando submetidos à testes de resistência de união. Amostras cerâmicas foram confeccionadas com a cerâmica IPS Empress - infra-estrutura; Eris-cobertura e separadas em 8 grupos, sendo 4 com protocolos diferentes de tratamento superficial previamente à aplicação do silano e 2 protocolos de silanização: (1) amostras do grupo controle polidas até lixa de carbetto de silício 1200 de granulação; (2) jateadas com partículas de óxido de alumínio 50 μ m; (3) condicionamento com ácido fluorídrico 5% por 2 minutos; (4) combinação entre jateamento e condicionamento com ácido fluorídrico. O procedimento adotado após a silanização, por 1 minuto em repouso, foi: (1) Secagem com ar comprimido a temperatura ambiente; (2) secagem com ar quente 45 \pm 5°C) por 2 minutos. Todas as amostras receberam aplicação do adesivo e foram fotoativados por 20 segundos. Em seguida, a resina composta foi adicionada em incrementos de 1,5mm de espessura e fotoativadas por 40 segundos, até a altura de 18mm. As amostras foram seccionadas e armazenadas em água destilada a 37°C por 3 semanas. As amostras seccionadas foram submetidas ao ensaio de resistência à tração e os resultados submetidos à Análises de Variância e ao teste de Tukey (5%). Os resultados em MPa e desvio padrão foram: (1) Jateadas + condicionadas–Secagem ar quente: Eris 18,8 (3,9), IPS Empress 28,7 (4,4); (2) Jateadas + condicionadas–Secagem

temperatura ambiente: Eris 15,8 (4,3), IPS Empress 23,2(6.8); (3) Condicionadas–Secagem ar quente: Eris 18(6,7), IPS Empress 22,7(5); (4) Condicionadas–Secagem temperatura ambiente: Eris 9,9 (2,6), IPS Empress 17,1(3,7); (5) Jateadas–Secagem ar quente: Eris 20,4 (7.1), IPS Empress 22,6 (4,8); (6) Jateadas–Secagem temperatura ambiente: Eris 11.9 (5,4), IPS Empress 14 (4); (7) Polidas–secagem ar quente: Eris 17,8 (6,2), IPS Empress 14,8 (4,5); (8) Polidas–secagem temperatura ambiente: Eris 11,4 (5,4), IPS Empress 9,3 (2,8). Os autores do estudo concluíram que a secagem com ar quente foi eficaz em aumentar os valores de resistência de união. O padrão de fratura predominante nos grupos que utilizou ar quente foi coesivo na resina composta, sendo em menor quantidade para o grupo em que foi adotado a temperatura ambiente.

Em 2005, Guler *et al* avaliou a influência do tratamento de superfície de cerâmicas feldspáticas e resina composta. Portanto, 108 blocos de cerâmica feldspática foram confeccionadas e divididas em 9 grupos: aplicação do silano, condicionamento com ácido fluorídrico 9.6% durante 2 minutos, jateamento com partículas de óxido de alumínio 50 e 100 μm e a combinação desses tratamentos. O adesivo Prime&Bond NT foi aplicado sobre a superfície e fotopolimerizado durante 20 segundos. Uma resina composta microhíbrida foi condensada em um molde de 5 mm de diâmetro para a confecção das amostras para cisalhamento. Os espécimes foram armazenados durante 24 horas em água destilada a 37°C antes do ensaio mecânico. O menor valor de união foi encontrado para o grupo somente tratado com silano e os maiores valores para o grupo condicionado com ácido fluorídrico + silano e para o grupo jateado com partículas de óxido de alumínio 50 μm + ácido fluorídrico + silano. Os autores concluíram que o silano foi capaz de aumentar os valores de resistência de união, sendo que o tratamento superficial somente com ácido fluorídrico, ou jateamento com partículas de óxido de alumínio, 50 ou 100 μm , não forneceram resultados de união satisfatórios. A combinação do jateamento com partículas de 50 μm + ácido fluorídrico + silano resultou nos maiores valores de união.

Em 2005, Taskonak *et al* avaliaram o desempenho clínico durante 2 anos de restaurações cerâmicas à base de dissilicato de lítio, sendo coroas totais pura (IPS

Empress 2) e próteses parciais fixas (IPS Empress 2). Um total de 20 coroas e 20 próteses parciais fixas foram avaliadas em 15 pacientes (3 homens e 12 mulheres). Os preparos coronários foram padronizados, sendo a redução oclusal de 2mm e o término em ombro com 1,5mm de espessura. A superfície da cerâmica foi condicionada com ácido fluorídrico 5% por 60 segundos e posteriormente silanizados por 60 segundos. O substrato dentário preparado foi condicionado com ácido fosfórico 37% por 30 segundos, lavado e o excesso de água foi evaporado. Um agente de união adesiva foi aplicado no dente e na cerâmica e em todos os casos utilizou-se um cimento resinoso (Variolink II). Após a inserção da prótese, todo o excesso de cimento foi removido e a fotoativação foi realizada por 60 segundos em cada face. Todos os ajustes oclusais foram realizados após a cimentação. Todos os procedimentos foram realizados pelo mesmo operador. O critério da Saúde Dental Pública do Estados Unidos foi utilizado para avaliar a qualidade das restaurações. Cada restauração foi avaliada 2 dias após a cimentação, 1 ano e 2 anos, sendo classificadas em Alfa, Bravo e Charlie por meio da análise clínica e fotográfica. Das 20 próteses parciais fixas, 50% foram classificadas como satisfatórias e 100% das coroas como satisfatórias no período de 2 anos. 40% das fraturas ocorreram nos conectores das próteses parciais fixas, sendo que não houve diferença significativa nos períodos de análise quando os critérios foram: forma anatômica, cárie (Alfa) e sensibilidade. No entanto, a integridade marginal decaiu (85% Alfa 1 ano – 54% Alfa 2 anos). Nenhum tipo de fratura foi observado nas coroas unitárias. A adaptação marginal na avaliação inicial foi 70% Alfa, sendo no 1º ano pós-cimentação um score de 40% Alfa, e no final do 2º ano 25% Alfa. As coroas não foram associadas com cárie secundária, sendo a sensibilidade classificado como 100% Alfa na última avaliação. Não houve diferença nas 3 avaliações com relação ao índice de placa e gengival, tanto para as coroas unitárias como para as parciais fixas. Os autores concluíram que o desempenho clínico satisfatório pode ser alcançado com coroas unitárias. As próteses parciais fixas possuem alta tendência de fratura na região dos conectores.

Em 2005, Nagai *et al* avaliaram as características de união de uma cerâmica à base de dissilicato de lítio (IPS Empress 2) aos agentes cimentantes. Duzentos e quarenta pares de discos cerâmicos com 2 medidas: 120 pares com 7mm diâmetro–3mm

espessura; e 120 pares com 5mm diâmetro–2 mm de espessura) foram confeccionadas e polidas até a lixa de carvão de silício 2000 com água. Foram criados 3 grupos de pares de discos cerâmicos de acordo com o tratamento de superfície: (1) Ácido fosfórico foi aplicado por 60 segundos; (2) Ácido fluorídrico aplicado por 20 segundos; (3) Jateamento com partículas de alumina (Multiblaster) por 10 segundos a pressão de 0,3MPa e distância de 20mm. Posteriormente, cada grupo foi separado em 4 subgrupos: (i) união com o cimento resinoso Variolink II, (ii) tratado com silano Monobond-S e cimentado com o Variolink II, (iii) união com o adesivo acrílico Super-Bond, (iv) tratado com primer Porcelain Liner M e cimentado com o adesivo acrílico Super-bond. Cada subgrupo contendo 20 pares de discos cerâmicos foi subdividido em 2 grupos para posterior termociclagem: 10 pares não foram termociclados e mantidos imersos em água a uma temperatura de 37°C por 24 horas antes de serem testados; 10 pares termociclados alternando-se a temperatura 5 e 55°C, sendo cada intervalo de 1 minuto por ciclagem em um total de 100.000 ciclos. Entre as 3 superfícies submetidas ao tratamento, o ácido fluorídrico foi o mais eficaz em reforçar a resistência de união dos 2 agentes cimentantes, especialmente para os grupos não silanizados. A aplicação do silano primer elevou a resistência de união dos 2 cimentos resinosos, independentemente do método de preparo da superfície. Redução na resistência de união após termociclagem foi observada para todos os grupos em que não foi aplicado o silano. Dois grupos apresentaram maiores valores de resistência de união após a termociclagem: O ácido fluorídrico-Monobond S com Variolink II e jateamento com partículas de alumina–Monobond S com Variolink II. Os autores concluíram que para ambos os cimentos resinosos, uma união durável com a cerâmica IPS Empress 2 pode ser alcançada através da combinação com ácido fluorídrico com o silano primer adequado, sendo que o melhor resultado foi obtido com o Monobond-S e Variolink II.

Em 2006, Pisani-Proença *et al* avaliaram a influência de 2 tratamentos superficiais na cerâmica e a resistência de união à 3 cimentos resinosos. Foram confeccionados 18 amostras da cerâmica IPS Empress 2 com 5 x 6 x 8mm, copiados e reproduzidos em blocos de resina composta Tetric Ceram. As amostras foram separadas em 2 grupos (n=9): (1) Sem tratamento superficial (controle); (2) Condicionamento com ácido fluorídrico 5% por 20 segundos + aplicação do silano por 1 minuto. Em seguida,

os blocos de resina composta foram cimentados na superfície da cerâmica tratada ou não, com os cimentos resinosos, auto-adesivo RelyX Unicem, Multilink e Panavia F. Após a cimentação, as amostras foram armazenadas por 7 dias em água destilada a 37°C. Os blocos foram cortados e obtidos 25 palitos com área de 1mm². Os palitos foram submetidos à 5.000 ciclos térmicos com temperaturas variando de 5 e 55°C e submetidos ao teste de resistência à microtração. Os dados foram submetidos à Análise de Variância de 2 fatores e comparação múltipla de Tukey, e mostraram que a superfície da cerâmica condicionada com ácido fluorídrico + silano apresentou em maiores resultados de resistência de união, independente do tipo de cimento resinoso utilizado (RelyX Unicem–18,8 ± 3,5; Multilink–17,4 ± 3; Panavia F 15,7 ± 3,8); para o grupo sem tratamento de superfície, os valores de união para RelyX Unicem foram os maiores (9.6 ± 1.9); Multilink (6.2 ± 1.2) e Panavia F (7.4 ± 1.9). Os autores concluíram que a associação condicionamento ácido + silano proporcionou maiores valores de resistência de união quando o cimento resinoso auto-adesivo foi aplicado, o que contraria a proposta pelo fabricante, que diz não ser necessário nenhuma forma de tratamento superficial da cerâmica para a realização da união entre cerâmica e material resinoso

Em 2007, Brentel *et al* avaliaram a influência de diferentes tratamentos de superfície, também como a aplicação ou não de um agente silano na durabilidade da resistência de união entre uma cerâmica feldspática e um cimento resinoso. Trinta e dois blocos de cerâmica foram aleatoriamente separados em 4 grupos de acordo com o tipo do ácido utilizado (ácido fluorídrico 10% durante 1 minuto ou flúor fosfato acidulado 1.23% durante 5 minutos) e com ou sem a aplicação do silano. Os blocos cerâmica/cimento resinoso foram armazenados durante 24 horas em água destilado a 37°C antes de serem seccionados. Os palitos obtidos foram divididos nos seguintes grupos: armazenagem em ambiente seco, termociclagem 12 000 ciclos + 150 dias de armazenagem em água destilada, ou imediatamente testados. Os resultados do teste de microtração mostraram maiores valores de resistência de união nos grupos armazenados a seco e termocicladados quando a cerâmica foi condicionada com ácido fluorídrico e silanizados. Quando o silano não foi aplicado, os grupos tratados com ácido fluorídrico e flúor fosfato acidulado resultaram nos menores valores de união comparado aos grupos silanizados após armazenagem e água e termociclagem. Os

autores concluíram que a aplicação do silano melhora significativamente os valores de resistência de união à microtração; a termociclagem seguida do armazenamento em água durante 150 dias reduziu os valores de resistência de união nos grupos que não receberam a aplicação do silano, sendo que nos grupos silanizados esses valores não diminuíram e que o tratamento com ácido fluorídrico e flúor fosfato acidulado e aplicação do silano não resultaram em falhas de união durante a secção dos espécimes para microtração ou durante à termociclagem.

Em 2007, Kukiattrakoon *et al* avaliaram a influência dos tempos de condicionamento do gel de flúor fosfato acidulado (APF) na resistência de união ao cisalhamento em uma cerâmica com alto conteúdo de leucita (Empress 1). Cento e vinte amostras cerâmicas foram confeccionadas com 12mm diâmetro x 1.5 espessura e separadas em 12 grupos (n=10): Grupo C: grupo controle, não houve tratamento superficial da cerâmica; Grupo APF 1 à APF 10: tempo de condicionamento com APF 1,23% em intervalos de 1 minuto para cada grupo, variando de 1 minuto a 10 minutos; Grupo HF: condicionado com ácido fluorídrico 9,6% por 4 minutos. Todas as amostras receberam a aplicação do silano (Monobond-S, Ivoclar Vivadent). Em seguida foi aplicado o sistema adesivo Scotchbond MP (3M ESPE) unidos à resina composta Z250 (3M ESPE), armazenados em 100% de umidade por 24 horas a 37°C, após foram submetidos ao ensaio de resistência de união ao cisalhamento. Os dados foram submetidos à Análises de Variância de 1 fator e ao teste de Tukey. Os resultados mostraram que o grupo controle apresentou os menores valores de resistência de união: 7,61MPa. O grupo ácido fluorídrico produziu a maior média de resistência de união ao cisalhamento: 17,64 MPa. Os valores de resistência de união para os grupos condicionados com o APF 1,23% obtiveram resultados crescentes de acordo com o aumento do tempo de condicionamento, sendo que para os grupos APF7-APF10 não diferiu estatisticamente do grupo condicionado com ácido fluorídrico. Os autores concluíram que os valores de resistência de união dos grupos APF7-APF10 não diferiram significativamente do grupo condicionado com ácido fluorídrico 9,6% por 4 minutos.

Em 2007, Addison *et al* se avaliaram o impacto de diferentes concentrações de ácido fluorídrico e períodos de condicionamento na resistência à flexão bi-axial de uma porcelana feldspática de baixa fusão. Discos de cerâmica foram confeccionados com dimensões de 15mm de diâmetro e 0,9mm de espessura de acordo com as recomendações do fabricante. O impacto da concentração do ácido e do tempo de condicionamento foi examinado pela distribuição aleatória dos discos cerâmicos em 10 grupos (n=30) (A-J). Grupo A - grupo controle, a cerâmica não recebeu nenhum tipo de condicionamento; grupos B-J foram condicionados com ácido fluorídrico com 3 diferentes concentrações em 3 diferentes tempos de condicionamento: Grupos B-D – condicionamento com ácido fluorídrico 5% por 45, 90 e 180 segundos; Grupos E-G – condicionamento com ácido fluorídrico 10% por 45, 90 e 180 segundos; Grupos H-J – condicionamento com ácido fluorídrico 20% por 45, 90 e 180 segundos. Um perfilômetro de contato foi utilizado para caracterizar a rugosidade superficial (R_a) dos discos cerâmicos após a exposição ao jateamento com as partículas de alumina. Redução na resistência à flexão bi-axial foi verificada comparando-se o grupo controle com os grupos submetidos ao condicionamento com ácido fluorídrico. Os tempos de condicionamento 45, 90 e 180 segundos não influenciaram significativamente na resistência bi-axial das amostras. O grupo H (20% ácido fluorídrico por 45 segundos) promoveu decréscimo na média da resistência bi-axial quando comparada às outras concentrações, 5 e 10%, no mesmo período. Os grupos condicionados por 90 segundos nas concentrações 5 e 10% não apresentaram diferenças estatística significativa na resistência bi-axial, porém quando condicionadas na concentração de 20%, houve decréscimo na resistência bi-axial. Nenhuma diferença estatística significativa foi observada no grupo condicionado por 180 segundos nas concentrações de 5, 10 e 20%. A perfilometria demonstrou aumento na rugosidade superficial após condicionamento com ácido fluorídrico e aumento na rugosidade associado ao aumento da concentração de ácido fluorídrico. Os autores concluíram que houve redução significativa na resistência bi-axial da cerâmica feldspática em função da ação do ácido fluorídrico e que modificações da natureza das falhas intrínsecas das cerâmicas é em função do tempo de condicionamento e concentração do ácido fluorídrico.

Em 2007, Melo *et al* analisaram a influência do tratamento de superfície de uma cerâmica feldspática reforçada por leucita quando submetida à protocolos de reparo. Dentro da proposta, realizou-se ensaio de microtração entre a cerâmica e o composto resinoso. Foram confeccionadas 10 amostras cerâmicas com 6 x 6 x 6 mm, sendo separadas em 2 grupos (n=5): G1: aplicação do ácido fluorídrico 10%, por 2 minutos + aplicação do silano por 30 segundos; G2: jateamento triboquímico com sistema CoJet, utilizando partículas de óxido de sílica 30µm, por 20 segundos + aplicação do silano por 5 minutos. Após o tratamento, foi aplicado o adesivo Single Bond (3M/ESPE) e fotoativado por 40 segundos. Incrementos da resina composta Z250 foram aplicados sobre a superfície da cerâmica até atingir 6 mm de altura. As amostras foram armazenadas por 7 dias em água destilada a 37°C e submetidos ao ensaio de resistência à microtração. Os dados foram submetidos ao teste t de Student. Para o grupo G1, a média foi de $10,19 \pm 3,1$ MPa, enquanto para o grupo G2 foi de $10,17 \pm 3,1$ MPa. Os autores concluíram que o tratamento triboquímico proporcionaram valores de resistência de união entre a resina composta de reparo e a cerâmica feldspática reforçada por leucita similares ao condicionamento com ácido fluorídrico 10%.

Em 2008, Panah *et al* avaliaram a influência de diferentes tratamentos superficiais por meio do teste de microcissalhamento quando uma resina composta foi fotoativada através de uma cerâmica de dissilicato de lítio. Dezesesseis amostras cerâmicas com dimensões de 7 x 7 x 1 mm foram confeccionadas e separadas em oito grupos (n=10): Grupo NT: sem tratamento superficial; Grupo A1: Jateadas com partículas de óxido de alumínio 50µm a distância de 10mm por 15 segundos ; Grupo HF: Ácido fluorídrico 9,6% aplicado por 30 segundos; Grupo S: aplicação do silano Monobond-S deixado evaporar durante 3 minutos; Grupo AIHF: jateamento seguido da aplicação do ácido fluorídrico; Grupo AIS: jateamento seguido da aplicação do silano; Grupo HFS: aplicação do ácido fluorídrico seguido da aplicação do silano; Grupo AIHFS: jateamento, aplicação do ácido fluorídrico seguido da aplicação do silano. Após o tratamento superficial, cada amostra recebeu a aplicação do adesivo Heliobond e fotoativado por 20 segundos. Antes da fotoativação, cilindros plásticos de 0,8mm de diâmetro e 0,5 de espessura foram posicionados sobre as amostras e fotopolimerizados. Em seguida, a resina composta Tetric Ceram foi aplicada nos cilindros plástico e

fotoativada por 40 segundos. Dez amostras da resina composta foram feitas em cada amostra cerâmica. Após o ensaio de resistência ao cisalhamento, as amostras foram analisadas no microscópio eletrônico de varredura para análise de fratura, sendo classificada como: Modo 1: adesiva (fratura no compósito ou cerâmica e a outra parte permaneceu somente o adesivo); Modo 2: coesiva na camada de adesivo; Modo 3: coesiva na resina composta ou coesiva na cerâmica; Modo 4: falha mista. Os resultados de resistência ao cisalhamento em MPa + desvio padrão foram: Grupo NT: 4,10(3,06)^a; Grupo AI: 7,56 (4,11)^a; Grupo HF: 14,04(2,6)^b; Grupo S: 14,58 (2,14)^b; Grupo AIHF: 15,56 (3,36)^b; Grupo AIS: 23,02 (4,17)^c; Grupo HFS: 24,7 (4,43)^c; Grupo AIHFS: 26 (3,71)^c. A Análise de Variância de 1 fator mostrou que a resistência ao microcisalhamento foi significativamente afetada pelo tratamento de superfície. O teste comparativo Dunnet T3 revelou que o grupo AIHFS, HFS e AIS obtiveram os maiores valores de resistência de união e não diferiram entre si. Os valores para os grupos S, HF e AIHF não foram estatisticamente diferentes. O grupo sem tratamento superficial resultou no menor valor e não foi estatisticamente diferente do grupo somente jateado. Os grupos AI, HF e AIHF resultaram em falhas do tipo 1 e 4; nos grupos S, AIS, HFS e AIHFS falhas do tipo 2 e 4; e para o grupo sem tratamento superficial falha do tipo 1. Os autores concluíram que o método de tratamento superficial influencia na resistência de união. O grupo que foi jateado, seguido da aplicação do ácido fluorídrico e aplicação do silano obteve os maiores valores de resistência de união.

Em 2009, Torres et al avaliaram a resistência ao microcisalhamento entre diferentes composições cerâmicas submetidas à diferentes tratamentos de superfície a um cimento resinoso. Foram confeccionadas amostras de acordo com as recomendações do fabricante de 4 tipos de cerâmicas: IPS Empress 2 (Ivoclar-Vivadent), Cergogold (Degudent), InCeram Alumina (Vita) e Cercon (Degudent). Após a confecção, as amostras foram separadas em 3 grupos (n=3): Grupo I—sem tratamento de superfície; Grupo 2—condicionado com ácido fluorídrico 9,5% (20 segundos—IPS Empress 2, 60 segundos Cergogold e 2 minutos In-Ceram Alumina e Cercon); Grupo 3 – jateamento com partículas de óxido de alumínio 50µm por 15 segundos a distância de 4mm das amostras. Todas as amostras receberam a aplicação do silano ClearFil Porcelain Bond (Kuraray) e posteriormente foram unidos ao cimento resinoso (Panavia F; Kuraray).

Três amostras adicionais foram confeccionadas para análise em MEV para cada tipo de tratamento de superfície. Os dados foram submetidos a Análise de Variância de 2 fatores ao teste Tukey post-hoc (5%) e mostraram que o tratamento de superfície influenciou nos valores de resistência ao microcisalhamento, sendo o maior valor encontrado para IPS Empress 2 submetido ao condicionamento com ácido fluorídrico e o menor valor para a cerâmica Cercon submetida ao condicionamento com ácido fluorídrico. Os resultados de microscopia revelaram que o jateamento com as partículas de óxido de alumínio 50 μ m alteraram a topografia de todas as composições cerâmicas, sendo que esse tipo de tratamento resultou no melhor resultado de união para a cerâmica Cercon. Os autores concluíram que o ensaio de resistência de microcisalhamento mostrou que o jateamento com partículas de óxido de alumínio melhorou os valores de união entre o cimento resinoso e as cerâmicas. O ácido fluorídrico não foi eficiente na cerâmica Cercon, entretanto para as cerâmicas IPS Empress 2 e Cergogold mostrou-se eficiente.

Em 2009, Trakyal *et al* analisaram o efeito de diferentes silanos e concentrações de ácido fluorídrico na resistência de união ao cisalhamento sobre superfície cerâmica. Oitenta amostras de cerâmica feldspática com dimensões de 10 mm de diâmetro e 2 mm de espessura foram confeccionados e armazenados por 30 dias em água deionizada e posteriormente submetidas a ciclagem. Após a ciclagem, as amostras foram armazenadas por 6 semanas, e submetidas aos tratamentos de superfície. As amostras foram separadas em 4 grupos (n = 20): Grupo 1: Jateamento com partículas de óxido de alumínio com 50 μ m, por 5 segundos + ácido fluorídrico 9,6% por 120 segundos + aplicação do silano Pulpdent por 60 segundos + adesivo Unite (3M Unitek); Grupo 2: Jateamento por 5 segundos + ácido fluorídrico 9,6% por 120 segundos + aplicação do silano Reliance + adesivo Unite ;Grupo 3: Jateamento por 5 segundos + ácido fluorídrico 5% por 120 segundos + aplicação do silano Pulpdent por 60 segundos + adesivo Unite; Grupo 4: Jateamento por 5 segundos + ácido fluorídrico 5% por 120 segundos + aplicação do silano Reliance por 60 segundos + adesivo Unite. Todas as amostras foram armazenadas por 1 semana e submetidas à termociclagem. Os resultados (MPa) dos grupos 1-4 junto com o desvio padrão foi de 5,515 \pm 1,191; 6,549 \pm 0,002; 4,551 \pm 1,937; 6,39 \pm 0,455 respectivamente. O menor valor de resistência de união foi

para o grupo do ácido fluorídrico 5% + silano Pulpdent e o maior valor para o grupo com aplicação do ácido fluorídrico 9,6% + silano Reliance. Os resultados do teste não-paramétrico Kruskal-Wallis mostraram diferença estatística significativa. Os autores concluíram que o ácido fluorídrico 5% pode ser uma alternativa ao ácido fluorídrico 9,6%, pois não houve diferença estatística; O silano Reliance foi superior ao Pulpdent.

Em 2010, Fabianelli *et al* avaliaram diferentes métodos de tratamento de superfície de uma cerâmica feldspática quando submetida ao teste de resistência de união à resina composta. Vinte e quatro amostras cerâmicas (IPS Empress) foram confeccionadas, e subdivididas em 4 grupos (n = 6): G1- ácido fluorídrico 9,5% por 1 minuto + aplicação do silano, por 1 minuto e secagem por 30 segundos; G2- aplicação do silano por 1 minuto e secagem por 30 segundos; G3- ácido fluorídrico 9,5% por 1 minuto + aplicação do silano por 1 minuto e secagem através de ar quente (100°C) por 1 minuto; G4- aplicação do silano por 1 minuto e secagem com ar quente (100°C) por 1 minuto. Após a aplicação do silano, um adesivo foi aplicado e fotoativado por 20 segundos, seguida à aplicação da resina composta em incrementos de 2mm e fotoativados por 20 segundos para cada incremento. Os blocos cerâmicos + resina composta foram seccionados e submetidos ao ensaio de microtração. Os dados foram submetidos ao teste de Kruskal-Wallis e pelo teste de múltiplo alcance de Dunn. A média dos resultados de união (Mpa) e o desvio padrão foram respectivamente: G1- 22,8(± 4,3); G2- 18,5(± 5,8); G3- 27,8(± 4,7); G4- 28,5(± 5,7) mostraram que os grupos 3 e 4 foram semelhantes e grupos 1 e 2 diferentes dos demais e entre si. A análise do padrão de fratura mostrou que os grupos 1, 3 e 4 apresentaram fratura coesiva no cimento resinoso e o grupo 2 fratura adesiva. Como conclusão, os autores afirmaram que a secagem com ar quente melhorou significativamente os resultados de resistência de união.

Em 2010, Naves *et al* avaliaram a influência de diferentes tempos de condicionamento e sua consequência na resistência de união de um material resinoso à cerâmica vítrea, com a aplicação ou não do adesivo. Setenta e duas amostras da cerâmica IPS Empress Esthetic com 6 mm diâmetro x 1 mm espessura foram confeccionadas e separadas em 12 grupos (n=6): G1/G7: condicionamento com ácido fluorídrico 10% por 10 segundos; G2/G8: condicionamento com ácido fluorídrico 10%

por 20 segundos; G3/G9: condicionamento com ácido fluorídrico 10% por 40 segundos; G4/G10: condicionamento com ácido fluorídrico 10% por 60 segundos; G5/G11: condicionamento com ácido fluorídrico 10% por 120 segundos e G6/G12: condicionamento com ácido fluorídrico 10% por 60 segundos + reaplicação do ácido por 60 segundos. Todos os grupos após o condicionamento foram silanizados porém somente os grupos G7 a G12 receberam a aplicação do adesivo hibróforo Scotchbond Bond MP (3MESPE). Cada amostra cerâmica foi submetida ao ensaio de resistência ao microcissalhamento, utilizando-se o cimento resinoso Variolink II. Três amostras cerâmicas foram confeccionadas: Duas foram unidas uma à outra seguindo o protocolo de cada grupo para análise da interface de união, e a amostra restante foi condicionada pelos determinados tempos para análise morfológica no MEV. Os resultados de microcissalhamento foram, em MPa + desvio padrão: G1: 19,4 ± 3,5; G2: 22,3 ± 5,1; G3: 22,2 ± 3,2; G4: 17,8 ± 2,1; G5: 15,3 ± 3,0; G6: 14,3 ± 1,8; G7: 17,4 ± 4,8; G8: 21,3 ± 2,1; G9: 21,1 ± 2,3; G10: 24,7 ± 5,8; G11: 20,4 ± 2,2 ; G12: 18,5 ± 4,6. O maior resultado de união foi para o grupo submetido ao tratamento ácido por 60 segundos + silano + adesivo, justificado pela análise da interface sendo como a mais homogênea e sem a presença de espaços não preenchidos. Os grupos que receberam a aplicação do adesivo obtiveram melhores resultados de união, sendo mais um agente capaz de preencher espaços que não puderam ser realizados pelo cimento resinoso. Os menores valores de união foram obtidos pelos grupos condicionados por 120 segundos e 60 segundos + reaplicação por 60 segundos, sem a aplicação do adesivo. Os autores concluíram que os maiores tempos de condicionamento diminuíram os valores de resistência de união à cerâmica. A aplicação do adesivo promoveu melhor infiltração nas irregularidades geradas pelo condicionamento ácido, independente do tempo de condicionamento.

Em 2010, Madina *et al* avaliaram a relação entre a retenção de uma coroa cerâmica à preparos dentais com maior ou menor grau de convergência com determinados tipos de condicionamento superficial da cerâmica. Trinta e dois molares humanos hígidos, recém-extraídos, foram separados em 2 grupos (n=16): ângulo de convergência das paredes axiais do preparo de 10° e outros com ângulo de 26°. Cada grupo foi subdividido em 2 subgrupos de acordo com o tratamento superficial aplicado

(n=8): (1) Condicionamento com ácido fluorídrico 5% por 20 segundos e (2) Jateada com partículas modificadas de dióxido de alumínio (tratamento triboquímico). Todas as amostras receberam a aplicação do silano e foram cimentadas com o cimento resinoso Panavia F2.0 de acordo com as recomendações do fabricante. As médias de cada grupo foram analisadas usando Análise de Variância 2 fatores e teste de Tukey (5%), para analisar a força retentiva como variável dependente, sendo o ângulo de convergência e tratamento de superfície como variáveis independentes. Os resultados revelaram que não houve diferença estatística em relação aos ângulos de convergência com os determinados tipos de tratamento de superfície ($613 \pm 190\text{N}$, $525 \pm 90\text{N}$ para o tratamento triboquímico nos ângulos de 10° e 26° respectivamente; $550 \pm 110\text{N}$ e $490 \pm 130\text{N}$ para o tratamento com ácido fluorídrico 5% nos ângulos de 10° e 26° , respectivamente). Os autores concluíram que nem o ângulo de convergência do preparo como o tipo de tratamento de superfície da cerâmica influenciaram na força retentiva das coroas unitárias das cerâmica IPS e.max Press.

Em 2010, Zortuk *et al* avaliaram a influência de diferentes situações superficiais da dentina quando submetida ao teste de microtração, após a união com material cerâmico estético. Sessenta discos da cerâmica IPS e.max (7 x 3 mm) foram confeccionados e separados em 6 grupos (n=10) submetidos ao protocolo de adesão com cimento resinoso de presa dual, após aplicação do silano em todos os grupos, sendo que cada amostra cerâmica foi tratada com ácido fosfórico 37% por 5 segundos. Grupo 1: controle, dentina úmida, sem a presença de qualquer contaminante; Grupo 2: dentina contaminada com dessensibilizante e posterior remoção através da lavagem; Grupo 3: dentina contaminada com desinfetante e posterior remoção através da lavagem; Grupo 4: dentina contaminada com saliva e posterior remoção através da lavagem; Grupo 5: dentina contaminada com sangue humano e posterior remoção através da lavagem; Grupo 6: dentina contaminada com peróxido de hidrogênio e posterior remoção através da lavagem. As amostras foram submetidas à 6 mil ciclos térmicos, variando as temperaturas entre $5 \pm 2^\circ\text{C}$ e $55 \pm 2^\circ\text{C}$ e armazenadas em água destilada por 24 horas, a 37°C . O teste estatístico de Kruskal-Wallis revelou diferença estatística entre os grupos 1 e 4, 1 e 5, 1 e 6 sendo as média de cada grupo (MPa): 22,61; 16,87; 8,82; 2,35; 1,71; 4,36 para cada grupo, respectivamente. Os autores concluíram que a contaminação por

saliva, sangue e peróxido de hidrogênio influenciaram negativamente nos valores de resistência de união à tração nas interfaces dentina/adesivo e adesivo/cerâmica. Nenhum efeito negativo foi observado na resistência de união nos grupos em que foram tratados pelo dessensibilizante e desinfetante.

Em 2011, Zogheib *et al* avaliaram a influência do tempo de condicionamento de superfície com ácido fluorídrico à 4,9% na resistência à flexão e rugosidade de superfície na cerâmica de dissilicato de lítio. Setenta e cinco amostras retangulares foram confeccionadas com a cerâmica IPS Empress 2 (16mm x 2mm x 2mm) e separadas aleatoriamente em 5 grupos (n=15): Grupo A- controle, sem nenhum tratamento; Grupo B- ácido fluorídrico 4,9% por 20 segundos; Grupo C- ácido fluorídrico 4,9% por 60 segundos; Grupo D- ácido fluorídrico 4,9% por 90 segundos; e Grupo E- ácido fluorídrico 4,9% por 180 segundos. Amostras de cada grupo foram escolhidas ao acaso para análise em MEV para análise do efeito do condicionamento de superfície. Os espécimes foram submetidos ao teste de resistência à flexão de 3 pontos (MP_a) e a rugosidade avaliada com perfilômetro (R_a). Os dados foram submetidos à Análise de Variância de 1 fator e ao teste de Tukey ($\alpha=0,05$). Os resultados do estudo indicaram diferença na rugosidade entre os grupos. O grupo controle obteve o menor valor de rugosidade ($R_a = 0,06 \pm 0,1$) enquanto o grupo E o maior valor ($R_a = 0,16 \pm 0,1$), mostrando aumento na rugosidade de acordo com o aumento do tempo de condicionamento. Não houve diferença estatística entre os grupos B e C, entre os grupos C e D e entre os grupos D e E. A análise em MEV mostrou aumento na rugosidade de superfície da cerâmica de acordo com o aumento no tempo de condicionamento, sendo os padrões de dissolução da matriz vítrea mais pronunciados e profundos para os grupos D e E. Diferenças significativas foram encontradas entre os grupos quando submetidos ao teste de flexão. A média de resistência à flexão (Mpa) diminuiu de acordo com o aumento do tempo de condicionamento: A = 417 ± 55 ; B = 367 ± 68 ; C = 363 ± 84 ; D = 329 ± 70 ; E = 314 ± 62 , evidenciando a correlação entre tempo de condicionamento e queda da resistência à flexão. Os autores desse estudo concluíram que o tempo de condicionamento com ácido fluorídrico alterou a rugosidade de superfície e a resistência à flexão da cerâmica IPS Empress 2.

Em 2011, Pattanaik *et al* propuseram avaliar a influência de determinados tipos de condicionamento de superfície na resistência ao microcisalhamento de restaurações cerâmicas (IPS Empress II) à um cimento resinoso dual. Três tipos de condicionamento foram aplicados: (1) Ácido Fluorídrico 4,9%, (2) Ácido bifluoreto de amônio (9,4%); e, (3) Ácido fosfórico 37%; Três tempos de condicionamento: 20, 60 e 120 segundos. Foram confeccionadas 50 amostras cerâmicas (8mm diâmetro e 2 espessura) e separados em 4 grupos: Grupo I controle (n=5):sem tratamento superficial; Grupo II (n = 15): Ácido Fluorídrico 4.9%; Grupo III (n=15): Ácido bifluoreto de amônio 9.4% e Grupo IV (n=15): Ácido fosfórico 37%. Cada grupo, exceto o grupo I, foi subdividido em 3 subgrupos (n=5) para os diferentes tempos de condicionamento. As cerâmicas foram unidas ao substrato dentinário (dentes molares recém extraídos) através do silano (Monobond) combinado com adesivo Excite + cimento resinoso Variolink II. A Análise do padrão de fratura foi analisado por MEV. Os valores de resistência de união ao microcisalhamento foram calculados (Mpa). Para o teste estatístico entre a resistência ao cisalhamento e diferentes ácidos foi calculado pelo teste “t” não pareado. Já para os demais grupos e subgrupos, foi realizado o cálculo da média, desvio padrão e comparação pelo teste “t”. O condicionamento com ácido fluorídrico 4,9% por 120 segundos apresentou o maior valor de resistência ao cisalhamento (15,03 MPa) seguido pelo ácido bifluoreto de amônio 9,4% por 120 segundos (14,41 MPa). O ácido fosfórico 37% obteve o menor valor (4,7 MPa) dentre os 3 diferentes ácidos testados nesse estudo. O padrão de fratura foi em grande parte coesiva nos grupos com o ácido fluorídrico e ácido bifluoreto de amônio e padrão misto para o grupo controle e grupo com ácido fosfórico. Os autores desse estudo concluíram que o te condicionamento por 120 segundos para o ácido fluorídrico e ácido bifluoreto de amônio obtiveram os melhores resultados e dessa forma, o ácido bifluoreto de amônio se caracteriza como uma alternativa segura ao uso do ácido fluorídrico.

Em 2011, Brum *et al* avaliaram o efeito de diferentes tratamentos de superfície na resistência de união da cerâmica de dissilicato de lítio ao cimento resinoso dual. Foram confeccionadas 60 amostras retangulares (20mm comprimento x 5mm

largura x 2mm espessura) e separadas em 6 grupos (n=10) com diferentes tratamentos: Grupo controle somente polido; Grupo controle não polido; Grupo polido e submetido ao condicionamento com ácido fluorídrico 10% por 20 segundos; Grupo não polido submetido ao condicionamento com ácido fluorídrico 10% por 20 segundos; Grupo polido submetido ao jateamento com partículas de óxido de alumínio 50µm; Grupo não polido submetido ao jateamento com partículas de óxido de alumínio 50µm. Os grupos que receberam polimento foram regularizados com lixas de carbetto de silício na sequência: 220, 320, 360, 400, 500, 600, 1200, 1500 e 2000 e polidos com pasta de diamante na sequência 3, 1 e ¼ µm. Após o tratamento de superfície ou não, todos os grupos foram silanizados com o Monobond-S, seguidos da aplicação do adesivo Scotch Bond Multi Purpose (3M ESPE) e posteriormente confeccionadas amostras para o ensaio de resistência de união ao cisalhamento com o cimento resinoso dual Variolink II. A Análise de Variância de 2 fatores revelou que não houve diferença significativa na resistência de união entre o grupo das cerâmicas polidas (33,99 MPa) e não polidas (31,74 MPa) e houve diferença significativa na resistência de união entre o tratamento superficial, seja com o condicionamento ácido ou pelo jateamento com partículas de óxido de alumínio. O grupo com maior valor de resistência de união através da análise de Tukey (5%) foi o grupo polido e condicionado com ácido fluorídrico (44,47 MPa) e o menor valor para o grupo controle polido (24,96 MPa). A maior parte das falhas foram coesivas em cerâmica nos grupos condicionados com ácido fluorídrico e falha adesiva entre a cerâmica e o cimento resinoso entre as cerâmicas com outros tratamentos de superfície. Os autores concluíram que a regularização e polimento das amostras não resultaram em melhores resultados de união, quando comparado aos grupos não polidos. O condicionamento com ácido fluorídrico 10% foi o tratamento mais efetivo em relação à resistência de união, independente do estado inicial da cerâmica.

Em 2012, Özcan *et al* realizaram uma revisão de literatura sobre os possíveis efeitos deletérios causados pela exposição ao ácido fluorídrico, tanto na área odontológica como em outros setores que também o utilizam, bem como formas de tratamento. Foram procurados relatos publicados no PubMed, Medline e Picarta. Não foram encontrados relatos de exposições acidentais na Odontologia que levaram à

morte, porém para outros setores como o petroleiro e indústria química existem relatos de casos de operários que sofreram exposições fatais. Para a Odontologia, exposições acidentais podem acontecer nos tecidos moles, mão do operador, também como inalação, ingestão e contato com os olhos, sendo a severidade da lesão associada ao tempo de exposição e concentração do ácido fluorídrico. Essas lesões podem ser agudas ou crônicas. Ambas formas de tratamento requerem ação rápida por parte do cirurgião-dentista, sendo lavagem imediata da região em água corrente por um período de 15-30 minutos e posterior avaliação médica. Os cirurgiões-dentistas provavelmente mais susceptíveis à injúria por parte da utilização do ácido fluorídrico são aqueles que mais praticam a cimentação de peças cerâmicas e seus reparos. Tanto para eles como para os pacientes, existe a necessidade de total controle no manejo do produto e precauções, sendo aplicado em área de boa ventilação e monitoramento por parte do paciente após a cimentação.

Em 2012, Hooshmand *et al* analisaram a influência do tratamento de superfície da cerâmica IPS Empress 2 na tenacidade à fratura interfacial quando utilizado 3 cimentos resinosos. Setenta e dois discos cerâmicos (12mm diâmetro x 2mm espessura) foram confeccionados e jateados com partículas de óxido de alumínio 50µm e por 20 segundos. As amostras foram separadas em 2 grupos (n=36): (1) condicionadas com ácido fluorídrico 9% por 1 minuto; (2) grupo controle, somente jateadas. Todas as amostras receberam o tratamento com silano, sendo esfregado na superfície por 1 minuto, secados por 15 segundos com ar quente $50 \pm 5^{\circ}\text{C}$, seguido por lavagem com água morna por 15 segundos e novamente secados durante 30 segundos com ar quente, sendo em seguida aplicada uma fina camada do adesivo sem carga e fotoativado por 20 segundos. Cada grupo foi subdividido em 3 grupos (n = 12) em função do agente cimentante utilizado: (1) Variolink II, (2) Multilink Sprint (Auto-adesivo) e (3) Panavia F2. Após a confecção das amostras resinosas na superfície da cerâmica, as mesmas foram mantidas em água destilada a 37°C por 24 horas e submetidas à termociclagem (3.000 ciclos entre 5 e 55°C). Após, as amostras foram submetidas ao ensaio de resistência de tenacidade à fratura. Os dados foram submetidos à Análise de Variância de 2 fatores para avaliar as possíveis diferenças e interações entre o tipo do cimento e condicionamento superficial. A Análise de Variância de 1

fator e o teste de Tukey (5%) foram usados para o teste de comparação entre os grupos experimentais. As análises estatísticas mostraram que o condicionamento com ácido melhorou a tenacidade à fratura interfacial dos grupos Panavia F2 e Multilink Sprint, no entanto nenhuma diferença estatística foi encontrada entre os grupos jateados com óxido de alumínio e jateados + ácido fluorídrico, quando utilizado o Variolink II. Para as amostras somente jateadas, nenhuma diferença estatística foi encontrada entre Panavia F2 e Variolink II, no entanto os valores do Panavia F2 e Variolink II foram significativamente superiores ao Multilink Sprint. Para o grupo jateado e condicionado com ácido fluorídrico, o grupo do cimento resinoso Panavia F2 apresentou o maior valor de resistência de união. O resultado da tenacidade à fratura interfacial foi influenciada pela forma de tratamento de superfície da cerâmica e pelo tipo do cimento resinoso utilizado. Somente foi possível eliminar o condicionamento com ácido fluorídrico no grupo que utilizou o Variolink II. O ácido fluorídrico proporcionou melhores resultados de resistência de união quando utilizados os cimentos resinosos Panavia F2 e Multilink Sprint. Os cimentos resinosos de cura dual apresentaram os melhores resultados de resistência de união em relação ao cimento auto-adesivo.

Em 2012, Kara *et al* avaliaram a rugosidade superfície da cerâmica IPS Empress 2 submetida a diferentes tratamentos de superfície. Quarenta discos da cerâmica IPS Empress 2 (10mm de diâmetro e 1 de espessura) à base de dissilicato de lítio foram confeccionadas e separadas em 4 grupos(n=10): Grupo I- jateamento com partículas de óxido de alumínio 50 μ m por 20 segundos; Grupo II- condicionamento com ácido fluorídrico 5% por 20 segundos; Grupo III- Irradiação à laser Nd:YAG; e, Grupo IV- Irradiação à laser Er:YAG. Após os tratamentos de superfície, a rugosidade superfície foi mensurada com perfilômetro(R_a) e levadas para posterior análise em microscópio de força atômica. A Análise da Variância de 1 fator mostrou que a rugosidade de superfície do grupo tratado com jateamento com as partículas de óxido de alumínio diferiram significativamente dos demais grupos. A comparação através do teste Tukey (5%) mostrou que o valor da rugosidade de superfície do grupo jateado foi maior em relação aos demais. Nenhuma diferença estatística foi observada entre o grupo condicionado com ácido fluorídrico 5% e o tratado com laser. Os autores concluíram

que o jateamento com partículas de óxido de alumínio proporcionou maior rugosidade de superfície do que o grupo condicionado com o ácido fluorídrico e tratados à laser.

Em 2012, Guarda *et al* avaliaram os efeitos da termociclagem, carregamento cíclico e tratamento superficial na resistência de união à microtração entre uma cerâmica vítrea reforçada por dissilicato de lítio e resina composta, cimentada por um cimento resinoso dual. Dezoito blocos de resina composta com 10 mm comprimento × 7 mm largura × 3 mm espessura foram confeccionados e separados em 6 grupos (n=3): Grupos 1-3: jateados com partículas de óxido de alumínio 50µm durante 5 segundos; Grupos 4-6: condicionados com ácido fluorídrico 10% durante 20 segundos. Aplicou-se silano em todas as amostras e deixado evaporar durante 5 segundos. Blocos de resina composta foram unidos ao substrato cerâmico por meio de um cimento resinoso dual e fotopolimerizado por 40 segundos em cada face, e com fotopolimerização final através da cerâmica, 40 segundos. As amostras foram armazenadas em água destilada a 37°C, por 24 horas. Os espécimes dos grupos 2 e 5 foram submetidos à 3,000 ciclos de termociclagem entre 5°C e 55°C. Os grupos 3 e 6 foram submetidos ao teste de fadiga de 100,000 ciclos com carga de 80 N e frequência de 2 Hz. Após os procedimentos experimentais, os espécimes foram seccionados perpendicularmente à interface de união, obtendo palitos com área de 1 mm². O ensaio de resistência à microtração foi realizado na máquina de ensaio mecânico (EZ Test), velocidade 0,5 mm/min. A Análise de Variância 2 fatores foi realizado, como também o teste post hoc de Tukey. Os resultados do ensaio de microtração foram: 26,9 ± 6,9, 22,2 ± 7,8 e 21,2 ± 9,1 para os grupos 1, 2 e 3 respectivamente e 35 ± 9,6, 24,3 ± 8,9 e 23,9 ± 6,3 para os grupos 4, 5 e 6. Os autores concluíram que o condicionamento com ácido fluorídrico mostrou maior resultado de união comparado aos grupos jateados. Os testes de fadiga e termociclagem diminuíram os valores de resistência de união, independentemente do tratamento superficial.

3 - PROPOSIÇÃO

O objetivo neste estudo foi avaliar a influência de diferentes concentrações do ácido fluorídrico (1%, 2,5%, 5%, 7,5%, 10% e 15%) na topografia da superfície das cerâmicas IPS Empress Esthetic e IPS e.max Press, também como avaliar a influência da aplicação do adesivo na resistência de união ao microcissalhamento, padrão de fratura e na interface de união à um cimento resinoso. As hipóteses testadas neste estudo foram: (1) diferentes concentrações do ácido fluorídrico aplicados na superfície das cerâmicas promoveriam a mesma topografia; (2) diferentes concentrações do ácido fluorídrico não resultariam em diferentes resultados de resistência de união ao microcissalhamento entre a cerâmica e o cimento resinoso; (3) a utilização do adesivo não influenciaria na resistência de união das cerâmicas.

4 - MATERIAL E MÉTODOS

4.1 - Confeccção das amostras cerâmicas

Cinquenta e oito amostras foram confeccionadas de cada material, IPS Empress Esthetic (Ivoclar Vivadent AG, Schaan, Liechtenstein) e IPS e.max Press (Ivoclar Vivadent AG), com dimensões de 8 mm de comprimento, 8 mm de largura e 3 mm de espessura, obtidas com auxílio de uma matriz de silicone por adição (Express, 3M ESPE, St. Paul, MN, USA). Para tanto, a resina acrílica Duralay (Reliance Dental Mfg Co, Worth, IL, USA), na fase arenosa, foi inserida no interior da matriz de silicone para confecção dos padrões (Figura 1A). Após completa polimerização, um conduto de alimentação, com 3 mm de diâmetro por 4 mm de comprimento, foi fixado no padrão de resina e adaptado a um cilindro plástico (Figura 1B). Em seguida, um anel de silicone foi adaptado na base plástica do cadinho (Ivoclar vivadent) (Figura 1B). O padrão de resina foi incluído em revestimento aglutinado por fosfato, IPS PressVest Speed (Ivoclar vivadent), na proporção de 200 g de pó para 27 mL de líquido próprio do sistema IPS com adicionais 27 mL de água destilada, que foi espatulado mecanicamente a vácuo na máquina Multivac 4 (Degussa, Hanau, Germany) por 2 minutos. O revestimento foi vertido no anel de silicone (Figuras 2A e 2B). Após a presa, o cilindro de silicone, o formador do conduto e a base foram removidos e o bloco de revestimento (Figura 3A) foi levado ao forno (7000-5P; EDG Equipamentos e Controles Ltda.) na temperatura de 850°C e mantido por 90 minutos para eliminação da resina acrílica Duralay.

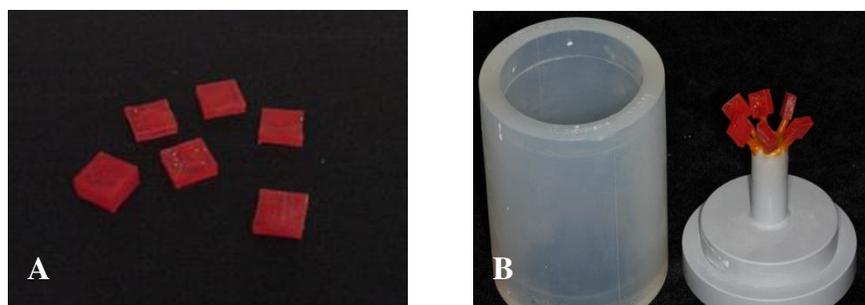


Figura 1 – A: Padrão em resina acrílica duralay. B: Padrões fixados na base formadora de cadinho e anel de silicone.

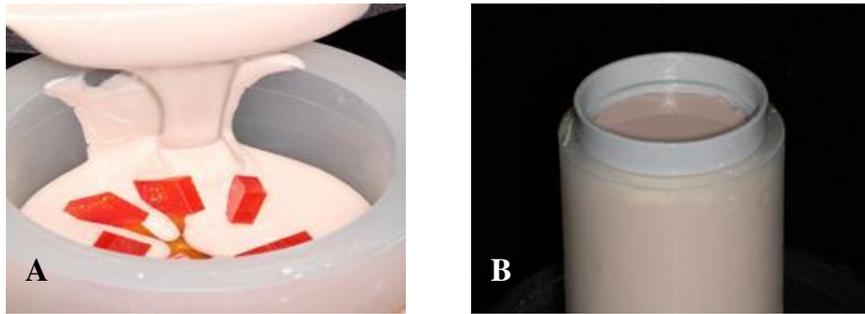


Figura 2 – A: Inserção do revestimento dentro do conjunto contendo os padrões em Duralay. B: Anel vertido com revestimento.

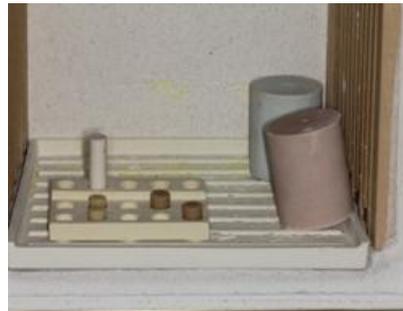


Figura 3 - A: Bloco de revestimento e êmbolo dentro do forno.

Decorrido o tempo de aquecimento, o bloco de revestimento foi removido do forno e duas pastilhas da cerâmica IPS e.max Press (EMX) (Ivoclar Vivadent, cor LTD3 (Figura 3B) foram posicionadas no conduto, juntamente com o êmbolo de óxido de alumínio e levado ao forno automático EP 600 (Ivoclar Vivadent) (Figura 4). O conjunto foi mantido por 20 min a 920°C, seguido de uma pressão de 5 bar por 15 min. A mesma técnica foi utilizada para a prensagem da cerâmica IPS Empress Esthetic (EST) (Ivoclar Vivadent, cor ETC0), entretanto, a temperatura de prensagem foi de 1075°C. Após o resfriamento, este foi seccionado e as amostras removidas com jateamento de partículas de óxido de alumínio de 50 μm (Oxyker Dry; Flli Manfredi), sob pressão inicial de 4 bar e posteriormente 2 bar para remoção do revestimento próximo das amostras da cerâmica IPS e.max Press (Figura 5). Para a cerâmica IPS Empress Esthetic, a remoção foi realizada com partículas esféricas de vidro de 100 μm . Seguidamente, as amostras foram limpas por 10 minutos utilizando o ultrassom, seguido de lavagem em água corrente e secagem com jato de ar.

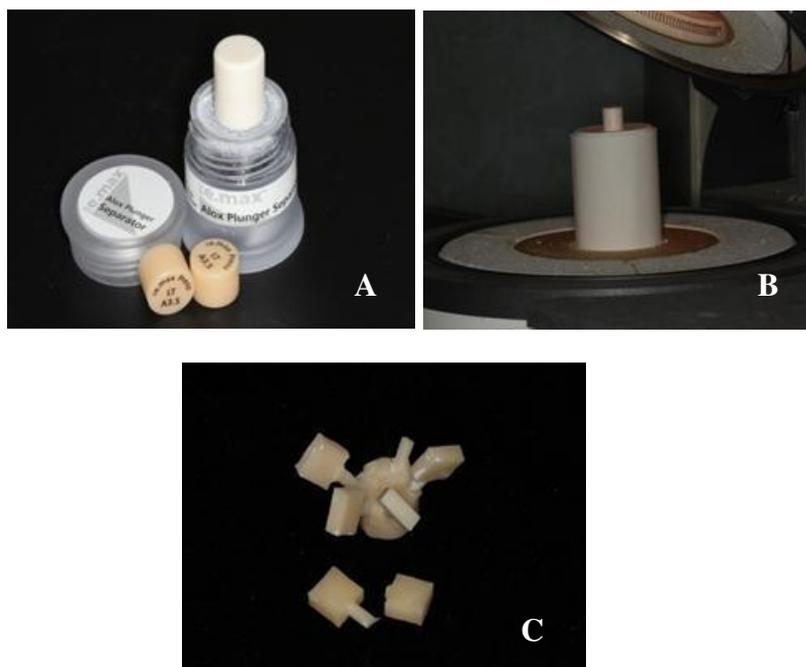


Figura 3 – A: Êmbolo e pastilha cerâmica IPS Emax Press. B: Bloco de revestimento posicionado no forno EP600 para a injeção da cerâmica. C: Amostras após completa remoção do revestimento.

Em seguida, o conduto de alimentação foi removido com disco diamantado (KG Sorensen). Os blocos cerâmicos foram posicionados sobre fita adesiva dupla-face (Phitil, Cotia, SP, Brasil) sobre uma placa de vidro e um cilindro de PVC (Tigre, São Paulo, SP, Brasil) com dimensões de 20 mm de diâmetro por 20 mm de altura, foi posicionada de modo a envolver a cerâmica posicionada no centro. A resina de poliestireno foi manipulada e vertida no interior do tudo de PVC (Figura 6A). Após a polimerização da resina, as amostras cerâmicas foram submetidas ao acabamento com lixas abrasivas de carbetto de silício na máquina politriz (Arotec APL-4, Aropol, Brasil) nas granulações decrescentes 400, 600, 1200 e 2000 (Norton S.A., São Paulo, SP, Brasil) (Figura 6B), sob constante refrigeração à água e limpas em ultrassom por 10 minutos.

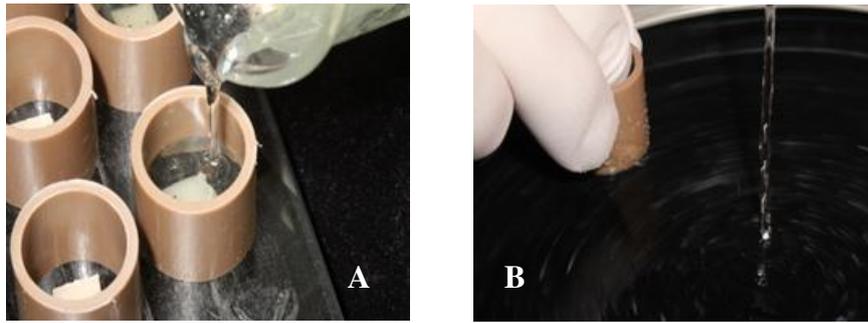


Figura 6 – A: Inserção da resina de poliestireno no anel de PVC. B: Polimento das amostras com lixas de carbeto de silício

4.2 - Tratamento da superfície das cerâmicas

Todas as amostras receberam tratamento de superfície com ácido fluorídrico em 6 diferentes concentrações: 1, 2,5, 5, 7,5, 10 e 15% (Fórmula & Ação, São Paulo, SP, Brasil) (Figura 7). Para as amostras dos grupos EST foi preconizado um tempo de condicionamento ácido de 60 segundos e para os grupos EMX, 20 segundos (Figuras 8A e 8B) seguindo as recomendações do fabricante. Após o condicionamento, as amostras foram lavadas com *spray* de ar/água durante 1 minuto e colocadas em água destilada para banho em ultrassom (MaxiClean 750; Unique, Indaiatuba, SP, Brasil) por 3 minutos, a fim de eliminar impurezas superficiais provenientes do condicionamento ácido.



Figura 7 - Ácido fluorídrico nas diferentes concentrações: 1, 2,5, 5, 7,5, 10 e 15%.

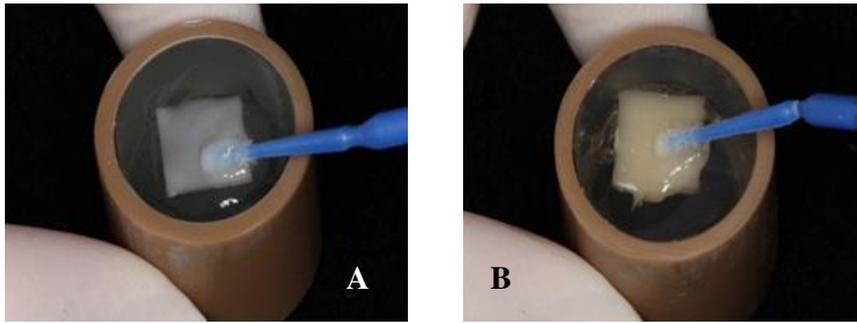


Figura 8 – A: Condicionamento ácido da cerâmica IPS Empress Esthetic. B: Condicionamento ácido da cerâmica IPS e.max Press.

Amostras representativas de cada grupo foram levadas à análise microscópica para avaliação da topografia de superfície. As superfícies das cerâmicas foram cobertas com liga de ouro-paládio e analisadas no MEV operando a 15 kV (JSM 5600LV – Jeol Inc., Peabody, MA, EUA) com aumento de 1000x.

4.3 - Protocolo de Cimentação

Após a limpeza e escolha aleatória das amostras, uma camada de silano (RelyX Ceramic Primer, 3M ESPE) foi aplicado com auxílio de um pincel descartável por 15 segundos e deixado em repouso para a reação do silano com o substrato cerâmico, em temperatura ambiente, por 1 minuto (Figura 9A). Em seguida, jato de ar quente ($60^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$) foi aplicado perpendicularmente à superfície da amostra a uma distância de 15 centímetros por 45 segundos até a total evaporação do solvente. Posteriormente, de acordo com o grupo (Tabela 1), aplicou-se uma camada do adesivo sobre a superfície das amostras (Figura 9B) (Scotchbond MultiPurpose, 3M ESPE), que foi fotoativado por 20 segundos com o aparelho LED - UltraLume 5 (Ultradent Inc, South Jordan, UT), com irradiância de $1100\text{mW}/\text{cm}^2$ (Figura 9C).



Figura 9 – A: Aplicação do silano. B: Aplicação do adesivo. C: Fotoativação.

Tabela 1 – Distribuição dos grupos.

GRUPOS	CONCENTRAÇÃO DO ÁCIDO FLUORÍDRICO	TRATAMENTO PÓS-CONDICIONAMENTO	CERÂMICA
1 – EST1	1%	Silano	IPS Empress Esthetic
2 – EST1 <i>Ad</i>	1%	Silano + Adesivo	
3 – EST 2,5	2,5%	Silano	
4 – EST 2,5 <i>Ad</i>	2,5%	Silano + Adesivo	
5 – EST 5	5%	Silano	
6 – EST 5 <i>Ad</i>	5%	Silano + Adesivo	
7 – EST 7,5	7,5%	Silano	
8 – EST 7,5 <i>Ad</i>	7,5%	Silano + Adesivo	
9 – EST 10	10%	Silano	
10 – EST 10 <i>Ad</i>	10%	Silano + Adesivo	
11 – EST 15	15%	Silano	
12 – EST 15 <i>Ad</i>	15%	Silano + Adesivo	
13 – EMX 1	1%	Silano	IPS e.max Press
14 – EMX 1 <i>Ad</i>	1%	Silano + Adesivo	
15 – EMX 2,5	2,5%	Silano	
16 – EMX 2,5 <i>Ad</i>	2,5%	Silano + Adesivo	
17 – EMX 5	5%	Silano	
18 – EMX 5 <i>Ad</i>	5%	Silano + Adesivo	
19 – EMX 7,5	7,5%	Silano	
20 – EMX 7,5 <i>Ad</i>	7,5%	Silano + Adesivo	
21 – EMX 10	10%	Silano	
22 – EMX 10 <i>Ad</i>	10%	Silano + Adesivo	
23 – EMX 15	15%	Silano	
24 – EMX 15 <i>Ad</i>	15%	Silano + Adesivo	

4.4 - Confeção das amostras para o teste de microcisalhamento

Uma matriz de silicone por adição (Express, 3M ESPE) com dimensões de 2 mm de espessura por 10 mm de diâmetro e contendo 3 orifícios com 1 mm de diâmetro foi posicionada sobre a superfície da cerâmica e estabilizada por meio de fita adesiva (Durex, 3M ESPE, St. Paul, MN, USA), permitindo a delimitação da área de união. Cada orifício foi preenchido com a pasta base do cimento resinoso Variolink II (Ivoclar Vivadent, cor A3) com o auxílio de sonda exploradora (Figuras 10A e 10B). O uso somente da pasta base foi no intuito de simular a cimentação de cerâmicas em regiões estéticas, onde a degradação da amina terciária, presente na pasta catalisadora, não alterasse a cor do cimento resinoso e assim, da restauração.

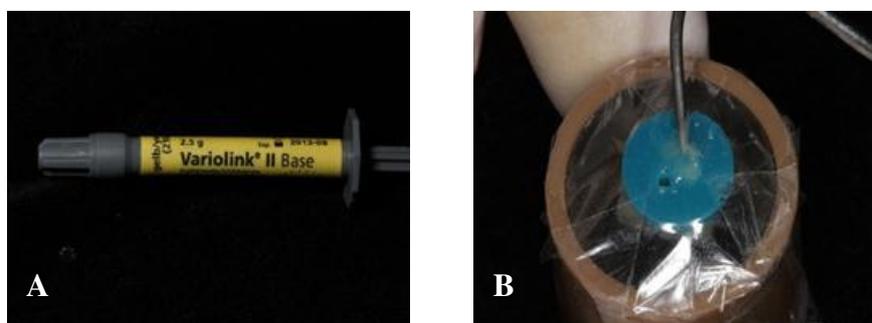


Figura 10 – A: Pasta base do cimento resinoso Variolink II. B: Inserção do cimento no orifício da matriz.

Em seguida, uma matriz de poliéster e lâmina de vidro foram posicionadas sobre a matriz preenchida com o cimento resinoso Variolink II e uma carga estática de 250 g por 1 minuto foi aplicada com a finalidade de padronizar a altura dos cilindros confeccionados com o cimento resinoso (Figura 11A). A placa de vidro foi removida e a fotoativação foi realizada por 40 segundos com o aparelho LED – UltraLume 5 (Ultradent, South Jordan, UT, USA), com irradiância de $1100\text{mW}/\text{cm}^2$. As amostras foram armazenadas em água destilada por 24 horas em estufa a 37°C .

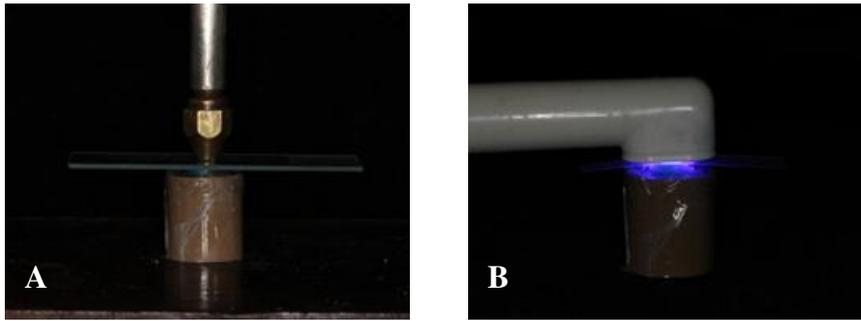


Figura 11 – A: Aplicação da carga estática sobre o conjunto matriz/lâmina para padronização das amostras. B: Fotoativação.

Decorrido o período de armazenagem, as matrizes foram cuidadosamente removidas com o auxílio de uma lâmina de bisturi nº15. Este procedimento teve como objetivo não gerar tensão na interface cerâmica/cimento resinoso, antes do ensaio de resistência de união ao microcisalhamento. Portanto, três cilindros foram confeccionados para cada bloco cerâmico (Figura 12), totalizando 18 cilindros para cada grupo avaliado (n=6). Previamente ao ensaio mecânico, todas as amostras foram analisadas em lupa estereoscópica (Olympus, Tokio, Japão) com aumento de 40x com o intuito de detectar qualquer irregularidade em volta do cilindro ou bolhas. Os cilindros que apresentaram essas irregularidades ou outros defeitos na união foram descartados.



Figura 12: Cilindros de cimento sobre a superfície da cerâmica embutida no cilindro de PVC.

4.5 - Teste de Resistência de União ao Microcisalhamento

O cilindro de PVC com as amostras embutidas foi posicionado na máquina de ensaio universal Instron (Model 4411; Instron Inc., Canton, MA, USA) (Figura 13 A). Um fio de aço inoxidável com 0,2 mm de secção foi colocado em volta do cilindro de cimento resinoso e alinhado com a interface de união (Figura 13B). A resistência de união ao microcisalhamento foi realizada à velocidade de 1,0 mm/minuto até ocorrer falha. Os dados foram obtidos em kgf/cm^2 e transformados em MPa.

Os dados foram avaliados quanto à normalidade pelo teste de Kolmogorov-Smirnov apresentando distribuição normal ($p > 0,02$). Em seguida, foram submetidos à Análise de Variância três fatores (cerâmica – 2 níveis: IPS Empress Esthetic e IPS e.max Press; adesivo - 2 níveis: com e sem; concentração do ácido fluorídrico – 6 níveis: 1, 2,5, 5, 7,5, 10 e 15%) e as médias ao teste de Tukey (5%).

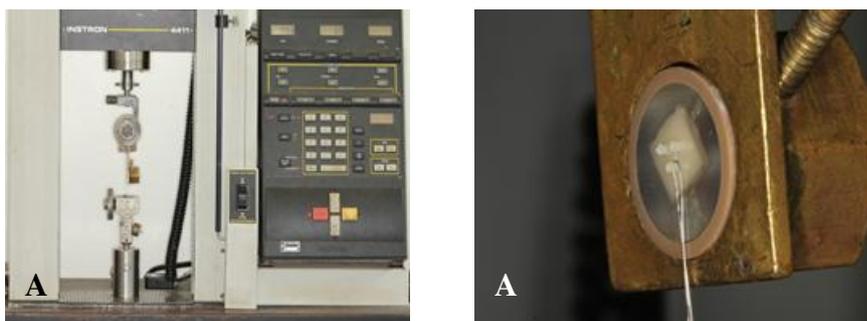


Figura 13 – A: Máquina de ensaio mecânico (Instron 4411). B: Cilindro de cimento resinoso envolto pelo fio ortodôntico.

A análise do padrão de fratura foi realizada em microscópio (STM – Olympus Optical Co. Ltda, Japan), com 40x de aumento e as falhas foram classificadas como: adesiva (1); coesiva na cerâmica (2); coesiva no cimento resinoso e (3) mista, envolvendo cimento resinoso, cerâmica e camada adesiva (4).

4.6 - Análise da Interface de União

Para a análise da interface de união, amostras cerâmicas de IPS Empress Esthetic foram unidas uma à outra, de acordo com o grupo em estudo. O mesmo método também foi aplicado para o grupo IPS e.max Press. O método de condicionamento da superfície de cada cerâmica foi de acordo com o descrito anteriormente, respeitando a composição e o tempo de condicionamento. Uma fina camada do cimento resinoso foi aplicada depois da aplicação do silano e do sistema adesivo ou não. Após a inserção do cimento resinoso, a mesma carga de cimentação foi utilizada, o excesso de cimento foi removido com micropincel descartável e a fotoativação foi realizada por 40 segundos em cada face, com ativação final de 1 minuto. Após armazenagem por 24 horas, as amostras foram cortadas perpendicularmente à interface de união e incluídas em resina epóxi (Buehler, Lake Bluff, IL, USA). As superfícies seccionadas foram polidas com lixas de carvão de silício nas granulações de 400, 600, 1200 e 2000 e com pastas diamantada e discos de feltro para polimento com partículas de 3, 1 e 0,5 μm (Metadi II; Buehler). Após o polimento, as amostras foram cobertas com liga de ouro-paládio e analisadas em MEV (JSM 5600LV – Jeol Inc. Peabody, MA, EUA). Dessa forma foi possível analisar a interface de união na mesma imagem, tanto nos grupos somente tratados com silano como nos grupos com silano + sistema adesivo.

5 – RESULTADOS

5.1 – Resistência de união ao microcissalhamento

Os resultados da Análise de Variância de três fatores (Tabela 2) mostraram que houve diferença significativa para os fatores sistema adesivo ($p < 0,001$) e concentração do ácido fluorídrico ($p < 0,001$).

Tabela 2 - Análise de Variância.

Varição	DF	SS	MS	F	P
Cerâmica	1	0,101	0,101	0,00295	0,957
Adesivo	1	799,146	799,146	23,454	<0,001
Ácido	5	1170,434	234,087	6,87	<0,001
Cerâmica x Adesivo	1	27,984	27,984	0,821	0,367
Cerâmica x Ácido	5	323,458	64,692	1,899	0,1
Adesivo x Ácido	5	254,995	50,999	1,497	0,196
Cerâmica x Adesivo x Ácido	5	133,205	26,641	0,782	0,565
Residual	119	4054,718	34,073		
Total	142	6700,31	47,185		

A Tabela 3 expõe a média dos valores de união ao microcissalhamento, juntamente com a análise estatística, para cada fator avaliado nesse estudo. As análises mostraram que não houve diferença estatística entre as cerâmicas IPS Empress Esthetic e IPS e.max Press ($p > 0,05$). Quando o sistema adesivo foi utilizado juntamente com silano, a resistência de união ao microcissalhamento foi significativamente maior em relação às amostras que não o receberam ($p < 0,05$).

Quando a comparação foi entre as concentrações do ácido fluorídrico, as concentrações de 10 e 15% proporcionaram resistência de união ao microcissalhamento significativamente maior que as concentrações de 1 e 2,5% ($p < 0,05$). A concentração de 7,5% apresentou resistência de união significativamente superior em relação à

concentração de 1% ($p < 0,05$). Nenhuma diferença significativa foi observada entre as demais concentrações de ácido fluorídrico ($p > 0,05$).

Tabela 3 – Médias de resistência de união ao microcisalhamento (MPa) e desvio padrão.

Cerâmica	Concentração		Sistema Adesivo		Concentração
	AF (%)			AF (%)	
		Com adesivo	Sem adesivo		
Esthetic (29,74)^a	1	27,57 (6,29)	20,56 (5,31)	1 (25,22) ^c	
	2,5	27,34 (7,97)	23,76 (5,77)		
	5	32,48 (9,04)	31,09 (5,94)	2,5 (27,18) ^{bc}	
	7,5	32,08 (3,11)	31,79 (6,07)		
	10	39,14 (6,76)	31,25 (5,52)	5 (30,05) ^{abc}	
	15	32,27 (3,29)	27,57 (6,29)		
e.max (29,90)^a	1	29,17 (5,47)	23,59 (5,62)	7,5 (31,40) ^{ab}	
	2,5	29,34 (9,85)	28,28 (5,78)		
	5	28,53 (3,93)	28,09 (6,17)	10 (33,26) ^a	
	7,5	34,39 (3,36)	27,32 (5,40)		
	10	36,06 (4,09)	26,57 (5,75)	15 (31,83) ^a	
	15	38,51 (6,17)	28,96 (3,08)		
		32,24 ^A	27,40 ^B		

Médias seguidas por letras distintas minúsculas na coluna e maiúsculas na linha diferem significativamente pelo teste de Tukey, em nível de 5%. AF – Ácido fluorídrico; () Desvio-padrão; Esthetic (IPS Empress Esthetic); e.max (IPS e.max Press).

5.2 - Análise do Padrão de Fratura

Os resultados dos padrões de fratura estão apresentados na Tabela 4. Fraturas predominantemente coesiva em cerâmica para as amostras dos grupos da cerâmica IPS Empress Esthetic, sendo notável uma tendência na frequência dessas falhas com o aumento da concentração do ácido fluorídrico. Houve decréscimo na quantidade de falhas adesivas de acordo com o aumento da concentração do ácido fluorídrico nos grupos das cerâmicas IPS Empress Esthetic e IPS e.max Press. Para os grupos do IPS e.max Press até a concentração de 5%, falhas adesivas foram predominantes, sendo 100% para o grupo EMX1 e EMX1 *Ad*. Para os grupos EST7,5, EST7,5 *Ad* e EST10, não houveram falhas adesivas. Falhas coesivas em cimento e mistas foram mais frequentes com o aumento da concentração do ácido fluorídrico para IPS e.max Press. O grupo EST5 registrou 55,5% de falhas coesivas em cimento, sendo inexistente para o grupo EST5 *Ad* e menos frequente nos demais grupos.

Tabela 4 – Análise dos padrões de fratura das amostras com a porcentagem fora dos parênteses e quantidade entre parênteses.

GRUPOS		PADRÃO DE FRATURA			
		Adesiva	Coesiva em cerâmica	Coesiva em cimento	Mista
	1 – EST1	44,5 (8)	55,5 (10)	(0)	(0)
	2 – EST1 <i>Ad</i>	50 (8)	50 (8)	(0)	(0)
	3 – EST 2,5	17,6 (3)	70,5 (12)	11,9 (2)	(0)
	4 – EST 2,5 <i>Ad</i>	31,25 (5)	62,5 (10)	(0)	6,25 (1)
IPS Empress	5 – EST 5	(0)	33,3 (6)	55,5 (10)	11,2 (2)
Esthetic (EST)	6 – EST 5 <i>Ad</i>	8,35 (1)	83,3 (10)	(0)	8,35 (1)
	7 – EST 7,5	(0)	55,5 (10)	27,7 (5)	16,8 (3)
<i>Chi-squared test</i>	8 – EST 7,5 <i>Ad</i>	(0)	86,6 (13)	(0)	13,4 (2)
(p=1.007 e-10)	9 – EST 10	(0)	77,8 (14)	11,1 (2)	11,1 (2)
	10 – EST 10 <i>Ad</i>	11,7 (2)	70,5 (12)	(0)	17,8 (3)
	11 – EST 15	5,9 (1)	94,1 (16)	(0)	(0)
	12 – EST 15 <i>Ad</i>	5,6 (1)	61,1 (11)	11,1 (2)	22,4 (4)
	13 – EMX 1	100 (8)	(0)	(0)	(0)
	14 – EMX 1 <i>Ad</i>	100 (14)	(0)	(0)	(0)
	15 – EMX 2,5	88,8 (16)	5,6 (1)	5,6 (1)	(0)
	16 – EMX 2,5 <i>Ad</i>	88,2 (15)	5,9 (1)	(0)	5,9 (1)
IPS e.max Press	17 – EMX 5	50 (9)	(0)	22,2 (4)	27,8 (5)
(EMX)	18 – EMX 5 <i>Ad</i>	83,3 (10)	(0)	16,7 (2)	(0)
	19 – EMX 7,5	35,3 (6)	(0)	53 (9)	11,7 (2)
<i>Chi-squared test</i>	20 – EMX 7,5 <i>Ad</i>	47 (8)	(0)	53 (9)	(0)
(p=1.246 e-12)	21 – EMX 10	7,2 (1)	7,2 (1)	42,8 (6)	42,8 (6)
	22 – EMX 10 <i>Ad</i>	20,1 (3)	13,3 (2)	53,3 (8)	13,3 (2)
	23 – EMX 15	(0)	5,6 (1)	50 (9)	44,4 (8)
	24 – EMX 15 <i>Ad</i>	35,3 (6)	11,8 (2)	17,6 (3)	35,3 (6)

5.3 - Análise das imagens de superfície e interface de união

As Figuras 14 e 15 representam as imagens após o condicionamento com ácido fluorídrico nas concentrações de 1%, 2,5%, 5% e 7,5%, 10% e 15%, e as Figuras 16 e 17 exibem as imagens da interface de união cerâmica/cimento resinoso.

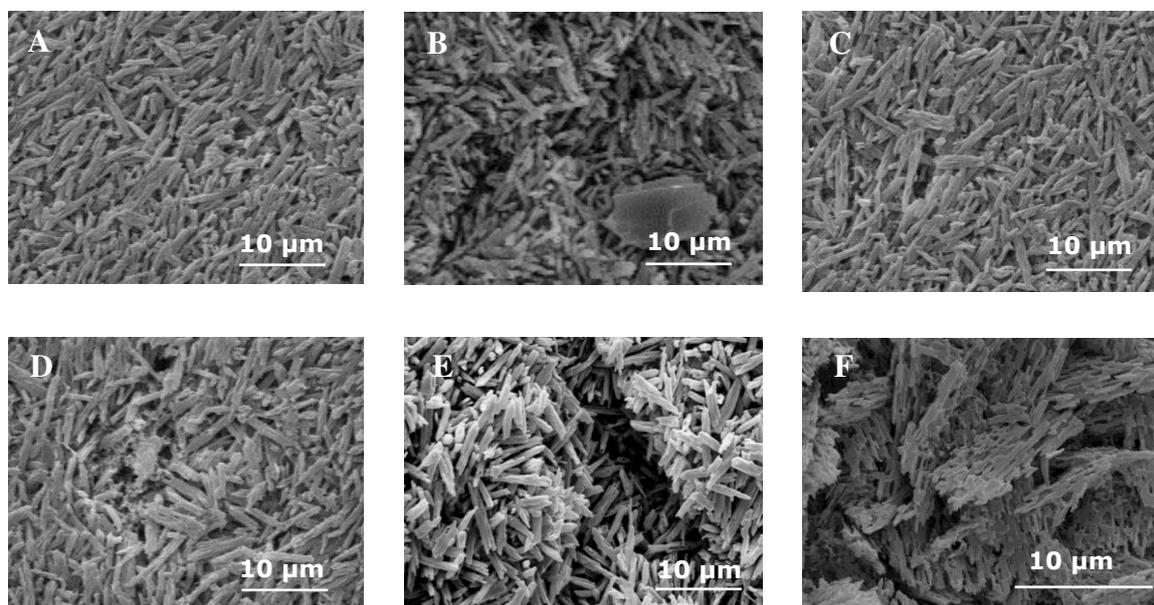


Figura 14 - Imagens resultantes do condicionamento com ácido fluorídrico na superfície da cerâmica (IPS e.max Press). Para as concentrações 1%, 2,5%, 5% e 7,5% (A, B, C, D, respectivamente), padrões de dissolução da matriz vítrea e exposição dos cristais de dissilicato de lítio foram observados. A concentração de 10% (E) indica a formação de fissuras na superfície, sendo que na concentração 15% (F) há a exposição de um emaranhado de cristais de dissilicato de lítio, rodeados por canais profundos que se intercomunicam.

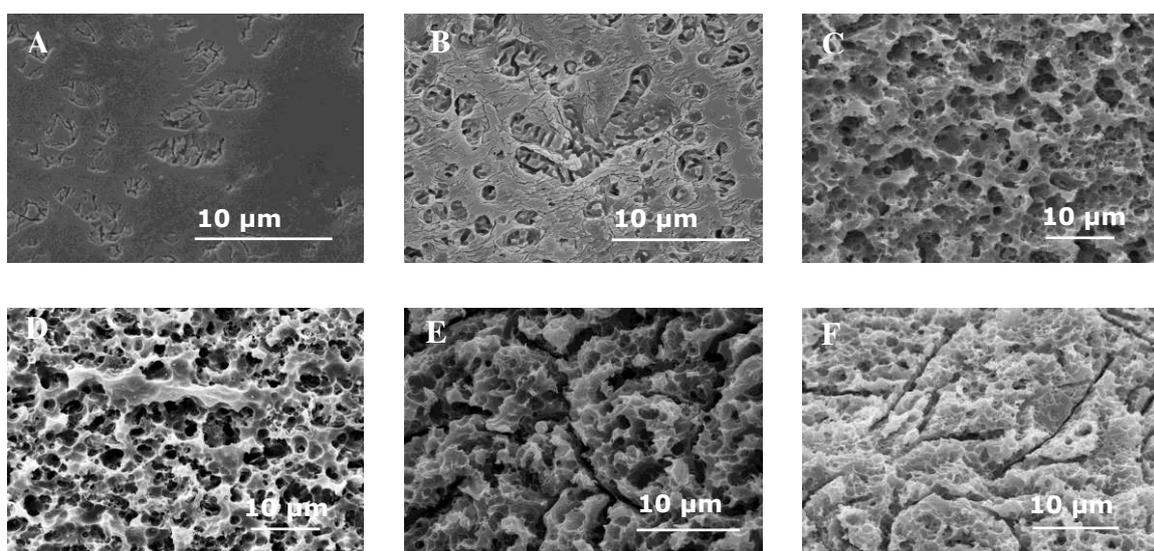


Figura 15 - Imagens resultantes do condicionamento com ácido fluorídrico na superfície da cerâmica (IPS Empress Esthetic). Para 1%, pobre condicionamento da matriz vítrea foi encontrado, com pouca exposição dos cristais de leucita (A). Aumento na dissolução da matriz vítrea para 2,5% (B), porém maior dissolução da matriz vítrea foi observada para as concentrações 5% e 7,5% (C e D, respectivamente), com formação de microporosidades e maior exposição dos cristais de leucita. Fissuras formando canais foram resultantes da concentração 10% (E), sendo que para 15% (F) esses canais são mais profundos e intercomunicam-se.

Para a cerâmica IPS e.max Press, as imagens evidenciaram aumento do grau de dissolução da matriz vítrea e exposição dos cristais de dissilicato de lítio com o aumento das concentrações do ácido fluorídrico. A Figura 14A expõe uma discreta dissolução da matriz vítrea, sendo que as Figuras B, C e D exibem padrões semelhantes com dissolução da matriz mais evidenciada. As imagens 14E e 14F caracterizam a formação de fissuras na superfície da cerâmica, consequência da maior concentração de ácido fluorídrico. Para IPS Empress Esthetic, a Figura 15 sequencia as imagens resultantes do condicionamento de superfície com ácido fluorídrico. A imagem 15A, pouca dissolução da matriz vítrea ocorreu, sendo ligeiramente maior na Figura 15B. Nas imagens 15C e 15 D, há maior dissolução da matriz vítrea, produzindo microporosidades, sendo mais evidenciada na Figura D. A Figura 15E revelou a formação de fissuras provenientes do condicionamento ácido, as quais se intercomunicam (Figura 15F).

A Figura 16 representa a interface de união para a cerâmica IPS Empress Esthetic. As imagens A, B e F comprovam a deficiente união entre a cerâmica e cimento resinoso, com espaços não preenchidos (seta amarela). Quando o adesivo é aplicado, imagens C, D e E, o satisfatório imbricamento entre o adesivo, cimento resinoso e cerâmica são verificados. A mesma situação vale para a análise da interface para a cerâmica IPS e.max Press (Figura 17).

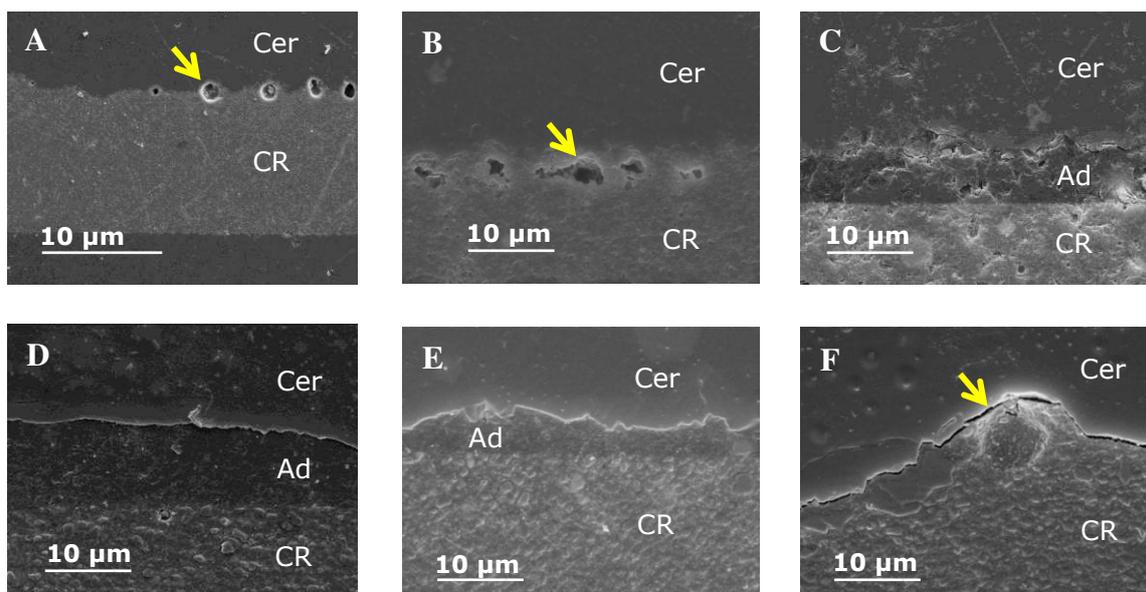


Figura 16 - Imagens resultantes da análise da interface de união (IPS Empress Esthetic). CR: cimento resinoso; Cer: cerâmica; Ad: sistema adesivo. A: AF 1%; B: AF 2,5%; C: AF 5%; D: AF 7,5%; E: AF 10%; F: AF 15%. As Figuras A e B mostram incompleta penetração do cimento resinoso na superfície sem aplicação do sistema adesivo (seta amarela). As Figuras C, D e E mostram o completo preenchimento do sistema adesivo nas irregularidades da cerâmica. Porém, a Figura F mostra incompleta interação entre o cimento resinoso e a cerâmica (seta amarela).

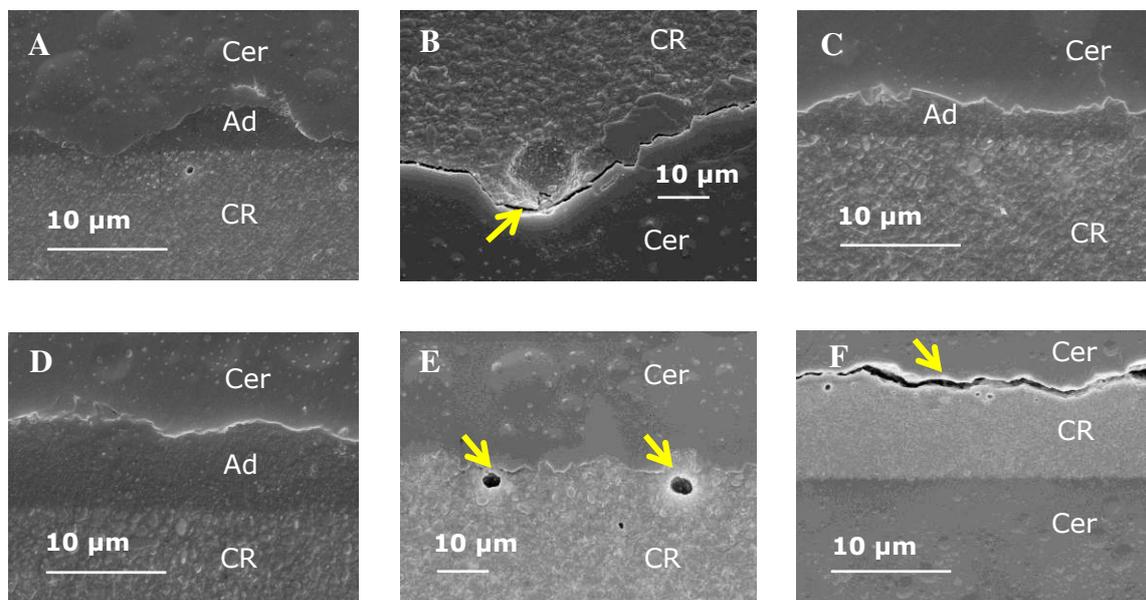


Figura 17 - Imagens resultantes da análise da interface de união (IPS e.max Press). CR: cimento resinoso; Cer: cerâmica; Ad: sistema adesivo. A: AF 1%; B: AF 2,5%; C: AF 5%; D: AF 7,5%; E: AF 10%; F: AF 15%. Imagem A, interação sem falhas entre cerâmica, sistema adesivo e cimento resinoso. Seta amarela na imagem B indica incompleta interação entre cerâmica e o cimento resinoso. O sistema adesivo infiltrou de forma eficaz nas imagens C e D. As setas amarelas nas Figuras E e F evidenciam falhas na interface do cimento resinoso e a cerâmica, quando o sistema adesivo não foi aplicado.

6 – DISCUSSÃO

A primeira hipótese que as diferentes concentrações do ácido fluorídrico aplicados na superfície das cerâmicas promoveriam a mesma topografia na superfície da cerâmica foi rejeitada. Tal fato pode ser verificado por meio das imagens em MEV das superfícies das cerâmicas após o condicionamento com diferentes concentrações do ácido fluorídrico. Nas imagens das Figuras 14 e 15, observam-se padrões de condicionamento diferentes de acordo com a composição da cerâmica e concentração do ácido fluorídrico, produzindo superfícies mais rugosas e evidentes com o aumento da concentração do ácido, corroborando com os estudos de Addison *et al.*, 2007 e Kukkiatrakoon *et al.*, 2007.

O ácido fluorídrico, utilizado nesse estudo, é um agente modificador e condicionador da superfície indicado para cerâmicas que contém sílica na composição (Torres *et al.*, 2009; Brum *et al.*, 2011) e atua dissolvendo a matriz vítrea, expondo os cristais e criando microporosidades/microretenções na estrutura da cerâmica (Al Edris 1990; Torres *et al.*, 2009; Kara *et al.*, 2012; Guarda *et al.*, 2012). Isto proporciona maior área de superfície, melhorando a qualidade da união (Al Edris 1990; Canay *et al.*, 2001; Spohr *et al.*, 2003; Güler *et al.*, 2005; Torres *et al.*, 2009; Hooshmand *et al.*, 2011; Guarda *et al.*, 2012), e promovendo maior contato entre o material restaurador e o cimento resinoso (Al Edris *et al.*, 1990; Roulet *et al.*, 1995; Kukiattrakoon *et al.*, 2007; Panah *et al.*, 2008; Brum *et al.*, 2011).

O grau de dissolução/rugosidade da cerâmica é proporcional à concentração do ácido fluorídrico (Figuras 14 e 15), podendo promover maiores valores de resistência de união (Roulet *et al.*, 1995), sendo esta diretamente influenciada mais pelo tipo do condicionante de superfície do que pelo tipo do cimento resinoso (Kato *et al.*, 2001). Verificou-se neste estudo que os menores valores de resistência de união ao microcissalhamento foram obtidos com as concentrações de 1 e 2,5% de ácido fluorídrico para as cerâmicas IPS Empress Esthetic e IPS e.max Press, provavelmente por essas concentrações serem insuficientes em dissolver de forma adequada a matriz vítrea das cerâmicas, em contra-partida às maiores concentrações (Figuras 14A, 14B, 15A, 15B), rejeitando a segunda hipótese deste estudo. Isso pode ser explicado, possivelmente, pelo menor contato entre a superfície da cerâmica com o cimento resinoso, promovendo menor imbricamento mecânico, conseqüentemente menores

valores de resistência de união, já que a resistência de união ao cisalhamento é influenciada pela rugosidade de superfície da cerâmica (Kukiattrakoon et al. 2007).

Quando as cerâmicas foram condicionadas com ácido fluorídrico a 7,5%, evidenciaram-se maiores valores de resistência de união em relação à concentração de 1%, não diferindo das demais concentrações analisadas neste estudo. A concentração de 7,5% foi suficiente para promover efetiva dissolução da matriz vítrea nos dois tipos de cerâmicas. Isto foi evidenciado pelo fato da concentração de 7,5% ser capaz de promover alteração topográfica suficiente, o que melhorou a interação mecânica do cimento resinoso na cerâmica. Desse modo, a concentração de 7,5% do ácido fluorídrico poderia ser indicada ante às concentrações de 10% e 15%, justamente pelos fatores toxicológicos e biológicos.

Chen *et al.*, 1996 e Zogheib *et al.*, 2011 verificaram aumento na rugosidade de superfície das cerâmicas feldspáticas com aumento do tempo de condicionamento ácido. Assim, neste estudo, se um tempo maior para condicionamento fosse utilizado com o ácido fluorídrico a 1 e 2,5%, provavelmente melhores valores de resistência de união seriam obtidos, assim como padrões mais seguros para o trabalho com ácido fluorídrico poderiam ser obtidos. Por fim, se o tempo de condicionamento ácido for excedido, pode ocorrer forte e profunda degradação da cerâmica enfraquecendo sua estrutura (Brentel *et al.*, 2007; Zogheib *et al.*, 2011). Além disso, o tamponamento do ácido pode aumentar o pH a medida que os reagentes da reação são consumidos, diminuindo seu efeito. Desse modo, cuidados devem ser tomados em relação ao aumento do tempo de condicionamento com ácido fluorídrico.

Quando o adesivo foi utilizado em associação ao silano, em ambas as cerâmicas, a resistência de união ao microcisalhamento foi significativamente superior em relação às amostras onde foi aplicado somente o silano, rejeitando a terceira hipótese deste estudo. Resultados semelhantes foram encontrados por Hooshmand *et al.*, 2002 e Naves *et al.*, 2010, os quais verificaram valores de resistência de união ao microcisalhamento significativamente superiores quando o sistema adesivo foi aplicado juntamente com o silano. Influência positiva também foi encontrada quando foi analisada a interface de união (Figuras 16C, 16D, 16E, 17A, 17C e 17D), em que pode se observar uma interface mais homogênea entre cerâmica e o cimento resinoso quando

o adesivo foi aplicado, qualquer que seja a concentração do ácido fluorídrico utilizado. Isso ocorreu devido à menor viscosidade do adesivo em relação ao cimento resinoso (Naves *et al.*, 2010) e pela melhor interação do adesivo quando é aplicado sobre a superfície da cerâmica tratada com silano (Canay *et al.*, 2001; Della Bona *et al.*, 2004; Güler *et al.*, 2005). Desse modo, o adesivo penetra mais facilmente na superfície condicionada da cerâmica que o cimento resinoso, que contém em sua composição partículas de carga que podem impedir a penetração nas irregularidades superficiais da cerâmica. Segundo Naves *et al.*, 2010, o adesivo preenche espaços que o cimento resinoso não é capaz de atuar. Na superfície da cerâmica onde não foi aplicado o adesivo, as imagens de interface mostraram espaços não preenchidos pelo cimento resinoso, com formação de falhas/bolhas (Figuras 16A, 16B, 16F, 17B, 17E, 17F), que podem atuar como ponto de concentração de tensão (Naves *et al.*, 2010) e contribui para o insucesso da restauração. Evidenciou, ainda, uma interface não homogênea, quando comparada ao grupo tratado com o adesivo. Tal condição pode influir negativamente na qualidade da união, exemplificado na Figura 16F e a correlação com o padrão de fratura. O Grupo EST15 Ad apresentou redução de 30% no padrão de fratura coesiva na cerâmica quando o adesivo foi aplicado, podendo estar correlacionado com a menor quantidade de falhas na interface da união pela presença do adesivo.

As análises dos padrões de fratura mostraram maior porcentagem de fraturas coesivas em cerâmica para as amostras dos grupos confeccionados com a cerâmica IPS Empress Esthetic, porém não observado nos grupo confeccionados com a cerâmica IPS e.maxPress. Essa diferença pode ser explicada pela baixa resistência a propagação de trincas na cerâmica IPS Empress Esthetic, em função das diferenças na composição dos materiais cerâmicos, distribuição não homogênea de tensão na interface pelo microcisalhamento (Della Bona *et al.*, 2003), ou pela influência do aumento da concentração do ácido fluorídrico na superfície da cerâmica à base de leucita.

A cerâmica IPS Empress Esthetic é uma cerâmica vítrea reforçada por cristais de leucita, sendo que o grau da fase cristalina em $35, 55 \pm 5$ vol%, indicada para confecção de *inlays*, *onlays*, coroas e para cobertura de cerâmicas de infra-estrutura. Já a cerâmica IPS e.max Press é uma cerâmica vítrea reforçada por cristais de dissilicato de lítio, com 70 ± 5 vol% de fase cristalina. Essas características proporcionam melhores propriedades mecânicas para a cerâmica IPS emax Press (Höland *et al.*, 2000), além de

ser indicada para restaurações de prótese parcial fixa de três elementos até região de 2° pré-molar (Taskonak *et al.*, 2006). De acordo com Melo *et al.*, 2007, o maior volume da fase cristalina e a menor quantidade de matriz vítrea produz menor quantidade de fratura coesiva nessa cerâmica, somado ao fato de que a cerâmica IPS Empress Esthetic é submetida à um maior tempo de condicionamento ácido comparado à IPS e.max Press, o que pode, igualmente, colaborar para os padrões coesivos em cerâmica encontrados.

Não houve diferença estatística entre as diferentes cerâmicas nos resultados de resistência de união ao microcisalhamento. Essa situação expõe a importância da alteração superficial para a produção de uma forte união entre os materiais. Embora possuam composições distintas, as superfícies resultantes do condicionamento ácido na cerâmica forneceram um sítio apto para que houvesse a imbricação mecânica do material resinoso na cerâmica, mesmo produzindo padrões de condicionamento diferentes. Supõe-se que a cerâmica IPS Empress Esthetic fornecesse maiores valores de resistência de união, já que possui maior quantidade de matriz vítrea em sua composição, portanto maior quantidade de sílica disponível para a união química ao silano. Por outro lado, a retenção micromecânica ao IPS e.max Press pode apresentar-se maior devido ao aspecto “agulhado” dos cristais (Figura 14 D), podendo compensar assim a menor quantidade de fase vítrea. Futuros estudos devem buscar outras formas de avaliar a resistência de união, como a microtração, e dessa forma confirmar ou não, os achados do presente estudo.

Neste estudo utilizamos o ensaio de resistência de união ao microcisalhamento para avaliar a resistência entre cimento resinoso e cerâmica. Embora a literatura relate que o teste de resistência ao microcisalhamento propicia distribuição irregular de tensões na interface (Shimada *et al.* 2002). Pahnah *et al.* (2008) afirmam que por se tratar de uma área reduzida submetida ao teste de resistência de união, a distribuição de tensão na interface é uniforme. Assim, acredita-se que clinicamente, as forças de cisalhamento sejam as grandes responsáveis pelas falhas das restaurações (Shimada *et al.* 2002; Pattanaik *et al.* 2011). De acordo com Panah *et al.* (2008), esse ensaio não gera tensões indesejáveis na interface de união durante o procedimento de preparo dos corpos-de-prova, o que já pode acontecer no ensaio de resistência de união

à microtração. Segundo Torres et al. (2009) a confecção das amostras é simples e permite que múltiplas amostras possam ser confeccionadas na mesma amostra cerâmica.

Para os grupos EMX1 e EMX1 *Ad*, 100% das falhas foram adesivas, indicando baixa qualidade na união proporcionada pela concentração de 1% do ácido fluorídrico. Entretanto, ocorreu inversão quando a concentração do ácido aumentou, tanto para cerâmica IPS Empress Esthetic como para a cerâmica IPS e.max Press. Para os grupos EMX7,5%, EMX7,5% *Ad*, EMX10% *Ad* maior quantidade de fratura coesiva em cimento foi observada, provavelmente pela melhor imbricação entre cerâmica e cimento resinoso (Naves *et al.*, 2010). Portanto, a qualidade da união não deve somente ser avaliada pelos valores da resistência de união, mas pela associação dessa mensuração com as análises do modo de fratura e fractografia, com a finalidade de prever o desempenho clínico (Hooshmand *et al.*, 2002; Della Bona *et al.*, 2003).

Considera-se oportuno relatar que os valores de resistência de união são números que devem ser interpretados com cuidado e que a variável resistência de união deve ser restringida às comparações dos efeitos nas propriedades dos materiais, microestrutura e condições de tratamento, que podem aumentar os valores de união (Shimada *et al.*, 2002). Além disso, a cavidade bucal apresenta um ambiente diferente da avaliação *in vitro*. A presença de água, mudança de temperatura e pH podem afetar a resistência de união (Kukiattrakoon *et al.*, 2007).

7 - CONCLUSÃO

Dentro das limitações do presente estudo, as seguintes conclusões podem ser definidas:

1 - A concentração do ácido influenciou na topografia e homogeneidade da superfície/interface.

2 - A concentração de ácido fluorídrico correlaciona-se com os valores de resistência de união, sendo que a concentração de 7,5% proporcionou valores semelhantes às concentrações de 10 e 15%.

3 - O sistema adesivo atuou positivamente na resistência de união ao microcissalhamento, como também promoveu interface de união mais homogênea, para as duas cerâmicas.

4 - A cerâmica IPS Empress Esthetic apresentou tendência a fraturas coesivas em cerâmica, sendo que para IPS e.max Press a tendência foram fraturas coesivas em cimento e mistas.

REFERÊNCIAS*

1. ADDISON O, MARQUIS PM, FLEMING GJP. The impact of hydrofluoric acid surface treatments on the performance of a porcelain laminate restorative material. *Dent Mater.* 2007; 23(4): 461-468.
2. AL EDRIS A, JABR AAJ, COOLEY RL, MARGHI N. SEM evaluation of etch patterns by three etchants on three porcelains. *J Prosthet Dent.* 1990; 64(6): 734-739.
3. BLATZ MB, SADAN A, KERN M. Resin-ceramic bonding: a review of literature. *J Prosthet Dent.* 2003; 89(3): 268-274.
4. BRENTEL AS, ÖZCAN M, VALANDRO LF, ALARÇA LG, AMARAL R, BOTTINO MA. Microtensile bond strength of a resin cement to feldspathic ceramic after different etching and silanization regimens in dry and aged conditions. *Dent Mater.* 2007; 23(11): 1323-1331.
5. BRUM R, MAZUR R, ALMEIDA J, BORGES G, CALDAS D. The influence of surface standardization of lithium disilicate glass ceramic on bond strength to a dual resin cement. *Oper Dent.* 2011; 36(5): 478-485.
6. CHEN JH, MATSUMURA H, ATSUTA M. Effect of different etching periods on the bond strength of a composite resin to a machinable porcelain. *J Dent.* 1998; 26(1): 53-58.
7. CHEN TM, BRAUER GM. Solvent effects on bonding organo-silane to silica surfaces. *J Dent Res.* 1982; 61(12): 1439-1443.
8. CANAY S, HERSEK N, ERTAN A. Effect of different acid treatments on a porcelain surface. *J Oral Rehabil.* 2001; 28(1): 95-101.
9. DELLA BONA A, SHEN C, ANUSAVICE KJ. Work of adhesion of resin and treated lithiadisilicate-based ceramic. *Dent Mater.* 2004; 20(4): 338-344.
10. DELLA BONA, ANUSAVICE KJ. Microstructure, Composition, and Etching Topography of Dental Ceramics. *Int J Prosthodont.* 2002;15(2): 159-167.

11. DELLA BONA A, ANUSAVICE KJ, MECHOLSKY JJ. Failure analysis of resin composite bonded to ceramic. *Dent Mater.* 2003; 19(8): 693-699.
12. FABIANELLI A, POLLINGTON S, PAPACCHINI F, GORACCI C, CANTORO A, FERRARI M, VAN NOORT R. The effect of different surface treatments on bond strength between leucite reinforced feldspathic ceramic and composite resin. *J Dent.* 2010; 38(1): 39-43.
13. GUARDA GB, CORRER AB, GONÇALVES LS, COSTA AR, BORGES GA, SINHORETI MAC, CORRER-SOBRINHO L. Effects of surface treatments, Thermocycling, and Cyclic Loading on the Bond Strength of a Resin Cement Bonded to a Lithium Disilicate Glass Ceramic. *Oper Dent.* 2012; 38(1): 000-000.
14. GULER AU, YILMAZ F, URAL Ç, GULER E. Evaluation of 24-hour shear bond strength of resin composite to porcelain according to surface treatment. *Int J Prosthodont.* 2005; 18(2): 156-160.
15. HAYAKAWA I, HORIE K, AIDA M, KANAYA H, KOBAYASHI T, MURATA Y. The influence of surface conditions and silane agents on the bond of resin to dental porcelain. *Dent Mater.* 1992; 8(4): 238-240.
16. HÖLAND W, SCHWEIGER M, FRANK M, RHEINBERGER V. A comparison of the microstructure and Properties of the IPS Empress 2 and the IPS Empress Glass-Ceramics. *J Biomed Mater Res.* 2000; 53(4): 297-303.
17. HOOSHMAND T, VAN NOORT R, KESHVAD A. Bond durability of the resin-bonded and silane treated ceramic surface. *Dent Mater.* 2002; 18(2): 179-188.
18. HOOSHMAND T, ROSTAMI G, MARJAN B, MOSTAFA F, KESHVAD A, VAN NOORT R. Interfacial fracture toughness of different resin luting cements bonded to a lithium disilicate glass ceramic. *J Dent.* 2012; 40(2):139-145.
19. KARA HB, DILBER E, KOC O, OZTURK AN, BULBUL M. Effect of different surface treatments on roughness of IPS Empress 2 ceramic. *Lasers Med Sci.* 2012; 27(2): 267-272.

20. KATO H, MATSUMURA H, IDE T, ATSUTA M. Improved bonding of adhesive resin to sintered porcelain with the combination of acid etching and a two-liquid silane conditioner. *J Oral Rehabil.* 2001; 28(1): 102-108.
21. KUKIATTRAKOON B, THAMMASITBOON K. The effect of different etching times of acidulated phosphate fluoride gel on the shear bond strength of high-leucite ceramics bonded to composite resin. *J Prosthet Dent.* 2007; 98(1): 17-23.
22. MADINA MMA, ÖZCAN M, BADAWI MF. Effect of surface conditionin and taper angle on the retention of IPS e.max Press crowns. *J Prosthodont.* 2010; 19(3): 200-204.
23. MELDRUM M. Toxicology of hydrogen fluoride in relation to major accident hazards. *Regul Toxicol Pharmacol.* 1999; 30(2 pt 1): 110-116.
24. MELO RM, VALANDRO LF, BOTTINO MA. Microtensile bond strength of a repair composite to leucite-reinforced feldspathic ceramic. *Braz Dent J.* 2007; 18(4): 314-319.
25. FILHO AM, VIEIRA LCC, ARAÚJO E, MONTEIRO-JUNIOR S. Effect of different ceramic surface treatments on resin microtensile bond strength. *J Prosthodont.* 2004; 13(1): 28-35.
26. 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(8): 598-605.
27. NAVES LZ, SOARES CJ, MORAES RR, GONÇALVES LS, SINHORETI MAC, CORRER-SOBRINHO. Surface/Interface Morphology and Bond Strenght to Glass Ceramic Etched for Different Periods. *Oper Dent.* 2010; 35(4): 420-427.
28. ÖZCAN M, ALLAHBEICKARAGHI, DÜNDAR M. Possible hazardous effects of hydrofluoric acid and recommendations for treatment approach: a review. *Clin Oral Investig.* 2012; 16(1): 15-23.

29. PANAH FG, REZAI SMS, 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(5): 409-414.
30. PATTANAIK S, WADKAR A. Effect of etchant variability on shear bond strength of all ceramic restorations – an in vitro study. *J Indian Prosthodont Soc.* 2011; 11(1): 55-62.
31. PISANI-PROENÇA J, ERHARDT MCG, VALANDRO LF, GUTIERREZ-ACEVES G, BOLANOS-CARMONA MV, CASTILHO-SALMERON, BOTTINO MA. Influence of ceramic surface conditioning and resin cements on microtensile bond strength to a glass ceramic. *J Prosthet Dent.* 2006; 96(6): 412-417.
32. ROULET JF, SÖDERHOLM KJM, LONGMATE J. Effects of treatment and storage conditions on ceramic/composite bond strength. *J Dent Res.* 1995; 74(1): 381-387.
33. SHEN C, WON-SUCK OH, WILLIAMS JR. Effect of post-silanization drying on the bond strength of composite to ceramic. *J Prosthet Dent.* 2004; 91(5): 453-458.
34. SHIMADA Y, YAMAGUCHI S, TAGAMI J. Micro-shear bond strength of dual-cured resin cement to glass ceramics. *Dent Mater.* 2002; 18(5): 380-388.
35. SPOHR AM, CORRER-SOBRINHO L, CONSANI S, SINHORETI MAC, KNOWLES J.C. Influence of surface conditions and silane agent on the bond of resin to IPS Empress 2 ceramic. *Int J Prosthodont.* 2003; 16(3): 277-282.
36. TASKONAK B, SERTGÖZ A. Two-year clinical evaluation of lithia-disilicate-based all-ceramic crowns and fixed partial dentures. *Dent Mater.* 2006; 22(11): 1008-1013.
37. TORRES SMP, BORGES GA, SPOHR AM, CURY AADB, YADAV S, PLATT JA. The effect of surface treatments on the micro-shear bond strength of a resin luting agent and four all-ceramic systems. *Oper Dent.* 2009; 34(4): 399-407.

38. TRAKYAL G, MALKONDU Ö, KAZAZOGLU E, ARUN T. Effects of different silanes and acid concentrations on bond strength of brackets to porcelain surfaces. *Eur J Orthod*. 2009; 31(4): 402-406.
39. ZOGHEIB LV, DELLA BONA A, 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.
40. ZORTUK M, KILIC , GURBULAK AG, KESIM B, UCTASLI S. Tensile bond strength of a lithium-disilicate pressed glass ceramic to dentin of different surface treatments. *Dent Mater J*. 2010; 29(4): 418-424.