

Lucas Zago Naves

**MORFOLOGIA DA SUPERFÍCIE E RESISTÊNCIA DA UNIÃO DE
CERÂMICA IPS EMPRESS ESTHETIC SUBMETIDA A
DIFERENTES TRATAMENTOS**

Dissertação apresentada a Faculdade de
Odontologia de Piracicaba da
Universidade Estadual de Campinas
para obtenção do título de mestre em
Materiais Dentários.

Orientador: Prof.Dr.Lourenço Correr
Sobrinho

Co-Orientador: Prof. Dr. Carlos José
Soares

**PIRACICABA - SP
2009**

**FICHA CATALOGRÁFICA ELABORADA PELA
BIBLIOTECA DA FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE PIRACICABA**

Bibliotecária: Marilene Girello – CRB-8ª. / 6159

N229m Naves, Lucas Zago.
Morfologia da superfície e resistência da união de cerâmica
IPS Empress Esthetic submetida a diferentes tratamentos. /
Lucas Zago Naves. -- Piracicaba, SP: [s.n.], 2009.

Orientadores: Lourenço Correr Sobrinho, Carlos José Soares.
Dissertação (Mestrado) – Universidade Estadual de
Campinas, Faculdade de Odontologia de Piracicaba.

1. Porcelana dentária. 2. Resinas compostas. 3. Ácido
fluorídrico. I. Correr Sobrinho, Lourenço. II. Soares, Carlos José.
III. Universidade Estadual de Campinas. Faculdade de
Odontologia de Piracicaba. IV. Título.

(mg/fop)

Título em Inglês: Bond strength and surface/interface morphology of luting polymers and
glass ceramic etched for different periods

Palavras-chave em Inglês (Keywords): 1. Dental porcelain. 2. Composite resins. 3.
Hydrofluoric acid

Área de Concentração: Materiais Dentários

Titulação: Mestre em Materiais Dentários

Banca Examinadora: Lourenço Correr Sobrinho, Alfredo Júlio Fernandes Neto, Mario
Alexandre Coelho Sinhoreti

Data da Defesa: 20-02-2009

Programa de Pós-Graduação em 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 20 de Fevereiro de 2009, considerou o candidato LUCAS ZAGO NAVEI aprovado.

A handwritten signature in blue ink, appearing to read "Lourenço", written over a horizontal line.

PROF. DR. LOURENÇO CORRER SOBRINHO

A handwritten signature in blue ink, appearing to read "Alfredo", written over a horizontal line.

PROF. DR. ALFREDO JÚLIO FERNANDES NETO

A handwritten signature in blue ink, appearing to read "Mario", written over a horizontal line.

PROF. DR. MARIO ALEXANDRE COELHO SINHORETE

Dedico esse trabalho...

Aos meus Pais

Por todos os caminhos e estímulos proporcionados.

A Uiara

Por saber e querer compartilhar todos os detalhes.

A Vida

Que continue sendo sempre sincera...

AGRADECIMENTOS ESPECIAIS

Ao meu orientador Prof. Dr. *Lourenço Correr Sobrinho* pelo constante esforço em fazer com que me sentisse sempre casa, pela amizade, pelo crédito, pelos conselhos, enfim, pela orientação não só acadêmica e profissional, como a orientação pessoal e amiga. Muito Obrigado, Professor!

Ao meu co-orientador Prof. Dr. *Carlos José Soares* pelo exemplo verdadeiro de ser humano que acredita profundamente no trabalho e que sempre soube despertar, mesmo que nas entrelinhas, o melhor e a essência real de cada um. Devo-lhe além de minha paixão e admiração pela Ciência, minha certeza que o caminho inspirado é e será sempre recompensador. Ao senhor, meu mais profundo e sincero Muito Obrigado!

AGRADECIMENTOS

Ao Magnífico Reitor da Universidade Estadual de Campinas, Prof. Dr. *José Tadeu Jorge*.

À Faculdade de Odontologia de Piracicaba – UNICAMP, nas pessoas do Diretor, Prof. Dr. *Francisco Haiter Neto* e Diretor Associado Prof. Dr. *Marcelo de Castro Meneghim*.

À Coordenadoria de Pós-Graduação e Coordenadoria da Área de Materiais Dentários, pela oportunidade de expandir meus conhecimentos cursando Pós-Graduação em nível de Mestrado.

Ao corpo docente do Programa de Pós-Graduação em Materiais Dentários da Faculdade de Odontologia de Piracicaba – UNICAMP:

Prof. Dr. *Simonides Consani*, pela serenidade e sabedoria compartilhadas;

Prof. Dr. *Mario Fernando de Goes*, pela seriedade na transmissão dos conhecimentos;

Prof. Dr. *Mário Alexandre Coelho Sinhoreti*, pela disponibilidade em ajudar e compartilhar os conhecimentos;

Prof. Dra. *Regina Maria Puppim Rontani*, pela sinceridade e experiência transmitidas.

Aos colegas e funcionários do Programa de Pós-Graduação em Materiais Dentários da Faculdade de Odontologia de Piracicaba – UNICAMP, com quem tive contato durante esse período de formação.

Ao Magnífico Reitor da Universidade Federal de Uberlândia, Prof. Dr. *Alfredo Júlio Fernandes Neto*, pela formação acadêmica e pessoal durante a graduação e pela disponibilidade em participar da banca avaliadora deste trabalho.

Ao professores, colegas e funcionários da Faculdade de Odontologia da Universidade Federal de Uberlândia, pela oportunidade de convivência construtiva.

Ao órgão de fomento à pesquisa que financiou este estudo, CAPES.

A *todas* as demais pessoas que foram importantes para a execução do trabalho.

RESUMO

Este estudo avaliou a morfologia de superfície e resistência de união ao microcisalhamento entre a cerâmica reforçada por leucita IPS Empress Esthetic (Ivoclar-Vivadent) e o cimento resinoso Variolink II (Ivoclar-Vivadent), em diferentes tempos de condicionamento da cerâmica, com e sem aplicação do adesivo após o uso do silano. Setenta e dois discos cerâmicos (6mm de diâmetro x 2mm de espessura) foram confeccionados, embutidos em resina e divididos em 12 grupos (n=6), definidos pelo tempo condicionamento com ácido fluorídrico 10% e aplicação ou não de adesivo após o uso do silano: G1 e G7 - 10s de condicionamento ácido, G2 e G8 - 20 s; G3 e G9 - 40 s; G4 e G10 - 60 s; G5 e G11 - 120 s e G6 e G12 - 60 + 60s. O silano foi aplicado em todos os grupos e metade dos grupos (de G7 a G12) receberam uma camada do adesivo (Scotchbond MP - 3M/ESPE). Molde de elastômero com dois orifícios cilíndricos (1,2mm de diâmetro x 2mm de altura) foi adaptado sobre a superfície da cerâmica para a construção de dois cilindros por amostra, totalizando 12 cilindros por grupo. Para tal, os orifícios foram preenchidos com o cimento resinoso (Variolink II), fotoativados por 40 s e submetidos ao ensaio de resistência de união ao microcisalhamento a velocidade de 0,5mm/min. e o padrão de fratura foi analisado. Os dados foram submetidos à Análise de Variância e ao teste de Student-Newman-Keul ($p<0,05$). A topografia e a interface de união foram avaliadas em MEV. A resistência de união ao microcisalhamento (MPa) foi $19,4\pm3,5$ (G1), $22,3\pm5,1$ (G2), $22,2\pm3,2$ (G3), $17,8\pm2,1$ (G4), $15,3\pm3,0$ (G5), $14,3\pm1,8$ (G6) para os grupos tratados com silano, e $17,4\pm4,8$ (G7), $21,3\pm2,1$ (G8), $21,1\pm2,3$ (G9), $24,7\pm5,8$ (G10), $20,4\pm2,2$ (G11) e $18,5\pm4,6$ (G12) para os grupos tratados com silano + adesivo. Houve redução de falhas adesivas e aumento das mistas com o aumento do tempo de condicionamento para os grupos tratados com silano e equilíbrio da falhas adesivas e mistas para os grupos tratados com silano + adesivo, exceto para os grupos G11 e G12 onde houve predominância de falhas mistas. Pouca alteração na topografia de superfície foi detectada nas amostras condicionadas por 10s, canais apresentando sulcos profundos puderam ser notados em praticamente toda a extensão das superfícies cerâmicas re-condicionadas (60+60s - G6 e G12). Espaços não-preenchidos ao longo da interface cerâmica-cimento resinoso foram detectados em intensidade crescente a partir de 60s de condicionamento, quando apenas o silano foi aplicado, enquanto um preenchimento

homogêneo, caracterizado por íntimo contato com a cerâmica pode ser percebido quando o adesivo foi utilizado, exceto para o grupo recondicionado – G12.

Palavras-chaves: cerâmicas vítreas, leucita, cimentos resinosos, microcissalhamento, caracterização de superfície.

ABSTRACT

This study evaluated the influence of etching times on surface/interface morphology and micro-shear bond strength to Empress Esthetic leucite-reinforced glass ceramic (Ivoclar-Vivadent), with or without application of an unfilled resin after silane. Ceramic discs were divided into 12 groups ($n = 6$), defined by the etching time with 10% hydrofluoric acid: G1 and G7 - etching for 10s, G2 and G8 - 20 s; G3 and G9 - 40 s; G4 and G10 - 60 s; G5 and G11 - 120 s and G6 and G12 - 60 + 60s. Half of the groups (G7 to G12) received a layer of unfilled resin (Scotchbond MP/ 3M ESPE) after silane coupling. Micro-shear bonding test using Variolink II resin cement (Ivoclar-Vivadent) was performed, and data submitted to two-way ANOVA and Student-Newman-Keuls' test ($p < 0.05$). Evaluation of the etching pattern and bonding interfaces was conducted by Scanning Electron Microscopic (SEM). Means micro-shear bond strengths (MPa) were 19.4 ± 3.5 (G1), 22.3 ± 5.1 (G2), 22.2 ± 3.2 (G3), 17.8 ± 2.1 (G4), 15.3 ± 3.0 (G5), 14.3 ± 1.8 (G6) for groups treated with silane, and 17.4 ± 4.8 (G7), 21.3 ± 2.1 (G8), 21.1 ± 2.3 (G9), 24.7 ± 5.8 (G10), 20.4 ± 2.2 (G11) e 18.5 ± 4.6 (G12) for groups treated with silane and unfilled resin. Poor etching topography was detected on 10s etched surfaces, whereas fissures forming deep grooved channels were extensively observed in 120s and 60+60s ceramics surfaces. Unfilled spaces underlying the ceramic-resin cement interface were detected when only silane was applied. Fully completion of the irregularities on 60s and 120s samples were detected using the unfilled resin, although this material was unable to completely fill the irregularities on 60+60s (G12) ceramic. When only silane was applied, the 60s and the groups etched for longer periods (120 and 60+60s - G5 and G6) showed lower bond strengths, but when both silane and unfilled resin were applied, all etching times generally showed similar values. The etching protocol influenced the surface/interface topography and bond strength to ceramic. The application of unfilled resin was able to infiltrate all unfilled spaces beneath the ceramic-resin cement interface detected when only silane was applied, except on the re-etched (60+60s - G12) ceramic.

Key-words: vitreous ceramics, leucite, microshear, resin cements, surface characterization.

SUMÁRIO

INTRODUÇÃO	01
CAPÍTULO ÚNICO: <i>Bond Strength and Surface/Interface Morphology of Luting Polymers and Glass Ceramic Etched for Different Periods.</i>	03
CONSIDERAÇÕES GERAIS	19
CONCLUSÃO	21
REFERÊNCIAS	22
APÊNDICE – <i>Metodologia Ilustrada</i>	24
ANEXO – <i>Confirmação de envio a periódico</i>	32

INTRODUÇÃO

Cerâmicas odontológicas têm sido largamente utilizadas como materiais restauradores na Odontologia devido a crescente demanda por estética satisfatória, biocompatibilidade e desempenho mecânico compatível com as condições bucais (Albakry *et al.*, 2004). Desde a introdução até os dias atuais, os materiais cerâmicos têm evoluído muito quanto a sua composição e diferentes métodos de processamento, podendo ser classificadas em: vítreas (dissilicato de lítio, leucita e feldspáticas), a base de alumina (óxido de alumina) e a base de zircônia (policristais de zircônia estabilizados por óxido) (Conrad *et al.*, 2007).

A associação de diferentes composições cerâmicas com técnicas laboratoriais avançadas tem resultado em materiais com propriedades mecânicas e estéticas aprimoradas. Dentre esses materiais, o sistema cerâmico IPS Empress (Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein), processada por termo-prensagem e que tem a leucita como fase cristalina de reforço. Recentemente, o sistema cerâmico IPS Empress foi substituído no mercado pelo sistema cerâmico IPS Empress Esthetic, que apresenta na sua composição tamanho médio de cristais de leucita, distribuídos de maneira mais homogênea pela fase vítrea (Ivoclar-Vivadent, 2004).

A possibilidade de provocar modificações nas superfícies cerâmicas por meio condicionamento ácido aumentando dessa forma a superfície de contato, melhorou a interação com o material de fixação, possibilitando procedimentos de cimentação de maior efetividade (Hussain *et al.*, 1979). Além disso, associado à aplicação do silano, possibilitou também a realização de reparos intra-bucais dos materiais cerâmicos (Blatz *et al.*, 2003). O condicionamento com ácido fluorídrico consiste em protocolo de pré-tratamento bem estabelecido das superfícies cerâmicas (al Edris *et al.*, 1990). A leucita ($K_2O \cdot Al_2O_3 \cdot 4SiO_2$), que é o componente cristalino principal da cerâmica IPS Empress e IPS Empress Esthetic, destaca-se da matriz vítrea circundante após o condicionamento, produzindo sulcos e depressões retentivas ao longo da superfície, semelhantes a “colméia de abelha” (Borges *et al.*, 2003). A quantidade e o tamanho das irregularidades geradas em diferentes cerâmicas têm sido associados com o tempo de condicionamento ácido (Chen *et al.*, 1998, Canay *et al.*, 2001; Shimada *et al.*, 2002; Kukiattrakoon & Thammasitboon, 2007) formulação (Canay *et al.*, 2001) e concentração do ácido (Canay *et al.*, 2001; Barghi *et al.*, 2006).

O condicionamento ácido altera topografia de superfície interferindo na adesão à cerâmica. Para que o aumento da superfície de contato gerado pelo condicionamento seja otimizado, o agente usado na cimentação da peça cerâmica deve apresentar capacidade suficiente de molhamento para preencher todas as irregularidades (Jardel *et al.*, 1999b; Jardel *et al.*, 1999a; Oh *et al.*, 2002).

Embora, a maioria dos fabricantes recomende a aplicação do cimento resinoso diretamente sobre a superfície interna da peça cerâmica, após aplicação do silano, é questionável se o cimento resinoso seria capaz de molhar adequadamente a superfície preenchendo todas as irregularidades oriundas do condicionamento. Além disso, é necessário considerar que a superfície interna das restaurações cerâmicas é comumente irregular. Dessa forma, é possível que a aplicação de uma resina sem carga com baixa viscosidade e maior capacidade de molhamento poderia melhorar a adaptação ao longo da interface cimento-cerâmica, porém esse efeito ainda não está bem estabelecido.

Assim, estudos objetivando analisar a relação entre as diferentes topografias de superfície provenientes de condicionamentos distintos e as características da interface cerâmica-cimento resinoso ou cerâmica-adesivo podem ser importantes para prever o comportamento de restaurações cerâmicas após processo de cimentação.

A proposição desse estudo então é avaliar a resistência de união ao microcisalhamento entre o cimento resinoso Variolink II e a cerâmica IPS Empress Esthetic, nas seguintes variáveis:

- Submetida a diferentes períodos de condicionamento: 10s, 20s, 40s, 60s, 120s e 60+60s (recondicionamento);
- Com ou sem o uso do adesivo após a aplicação do silano;

Foi intenção avaliar também:

- As características morfológicas das superfícies condicionadas e a interface criada como substrato envolvido;
- Análise do padrão de fratura.

A hipótese testada foi que tempos de condicionamentos maiores promoveriam superfícies mais irregulares e aumento nos valores de resistência de união da cerâmica.

CAPÍTULO ÚNICO

Bond Strength and Surface/Interface Morphology of

Luting Polymers and Glass Ceramic Etched for Different Periods

Introduction

Dental ceramics are being widely used as restorative materials in dentistry due to increasing demands for esthetics, biocompatibility and mechanical performance to withstand the oral conditions (1). Combination of different ceramics compositions and novel laboratory techniques has resulted in materials with improved mechanical properties and enhanced esthetics (2). One of these materials is the IPS Empress (Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein), a hot-pressed leucite-reinforced glass ceramic with properties well-reported in literature (3-6). However, there are few studies evaluating the Empress Esthetic ceramic (7-9), which was recently introduced presenting finer leucite grains distributed in a more homogeneous way than its predecessor, Empress (10).

The surface modification susceptible by means of acid etching results in increased contact surface, improves the interaction between ceramic and resin cement, allowing more effective luting procedures. This concept first reported by Hussain (11), in 1979, was extended to repair fractured ceramic restorations in the mouth (12). Hydrofluoric (HF) acid etching is a well-accepted pre-treatment that produces an irregular surface topography on ceramic (13). The main crystalline component of Empress Esthetic is leucite ($K_2O \cdot Al_2O_3 \cdot 4SiO_2$), which is displaced from the surrounding glassy matrix when etched and, in this way, producing retentive microchannels along the surface (14). The number and size of such irregularities, in leucite based materials or other etching susceptible ceramics, have been associated with the etching time (15-17), acid formulation and dilution of acid solution (18, 19).

The etching procedure might also interfere with the surface topography after etching and the bonding to ceramic as well. To take fully advantage of the increased energy on etched ceramic surfaces, the luting agent needs sufficient wettability to completely infiltrate the irregularities (20-22). Most manufacturers recommend the use of resin cements directly on the internal ceramic surface after application of a silane coupling agent. However, it remains questionable whether the silane coupling agent and the luting material would be able to properly wet the ceramic surface and fill up all irregularities when

increased etching times are used, especially considering that the internal surfaces of indirect restorations are commonly irregular. It is possible that the use of an unfilled resin would be able to improve the adaptation of the substrates along the ceramic-polymer interface, and so the bonding ability, but these effects are not completely comprehended.

The purpose of this study was to evaluate the bond strength of a dual-cured resin luting agent to a hot-pressed leucite-reinforced glass ceramic after different etching times, either using or not a bonding resin after silane application. This study also characterized the morphology of the etched surfaces and the interfaces created between the substrates involved. The hypothesis tested was that longer etching times would create more surface irregularities and increase the bond strength to ceramic.

Materials and Methods

Ceramic specimens

Ceramic discs, with 6 mm in diameter and 1 mm in thickness of leucite-reinforced glass ceramic Empress Esthetic, shade ETC2, were made in accordance with the manufacturer instructions. Seventy-two patterns were made with organic wax (Thowax; Yeti Dentalprodukte, Engen, Germany), invested with phosphate-based material (Esthetic Speed; Ivoclar Vivadent) and heated at 850°C for 1 h in a ceramic oven (Austromat M; Dekema Dental-Keramiköfen, Freilassing, Germany). The ceramic was then heat pressed into the molds, using the EP600 furnace (Ivoclar Vivadent). Afterwards, the ceramic samples were embedded in epoxy resin and wet-polished with 400-, 600- and 1200-SiC abrasive papers in order to create a smooth, flat surface.

Etching protocol and surface treatment

In order to evaluate the effect of different conditioning protocols, the ceramic specimens were divided into 12 groups (n= 6), defined by the etching protocol using 10% hydrofluoric acid (Cond AC; FGM, Joinville, SC, Brazil): G1 and G7 - etching for 10s, G2 and G8 - 20 s; G3 and G9 - 40 s; G4 and G10 - 60 s; G5 and G11 – 120 s and G6 and G12 – 60 + 60s. After etching, the ceramic was rinsed with air/water spray for 20 s and dried with air for 10 s. For the re-etched group, rinsing and drying were performed before the second acid exposure. A silane coupling agent (RelyX ceramic primer; 3M ESPE, St. Paul,

MN, USA) was applied on the surfaces using a cavity brush (CaviBrush; FGM, Joinville, SC, Brazil) and gently air-dried to a thin layer for 60 s. In half of specimens of each group, a thin layer of unfilled resin (Scotchbond Multi-Purpose; 3M ESPE) was applied using a cavity brush (CaviBrush; FGM). This adhesive system was selected due its low viscosity, filler absence and because it is gold standard reference in dentistry literature.

Bond strength and failure analysis

In order to obtain specimens for the micro-shear bond strength test, the experimental set-up shown in Figure 1 was carried out. Elastomeric molds with 0.5 mm-thick, each with two cylinder-shaped orifices (1.2 mm in diameter), were placed onto the ceramic surfaces, allowing delimitation of the bonding area. For the groups in which the bonding resin was applied, photo-activation was performed for 20 s using a quartz-tungsten-halogen curing unit (XL2500; 3M ESPE, 700 mW/cm²), with the light guide tip positioned over the mold surface. Thereafter, equal volumes of base and catalyst pastes of Variolink II dual-cured resin luting agent (Ivoclar-Vivadent), shade A3, were mixed for 15 s; the material was used to fill the orifices, and a transparent polyester strip was placed over the filled mold. A constant and uniform 250 g cementation load was then applied for 2 min using a custom-made device. The luting agent was photo-activated for 40 s (XL2500; 3M ESPE, 700 mW/cm²), with the light guide placed over the polyester strip, and the samples were stored in distilled water at 37°C, for 24 hours.

All resin cylinders were checked with digital caliper (Starret, Itu, SP, Brazil) and under magnification (40×): those presenting flaws, irregularities, bonding defects or dimensional alteration were eliminated. For the micro-shear test, a thin steel wire (0.2 mm in diameter) was looped around each cylinder and aligned with the bonding interface. The test was conducted on a mechanical testing machine (model 4411; Instron Inc., Canton, MA, USA), at a crosshead speed of 0.5 mm/min until failure. Bond strength values were calculated in MPa. For each group, 12 resin cylinders were tested, 2 per ceramic disc. Bond strength data were submitted to two-way analysis of variance (ANOVA, etching protocol vs. surface treatment) and to test non-linear regression analyze was used Student-Newman-Keuls' test ($P < .05$). The fractured specimens were examined under optical microscopy at a 40x magnification. Modes of failure were classified as follows: adhesive failure (Mode

1), cohesive failure within ceramic (Mode 2), or mixed failure involving bonding agent, luting material and ceramic (Mode 3).

SEM evaluation

Representative samples of each etched surfaces were coated with gold and examined by SEM (LEO 435 VP; LEO Electron Microscopy Ltd., Cambridge, UK). Additionally, for observation of the bonding interfaces, two etched/silanated ceramic discs were bonded to each other using a layer of luting agent, either using the bonding resin or not. The same luting load was used, and light-activation was performed for 40 s from each side of the bonded discs. The specimens were then cut perpendicularly at their center and embedded in epoxy resin (Buehler, Lake Bluff, IL, USA). After 24 h, the cut surfaces of the specimens were wet-polished with 600, 1200 and 2000-grit SiC papers and with 3, 1 and 0.5 μm diamond polishing compounds (Metadi II; Buehler). Debris was ultrasonically removed for 5 min between each polishing step. The specimens were coated with gold and the cross-section profiles examined under SEM, focusing on the depth of etching, micromechanical entanglement, integrity, homogeneity and continuity along the bonding interface.

Results

Results for micro-shear bond strength are shown in Table 1. The factors ‘surface treatment’ (silane or silane + unfilled resin) and ‘etching periods’ were both significant ($p < 0.001$), and so was their interaction ($p < 0.001$). Overall, the 60+60s (G6 and G12), 120s (G5 and G11) and 10s (G1 and G7) groups showed significantly lower bond strengths than the other groups ($p \leq 0.01$), while the samples treated with silane + unfilled resin showed overall bond strength significantly higher than the groups treated only with silane ($p < 0.001$). When only silane was applied, the groups etched for 10 – 40 s showed significantly higher bond strengths than the other groups ($p \leq 0.017$). In addition, the 60 s samples (G4) showed significantly higher bond strength than the 60+60s samples (G6) ($p = 0.05$), while the 120 s (G5) group showed intermediate results. On the other hand, when both silane and unfilled resin were applied, all etching times showed similar

results among them ($p \geq 0.062$), except for the 60 s (G10) group, which presented significantly higher bond strength than all the other protocols ($p \leq 0.022$).

With regard to the comparison between the surface treatments, significantly higher bond strengths were observed for the 60 s (G10), 120 (G11) and 60 + 60 s (G12) groups for application of both silane and unfilled resin in comparison with same etching times treated only silane ($p \leq 0.004$). Results for the non-linear regression analyses are shown in Figure 2. The regression model was significant for the application of only silane ($R^2 = 0.927$; $p = 0.019$), showing that an increase in the etching time might predict an increase in bond strength up to a certain level, after which increased etching times might generate decreased bond strengths. For the application of silane and unfilled resin, the model was not significant ($R^2 = 0.829$; $p = 0.245$); the results were homogeneously distributed among groups, showing no trends in bond strength for increased etching times.

The distribution of failure modes among groups is shown in Figure 3. For the ceramic group treated either only with silane or with silane + unfilled resin, a decrease in adhesive failures and increase in mixed failures was observed with increased etching time. When comparing the different surface treatments, a decrease in adhesive failures was detected for the 10 and 20 s treated with both silane and unfilled resin (G7 and G8) compared with only silane (G1 and G2). SEM pictures of acid-etched surfaces are shown in Figure 4. For the 10 s ceramic (Figure 4A), poor dissolution of the vitreous phase was observed, with little exposure of the leucite crystals. For the 20 s ceramic (Figure 4B), greater dissolution of the vitreous phase surrounding the leucite crystals was observed, although remnants of unsolved vitreous phase were still present. For the ceramic etched for 40 s, the extent of dissolution was greater than for 20 s, causing extrusion of the crystals by detachment.

In Figure 4D, for the ceramic etched for 60 s, in addition to increased dissolution of the vitreous phase, fissures forming deep grooved channels were observed for the first time; these fissures have limited extension and depth though, and do not intercommunicate among them. On the other hand, for the 120 s sample (Figure 4E), intercommunication of the fissures, and increased extent and depth of the galleries, were observed. The pattern of deep grooved channels formation is observed in even higher

frequency and magnitude for the 60 + 60 s ceramic (Figure 4F), and the intercommunication of the fissures is extensive.

SEM pictures of the cross-section profiles of the bonding interfaces are shown in Figure 5. The samples etched by times under 60 s showed a fully completion of the retentions created by acid etching, as shown in Figure 5A, even when only silane was applied. For the ceramic etched for 60 s treated only with silane, the luting agent was generally able to penetrate the irregularities, although unfilled spaces were sometimes detected on ceramic (arrows on Figure 5B). For the 120 s ceramic (Figure 5C) treated with only silane, the presence of discontinuation along the bonding interface was more frequent and more extensive.

On the other hand, the unfilled spaces on the ceramic etched for 60 s were completely infiltrated when the unfilled resin was applied over silane (Figure 5D). Likewise, the unfilled resin was able to infiltrate the irregularities on the 120 s ceramic (arrow on Figure 5E), contrasting with the profile when only silane was applied (pointer on Figure 5E); the higher magnification in Figure 5E shows the fully infiltration of the unfilled resin on the 120 s ceramic. In contrast, even the unfilled resin was unable to completely penetrate the irregularities on the 60 + 60 s ceramic (Figure 5F); the severity of the etching can be noted on the higher magnification, where a fracture portion of the ceramic involved by the resin cement was detected.

Discussion

The results of the present study showed that, in general, the group etched by 10 s showed similar bond strengths to the groups etched for 20-60 s. Although short etching times may not provide sufficient retention for micromechanical interlocking (15), it did not interfere on bond strength values. However, it has been shown that excessive conditioning times decrease bonding ability to ceramic (15), as the 120 s and 60 + 60 s groups generally showed lower bond strengths than the 60 s group. Therefore, the tested hypothesis must be rejected. Indeed, the regression analysis showed that the increase in bond strength with increased etching time might occur only up to a certain level, after which increased etching times might decrease bond strengths. This might be explained by uncontrolled crystalline residue being deposited on the general ceramic surfaces (23, 24), and the higher depth of

dissolution promoted by the increased etching times, associated with the poor penetration of the resin cement due to its high viscosity.

The cross-section profiles of the 120 s and 60+60 s groups confirm insufficient penetration of the resin cement into the irregularities; the deep grooved channels are not fully infiltrated, leaving voids subjacent the ceramic-resin cement entanglement (Fig. 5E/5F). It is known that ceramics are brittle and do not resist to tensile stress (25, 26) and that the presence of unfilled areas may decrease the mechanical strength of the material (27). This mechanism can be explained by two main mechanisms: 1: the sharp geometry of the unfilled channels may serve as spot for stress concentration, and 2: the fragile void area underneath the cement-ceramic entanglement may also concentrate stress when submitted to mechanical loading. For the 120 s group, the grooved channels were observed in less frequency and magnitude than the re-etched (60 + 60 s) samples. It, which might be explained by limited interaction of the etchant due to a combination of buffering effect and dilution of the HF by the crystalline residue during the longer exposure. When the ceramic was re-etched, the new HF solution has low initial pH, increasing the aggressiveness of the etching and the extent of dissolution.

Although the 120 s and 60 + 60 s periods are not indicated for ceramic cementation, these procedures might occur in clinical situation when the clinician increases the conditioning time seeking for increased retention, accidentally apply the HF to the restorative ceramic excessively, more than once, or when the laboratory technician previously etches the ceramic and the clinician is not advised. Nonetheless, the present results also showed that when the unfilled resin was used, the bond strengths tended to be similar among the etching times, and that higher bond strengths were observed for the 60 s, 120 s and 60 +60 s groups for application of both silane and unfilled resin in comparison with only silane. Organo-silane coupling agents are bi-functional molecules with one end of the molecule capable of reacting with inorganic surface of ceramic and the other with the organic resin (28). Notwithstanding, silane forms merely a thin layer on the ceramic surface (18), being unable to strengthen the etched structure by itself. The use of only silane might be effective in situations where the luting agent has proper viscosity to infiltrate all the irregularities caused by HF.

On the other hand, the low-viscosity unfilled resin can both infiltrate the etched surface and entangle the ceramic substrate, reinforcing its structure after polymerization (29). With regard to the failure analysis, an increase in mixed failures was observed with prolonged conditioning times when only silane was used. For increased etching times, the depth of dissolution is higher, and consequently the penetration of the luting material into the ceramic substrate, although not complete, is also higher, so there is an enhanced interlocking between these two substrates, generating failures involving both. When silane and unfilled resin were applied, the failures tended to be similar among groups, which might be explained by the better wetting of the unfilled resin onto the etched surface, infiltrating the irregularities created even by prolonged acid exposure times. The SEM images of the cross-sections showed complete penetration of the irregularities by the unfilled resin, even for the 120 s group, although the re-etched ceramic still presented voids not infiltrated by the unfilled resin. The severity of the re-etching procedure was clearly identified by a fracture portion of the ceramic involved by the resin cement in Figure 5F; at least theoretically, the alteration of the ceramic surface was so great that the collapse of the structure was easy to occur.

The results of the present study have clinical implications. While lower bond strength was generally observed for 10 s ceramic, the 120 s and 60 + 60 s procedures promoted in-depth dissolution that the resin luting agent itself was unable to completely infiltrate. Nonetheless, the present results also showed that the application of a low-viscosity unfilled resin over silane might overcome the poor infiltration of the resin cement on the over-etched ceramic, and enhance the bond strength even for the re-etched group. The internal surfaces of indirect restorations are not well-polished as were the specimens used in this study, and this might create an even worst scenario for penetration of the resin cement. Therefore, application of unfilled resin after silane should be encouraged in clinical practice. Notwithstanding, other variables should be evaluated in order to have the application of unfilled resin as a protocol for adhesive luting of all-ceramic restorations, such as different cementation loads and different viscosities of the luting agent. Moreover, a non-solvated bonding resin was used in the present study, and different results could be obtained if solvated adhesive systems were tested, since it is unknown whether the solvent would interfere or not with the silane layer.

Conclusions

Within the limitations of this in vitro study, it can be concluded that different etching protocols might influence the etching pattern and bond strength to leucite-reinforced glass ceramic. While lower bond strength was generally observed for the 10 s group, the 120 s and 60 + 60 s procedures promoted increased depth of dissolution in the ceramic surface, at which the resin luting agent was unable to fully infiltrate. However, the application of unfilled resin was able to infiltrate all irregularities on the 120 s etched ceramic, while also increasing the bond strengths for increased etching times.

Acknowledgments

The authors are grateful to Capes/Brazil for a scholarship and are indebted to Dr. E.W. Kitajima, Dr. F.A.O. Tanaka and R.B. Salaroli (NAP/MEPA-ESALQ/USP, Brazil) for SEM equipment support.

References

1. Albakry M, Guazzato M, Swain MV. Influence of hot pressing on the microstructure and fracture toughness of two pressable dental glass-ceramics. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater* 2004 Oct 15;**71**(1):99-107.
2. Conrad HJ, Seong WJ, Pesun IJ. Current ceramic materials and systems with clinical recommendations: a systematic review. *J Prosthet Dent* 2007 Nov;**98**(5):389-404.
3. Cattell MJ, Knowles JC, Clarke RL, Lynch E. The biaxial flexural strength of two pressable ceramic systems. *J Dent* 1999 Mar;**27**(3):183-96.
4. Frankenberger R, Taschner M, Garcia-Godoy F, Petschelt A, Kramer N. Leucite-reinforced glass ceramic inlays and onlays after 12 years. *J Adhes Dent* 2008 Oct;**10**(5):393-8.
5. Holand W, Schweiger M, Frank M, Rheinberger V. A comparison of the microstructure and properties of the IPS Empress 2 and the IPS Empress glass-ceramics. *J Biomed Mater Res* 2000;**53**(4):297-303.
6. Hooshmand T, Parvizi S, Keshvad A. Effect of surface acid etching on the biaxial flexural strength of two hot-pressed glass ceramics. *J Prosthodont* 2008 Jul;**17**(5):415-9.
7. Dias MC, Piva E, de Moraes RR, Ambrosano GM, Sinhoreti MA, Correr-Sobrinho L. UV-Vis spectrophotometric analysis and light irradiance through hot-pressed and hot-pressed-veneered glass ceramics. *Braz Dent J* 2008;**19**(3):197-203.
8. Moraes RR, Correr-Sobrinho L, Sinhoreti MA, Puppini-Rontani RM, Ogliari FA, Piva E. Light-activation of resin cement through ceramic: relationship between irradiance intensity and bond strength to dentin. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater* 2008 Apr;**85**(1):160-5.
9. Pazin MC, Moraes RR, Goncalves LS, Borges GA, Sinhoreti MA, Correr-Sobrinho L. Effects of ceramic thickness and curing unit on light transmission through leucite-

- reinforced material and polymerization of dual-cured luting agent. *J Oral Sci* 2008 Jun;**50**(2):131-6.
10. Ivoclar-Vivadent. Scientific Documentation IPS Empress Esthetic. 2004.
 11. Hussain MA, Bradford EW, Charlton G. Effect of etching on the strength of aluminous porcelain jacket crowns. *Br Dent J* 1979 Aug 21;**147**(4):89-90.
 12. Robbins JW. Intraoral repair of the fractured porcelain restoration. *Oper Dent* 1998 Jul-Aug;**23**(4):203-7.
 13. al Edris A, al Jabr A, Cooley RL, Barghi N. SEM evaluation of etch patterns by three etchants on three porcelains. *J Prosthet Dent* 1990 Dec;**64**(6):734-9.
 14. Della Bona A, Anusavice KJ. Microstructure, composition, and etching topography of dental ceramics. *Int J Prosthodont* 2002 Mar-Apr;**15**(2):159-67.
 15. Barghi N, Fischer DE, Vatani L. Effects of porcelain leucite content, types of etchants, and etching time on porcelain-composite bond. *J Esthet Restor Dent* 2006;**18**(1):47-52; discussion 3.
 16. Chen JH, Matsumura H, Atsuta M. Effect of etchant, etching period, and silane priming on bond strength to porcelain of composite resin. *Oper Dent* 1998 Sep-Oct;**23**(5):250-7.
 17. Guler AU, Yilmaz F, Yenisey M, Guler E, Ural C. Effect of acid etching time and a self-etching adhesive on the shear bond strength of composite resin to porcelain. *J Adhes Dent* 2006 Feb;**8**(1):21-5.
 18. Canay S, Hersek N, Ertan A. Effect of different acid treatments on a porcelain surface. *J Oral Rehabil* 2001 Jan;**28**(1):95-101.
 19. 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 Jul;**98**(1):17-23.
 20. Jardel V, Degrange M, Picard B, Derrien G. Surface energy of etched ceramic. *Int J Prosthodont* 1999 Sep-Oct;**12**(5):415-8.
 21. Jardel V, Degrange M, Picard B, Derrien G. Correlation of topography to bond strength of etched ceramic. *Int J Prosthodont* 1999 Jan-Feb;**12**(1):59-64.
 22. Oh WS, Shen C, Alegre B, Anusavice KJ. Wetting characteristic of ceramic to water and adhesive resin. *J Prosthet Dent* 2002 Dec;**88**(6):616-21.
 23. Bailey LF, Bennett RJ. DICOR surface treatments for enhanced bonding. *J Dent Res* 1988 Jun;**67**(6):925-31.
 24. Magne P, Cascione D. Influence of post-etching cleaning and connecting porcelain on the microtensile bond strength of composite resin to feldspathic porcelain. *J Prosthet Dent* 2006 Nov;**96**(5):354-61.
 25. Ritter JE. Predicting lifetimes of materials and material structures. *Dent Mater* 1995 Mar;**11**(2):142-6.
 26. Tinschert J, Zvez D, Marx R, Anusavice KJ. Structural reliability of alumina-, feldspar-, leucite-, mica- and zirconia-based ceramics. *J Dent* 2000 Sep;**28**(7):529-35.
 27. Mecholsky JJ, Jr. Fractography: determining the sites of fracture initiation. *Dent Mater* 1995 Mar;**11**(2):113-6.
 28. Alex G. Preparing porcelain surfaces for optimal bonding. *Compend Contin Educ Dent* 2008 Jul-Aug;**29**(6):324-35; quiz 36.
 29. Addison O, Marquis PM, Fleming GJ. Quantifying the strength of a resin-coated dental ceramic. *J Dent Res* 2008 Jun;**87**(6):542-7.

Table 1. Bond strength means in MPa (standard deviations) for all groups

Etching protocol	<i>Surface treatment</i>	
	Silane	Silane + Unfilled resin
10 s	(G1) 19.4 (3.5) ^{A,ab}	(G7) 17.4 (4.8) ^{A,b}
20 s	(G2) 22.3 (5.1) ^{A,a}	(G8) 21.3 (2.1) ^{A,b}
40 s	(G3) 22.2 (3.2) ^{A,a}	(G9) 21.1 (2.3) ^{A,b}
60 s	(G4) 17.8 (2.1) ^{B,b}	(G10) 24.7 (5.8) ^{A,a}
120 s	(G5) 15.3 (3.0) ^{B,bc}	(G11) 20.4 (2.2) ^{A,b}
60 + 60 s	(G6) 14.3 (1.8) ^{B,c}	(G12) 18.5 (4.6) ^{A,b}

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

Legends to Illustrations

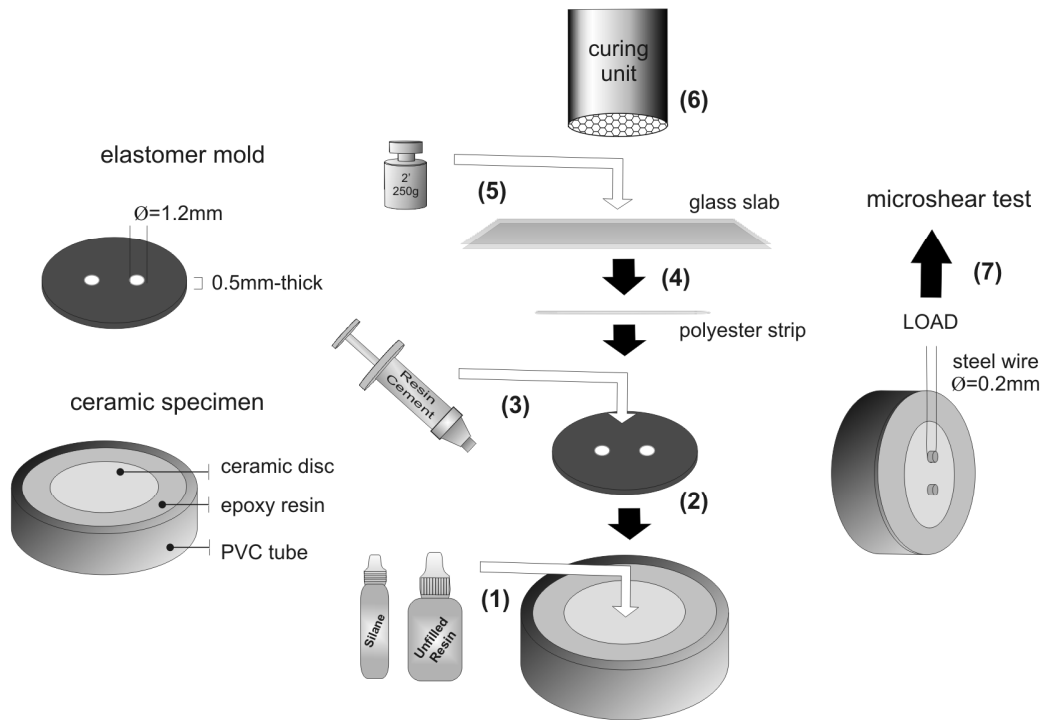


Fig. 1 – Experimental set-up of the study. After conditioning the ceramic using different protocols, (1) silane was applied to ceramic surface, and for half of specimens the unfilled resin was applied after silane; (2) elastomeric mold with cylinder-shaped orifices positioned onto the surface, and photo-activation of the unfilled resin for 20 s; (3) orifices filled with dual-cured resin cement; (4) polyester strip and glass slab placed over the filled mold; (5) cementation load applied for 2 min; (6) photo-activation of the resin cement for 40s, (7) samples were positioned on the mechanical testing machine and submitted to micro-shear testing.

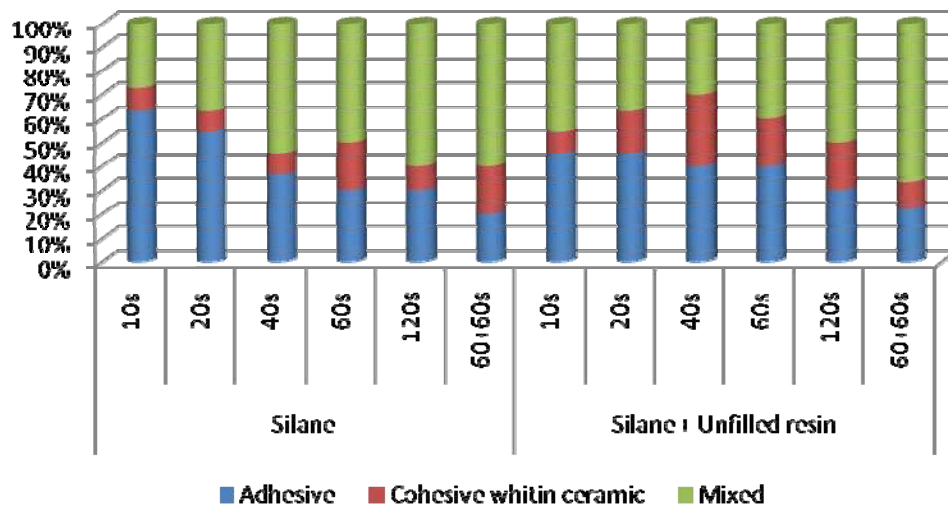


Fig. 2 – Distribution of failure modes (%) among groups. A decrease in adhesive failures and increase in mixed failures was observed with increased etching times, irrespective of the surface treatment after etching.

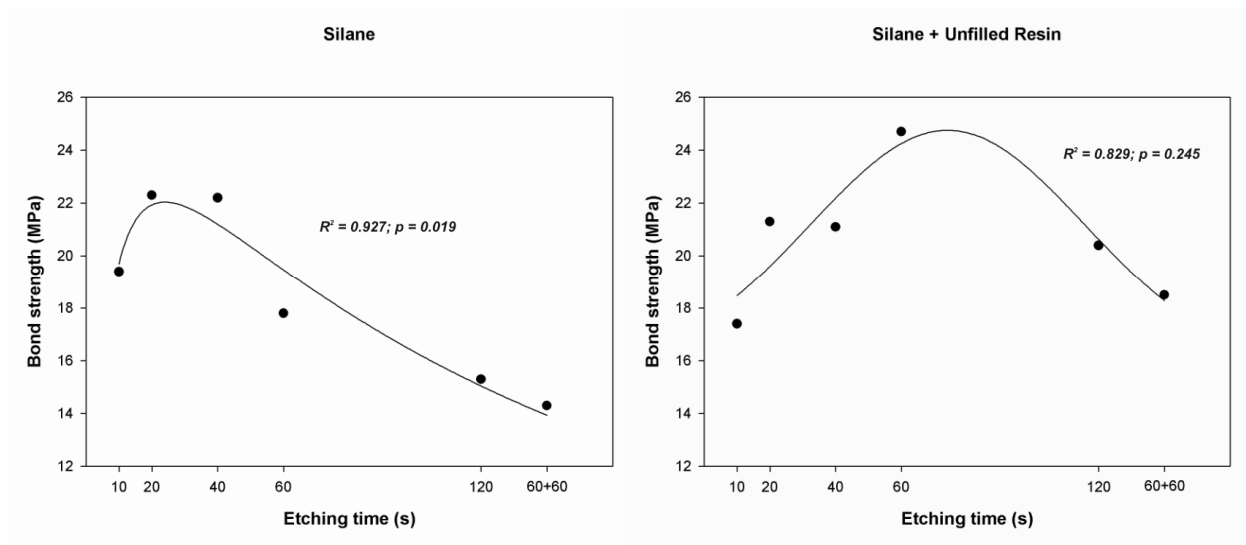


Fig. 3 – Non-linear regression plots with etching time as a dependent variable. The regression model was significant for the application of only silane, showing that an increase in the etching time might predict an increase in bond strength up to a certain level, after which increased etching times might generate decreased bond strengths. For the application of silane and unfilled resin, the model was not significant.

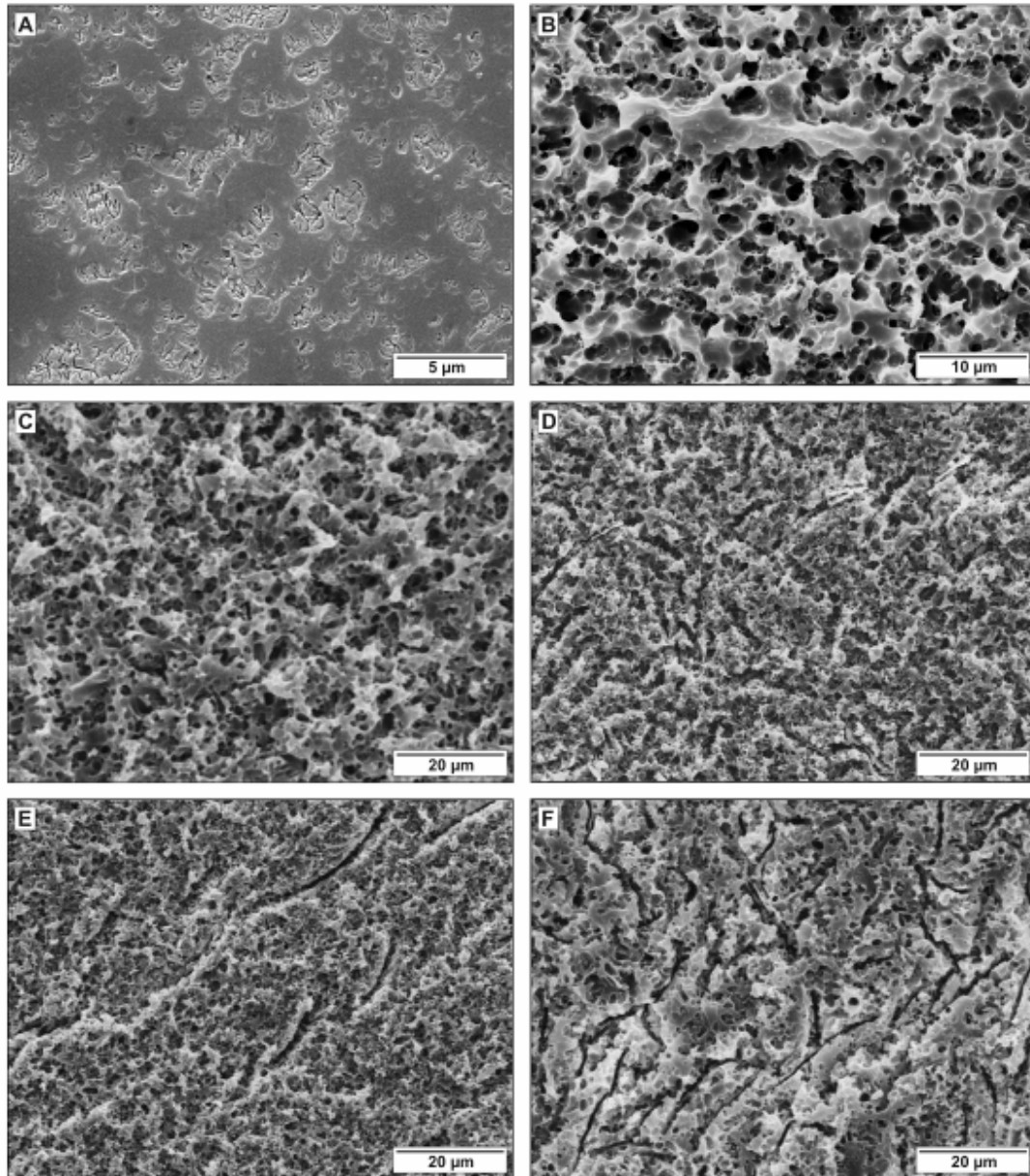


Fig. 4 – SEM images of acid-etched surfaces (2000x magnification). For the 10s etched ceramic (A), poor dissolution of the vitreous phase was observed, with little exposure of the leucite crystals. High dissolution of the vitreous phase surrounding of the leucite crystals, causing extrusion of the crystals by detachment, was observed for the 20 s (B) and 40 s etched ceramics (C), although the extent of dissolution was greater for the 40 s specimen. For the 60 s group (D), in addition to dissolution of the vitreous phase, fissures forming deep grooved channels are observed for the first time; these fissures have limited extension and depth, and do not intercommunicate with the others; on the other hand, for

the 120 s sample (E), intercommunication of the fissures, and increased extent and depth of the galleries, were observed. The pattern of deep grooved c formation is observed in even higher frequency and magnitude for the re-etched (60 + 60 s) ceramic (F), and the intercommunication of the fissures is extensive.

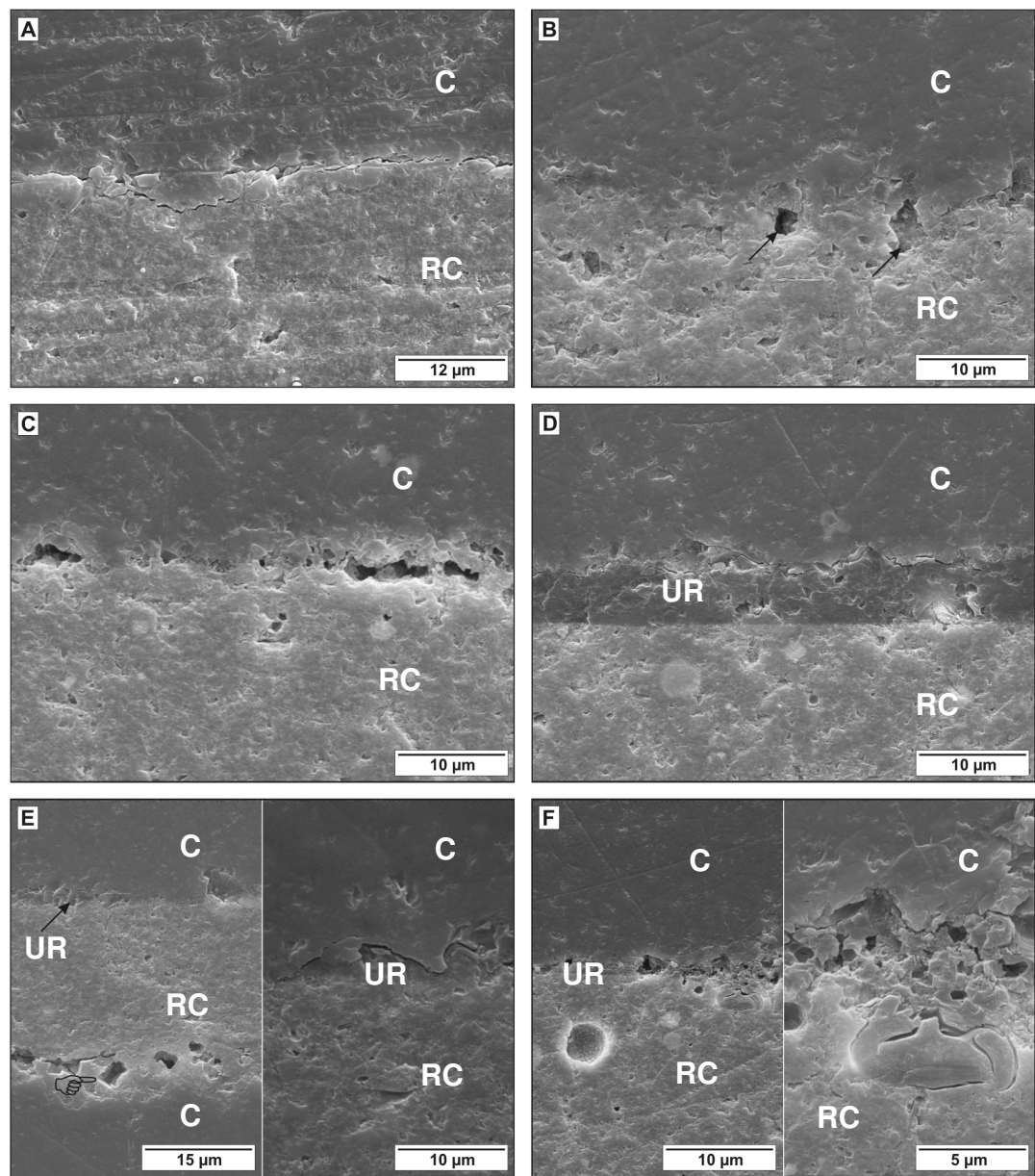


Fig. 5 - SEM images of the cross-section profiles of the bonding interfaces (C: ceramic; RC: resin cement and UR: unfilled resin). The 10 s sample (A) showed a fully completion of the, even when only silane was applied. For the ceramic etched for 60 s and treated only

with silane, the luting agent was generally able to penetrate the irregularities, although unfilled voids were sometimes detected on ceramic (arrows in B). For the 120 s ceramic sample treated with only silane (C), the presence of discontinuation along the bonding interface was more frequent and more extensive. On the other hand, the unfilled voids on the ceramic etched for 60 s were completely infiltrated when the unfilled resin was applied over silane (D). Likewise, the unfilled resin was able to infiltrate the irregularities on the 120 s etched group (arrow on E), contrasting with the profile when only silane was applied (pointer on E); the higher magnification in Figure E shows the fully infiltration of the unfilled resin on the 120 s sample. In contrast, even the unfilled resin was unable to completely penetrate the irregularities on the re-etched (60 +60 s) ceramic (F); the severity of the etching can be noted on the higher magnification, where a fracture portion of the ceramic involved by the resin cement was detected.

CONSIDERAÇÕES GERAIS

Objetivando analisar a influência de diferentes tempos e protocolos de condicionamento ácido nas características de superfície da cerâmica, a análise realizada neste estudo mostrou que condicionamento por períodos a partir de 60 segundos, podem interferir negativamente nos valores de resistência de união, quando da utilização do cimento resinoso sem camada prévia de adesivo hidrófobo. De um lado, condicionamento por 10 segundos não foi capaz de promover alteração significativa na topografia da superfície da cerâmica, resultando em superfície pouco irregular, incapaz de gerar interface cerâmica-polímero imbricada mecanicamente de maneira efetiva, fato esse que resultou em padrão de falha predominantemente adesiva, não interferindo, entretanto, nos valores de resistência de união. Já nos grupos 60, 120 e 60 + 60 segundos, foi notada a formação de sulcos estreitos e profundos na superfície da cerâmica, que parecem ter dificultado o acesso do cimento resinoso. Esses sulcos profundos apresentaram características crescentes de severidade com o aumento da exposição ao ácido, sendo menos rasos e pronunciados no grupo 60 segundos, enquanto mais pronunciados e interconectados no grupo 60 + 60 segundos. Tais características corroboram com o decréscimo na resistência de união, para o fator silano + cimento resinoso, e com a predominância de falhas mistas e coesivas em cerâmica, para ambos fatores, silano + cimento resinoso e silano + adesivo + cimento resinoso.

A relação entre superfície de contato, viscosidade do material utilizado para cimentação e a presença das discontinuidades na interface de união já foi relatada na literatura. Em 2007, Van Noort estabeleceu relação entre viscosidade do agente de cimentação e energia de superfície do substrato. O autor relatou que quanto menor a viscosidade do cimento e maior a energia de superfície do substrato, menor será a possibilidade do não preenchimento de pequenas e estreitas reentrâncias, evitando assim a incorporação de ar na interface, que promoveria formação de área concentradora de tensões. Entretanto, até o presente momento, não existem relatos na literatura correlacionando diferentes tempos de condicionamento e materiais para cimentação apresentando diferentes viscosidades.

Cimentos resinosos são compósitos com quantidade reduzida de carga inorgânica, característica essa que, em alguns casos, associada a diferentes concentrações

de monômeros diluentes, possibilita a redução da viscosidade deste material (Van Noort, 2007). Por sua vez, adesivos sem carga e hidrófobos desenvolvidos para serem aplicadas sobre a camada de adesivo hidrófilo apresentam viscosidade ainda menor que as dos cimentos. Esses adesivos sem carga compõem agentes de união utilizados na hibridização de tecidos dentais, por “técnica úmida de 3 passos”, apresentam em sua composição monômeros com baixo peso molecular (Van Landuyt *et al.*, 2007). As propriedades reológicas desse material mostraram-se eficientes para o fim avaliado nesse estudo. O adesivo sem carga e hidrófobo mostrou-se capaz de preencher as superfícies condicionadas com ácido fluorídrico por tempos mais longos, de maneira mais efetiva que o cimento resinoso.

Os resultados do presente estudo mostraram também que não apenas o tempo de condicionamento, mas o número de vezes que a superfície é condicionada pode afetar a união à cerâmica. Quando somente o silano foi aplicado na superfície da cerâmica, os grupos condicionados por 60, 120 e 60 + 60 segundos apresentaram resistências de união significativamente menores que os grupos condicionados por 20 e 40 segundos. Além disso, o grupo re-condicionado, 60 + 60 segundos, tratado apenas com silano mostrou a menor resistência de união de todos os grupos, e quando tratado com silano + adesivo, não se conseguiu restabelecer valores de resistência de união como nos demais grupos.

Embora o re-condicionamento não seja indicado para cimentação de restaurações cerâmicas, isso pode ocorrer nas seguintes condições: quando o clínico aplica o ácido fluorídrico mais de uma vez acidentalmente sobre a superfície interna da cerâmica, ou quando o técnico em prótese dentária realiza o condicionamento da superfície interna da estrutura cerâmica e por alguma falha na comunicação entre laboratório e clínico, o condicionamento é realizado novamente.

CONCLUSÃO

Dentro das limitações desse estudo *in vitro*, pode-se concluir que diferentes períodos de condicionamento podem influenciar no padrão de condicionamento e na resistência de união à cerâmica vítrea reforçada por leucita. Entretanto, a aplicação de adesivo foi capaz de infiltrar as irregularidades, promovendo aumento da resistência de união a cerâmica dos grupos 60 segundos e 120 segundos. Para o alto grau de erosão química provocado pelo re-condicionamento (60 + 60 segundos), esse aumento não foi notado. Esses achados sugerem que o aspecto observado de “colméia de abelha” nos tempos de 20 e 40 segundos parecem ser mais facilmente penetrados pelo cimento resinoso, e que sulcos e canais estreitos e profundos gerados pelos tempos maiores de condicionamento só foram corretamente preenchidos pela resina sem carga.

Sendo assim, mesmo necessitando de estudos adicionais que avaliem outras variáveis dentro desta mesma linha de pesquisa, este estudo sugere o uso de fina camada de resina sem carga de baixa viscosidade posteriormente à silanização da cerâmica.

REFERÊNCIAS*

1. al Edris A, al Jabr A, Cooley RL ,Barghi N. SEM evaluation of etch patterns by three etchants on three porcelains. *J Prosthet Dent*. 1990; 64(6): 734-9.
2. Albakry M, Guazzato M ,Swain MV. Influence of hot pressing on the microstructure and fracture toughness of two pressable dental glass-ceramics. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater*. 2004; 71(1): 99-107.
3. Barghi N, Fischer DE ,Vatani L. Effects of porcelain leucite content, types of etchants, and etching time on porcelain-composite bond. *J Esthet Restor Dent*. 2006; 18(1): 47-52; discussion 3.
4. Blatz MB, Sadan A ,Kern M. Resin-ceramic bonding: a review of the literature. *J Prosthet Dent*. 2003; 89(3): 268-74.
5. Canay S, Hersek N ,Ertan A. Effect of different acid treatments on a porcelain surface. *J Oral Rehabil*. 2001; 28(1): 95-101.
6. Chen JH, Matsumura H ,Atsuta M. Effect of etchant, etching period, and silane priming on bond strength to porcelain of composite resin. *Oper Dent*. 1998; 23(5): 250-7.
7. Conrad HJ, Seong WJ ,Pesun IJ. Current ceramic materials and systems with clinical recommendations: a systematic review. *J Prosthet Dent*. 2007; 98(5): 389-404.
8. Hussain MA, Bradford EW ,Charlton G. Effect of etching on the strength of aluminous porcelain jacket crowns. *Br Dent J*. 1979; 147(4): 89-90.
9. Ivoclar-Vivadent. Scientific Documentation IPS Empress Esthetic. Liechtenstein; 2004.
10. Jardel V, Degrange M, Picard B ,Derrien G. Correlation of topography to bond strength of etched ceramic. *Int J Prosthodont*. 1999a; 12(1): 59-64.
11. Jardel V, Degrange M, Picard B ,Derrien G. Surface energy of etched ceramic. *Int J Prosthodont*. 1999b; 12(5): 415-8.
12. 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.

De acordo com a norma da UNICAMP/FOP, baseada na norma do International Committee of Medical Journal Editors – Grupo de Vancouver. Abreviatura dos periódicos em conformidade com o Medline.

13. Oh WS, Shen C, Alegre B ,Anusavice KJ. Wetting characteristic of ceramic to water and adhesive resin. J Prosthet Dent. 2002; 88(6): 616-21.
14. Shimada Y, Yamaguchi S ,Tagami J. Micro-shear bond strength of dual-cured resin cement to glass ceramics. Dent Mater. 2002; 18(5): 380-8.
15. Van Landuyt KL, Snauwaert J, De Munck J, Peumans M, Yoshida Y, Poitevin A *et al.* Systematic review of the chemical composition of contemporary dental adhesives. Biomaterials. 2007; 28(26): 3757-85.
16. Van Noort R. Introduction to Dental Materials. London: Mosby; 2007.

APÊNDICE

METODOLOGIA ILUSTRADA

Confecção dos espécimes cerâmicos

Considerando que o sistema Empress utiliza a técnica da cera perdida, foi utilizada material de moldagem a base de silicone de adição (3M Express, 3M ESPE, St. Paul, MN, USA) como molde para confecção dos padrões de cera. O material de moldagem foi manipulado seguindo as recomendações do fabricante e vertido dentro de um cilindro de PVC ¼ (Tigre S/A, Rio Claro, SP) com 10 mm de altura. Em seguida, o material contido dentro do cilindro foi posicionado sobre uma matriz metálica com dimensões de 6 mm de diâmetro por 1 mm de altura. Após a completa polimerização do material, o molde foi separado da matriz metálica com auxílio de instrumento não-pontiagudo.

Setenta e dois padrões de cera, seis para cada grupo (n=06), foram confeccionados com cera orgânica (Thowax; Yeti Dentalprodukte, Engen, Alemanha) aquecida em lamparina a álcool e vertida nos moldes previamente confeccionados. Após o completo resfriamento da cera, os excessos foram removidos e as dimensões dos padrões aferidas com paquímetro digital (S235, Sylvac, Switzerland). Os discos devidamente finalizados foram então conectados a canais de alimentação de cera (*sprues*). Os discos conectados aos *sprues* foram afixados no cilindro do anel fornecido pelo fabricante, que consiste em uma base plástica e um cilindro formador do conduto de alimentação padronizado para acomodação das pastilhas, além do êmbolo. Uma folha de papel especial (IPS Empress Paper Ring) foi adaptada à base do anel e à parte superior do anel de inclusão adaptada ao topo da lâmina de papel (Figura 1A). O revestimento aglutinado por fosfato Esthetic Speed (Ivoclar Vivadent) foi proporcionado na relação pó/líquido 200g para 35 mL de líquido de revestimento e 23 mL de água destilada. O revestimento foi espatulado mecanicamente a vácuo (Multivac 4, Degussa Huls, Alemanha) por 60 s, e vertido dentro do anel (Figura 1B) com auxílio de vibrador mecânico. Após a presa do revestimento, o anel de papel, o formador do conduto e as bases foram removidos. Em seguida, a confecção dos corpos-de-prova foi procedida da seguinte forma:

1 – os blocos de revestimento juntamente com o êmbolo de óxido de alumínio (12 mm de diâmetro x 37 mm de altura) foram levados ao forno elétrico (Austromat M; Dekema Dental-Keramiköfen, Freilassing, Alemanha) (Figura 1C) pré-aquecido, elevando

a temperatura do forno em 3°C/min até 850°C e mantendo por 90 min para eliminação da cera e expansão do revestimento;

2 – o bloco de revestimento foi removido do forno e dois lingotes da cerâmica IPS Empress Esthetic (Ivoclar-Vivadent) foram posicionados no conduto juntamente com o êmbolo de óxido de alumínio, levados ao forno EP 600 (Ivoclar Vivadent) (Figura 1D), e mantidos por 20 min a 920°C. Decorrido esse tempo, foi aplicada pressão de 5 bar por 15 min;

3 – após o bloco de revestimento atingir a temperatura ambiente, o êmbolo de óxido de alumínio foi removido e, com auxílio de um disco de carbureto de silício, o bloco de revestimento foi cortado ao meio. Os corpos-de-prova foram desincluídos utilizando o aparelho Oxyker Dry (Manfredi) com partículas de vidro com 50 µm de diâmetro utilizando uma pressão de 4 bar para remoção bruta do revestimento e 2 bar para remoção do revestimento próximo das amostras, seguido da remoção do conduto de alimentação com disco de diamante (KG Sorensen, Barueri, SP).

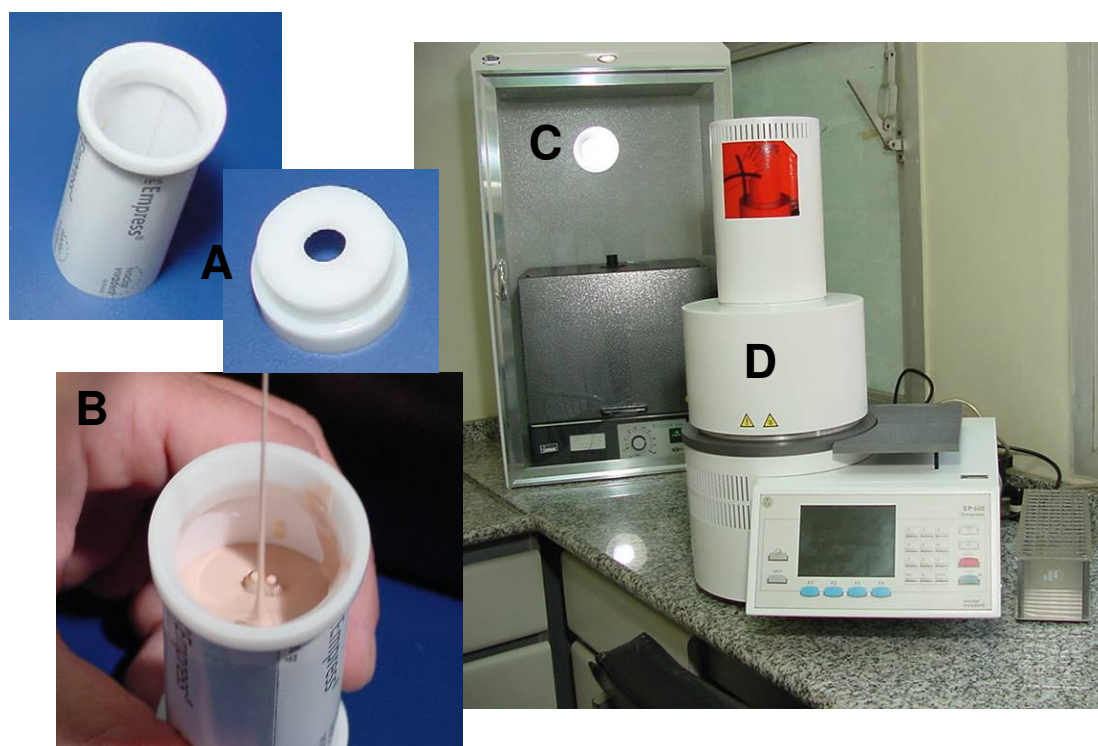


Figura 1 – A: Características do anel para inclusão. B: Revestimento sendo vertido dentro do anel. C: Forno para pré-aquecimento (Austromat M). D: Forno para termo-injeção (EP 600).

Protocolo de condicionamento

O condicionamento da superfície cerâmica foi realizado com solução de ácido fluorídrico 10% (Cond AC; FGM, Joinville, SC, Brasil) (Figura 2) sendo aplicada sobre a superfície cerâmica (Figura 2) com auxílio de pincel para cavidade (CaviBrush; FGM, Joinville, SC, Brasil), após os diferentes tempos analisados (Tabela 1). Em seguida, as amostras foram lavadas com jato de água/ar por 10 segundos e secas com jato de ar por 10 segundos. Para o grupo recondicionado, novo condicionamento foi realizado após o procedimento de lavagem e secagem. O objetivo desse novo condicionamento foi simular uma situação clínica onde por algum motivo a mesma peça cerâmica tenha sido condicionada duas vezes.



Figura 2 - Ácido fluorídrico a 10% e disco cerâmico incluído em tubo de PVC com resina epoxy.

Tabela 1 - Protocolos de condicionamento das superfícies cerâmicas.

Protocolo de Condicionamento	Tratamento da superfície
10, 20 e 40 s	Ácido Fluorídrico por 10 ou 20 ou 40 s seguido de lavagem (10s) e secagem (10s);
60 s	Ácido Fluorídrico por 60s, seguido de lavagem (10s) e secagem (10s);
120 s	Ácido Fluorídrico por 120s, seguido de lavagem (10s) e secagem (10s);
(60 + 60 s)	Ácido Fluorídrico por 60s, seguido de lavagem (10s) e secagem (10s) e novo condicionamento com ácido fluorídrico por 60s.

Tratamento da superfície

Após o condicionamento com ácido fluorídrico, duas camadas do agente de silanização Scotchbond ceramic primer (3M ESPE, St. Paul, MN, EUA) (Figura 3) foi aplicado utilizando pincel para cavidade (CaviBrush; FGM), seguido de secagem com jato de ar por 60 s.



Figura 3 - Silano e disco cerâmico incluído em tubo de PVC com resina epoxy.

Em metade das amostras, fina camada de adesivo (Scotchbond Multi-Purpose; 3M ESPE, St. Paul, MN, USA) foi aplicada com auxílio de um pincel para cavidade (CaviBrush; FGM) em área previamente delimitada por fita adesiva com orifícios de 1,2 mm de diâmetro e pelo molde de elastômero. O material foi fotoativado por 20s, com a fonte de luz halógena quartzo-tungstênio (XL2500; 3M ESPE, com 700 mW/cm^2). A ponta da unidade foi posicionada sobre o molde de elastômero, abrangendo a área dos dois orifícios, possibilitando a fotoativação em um único momento (Figura 4). O mesmo molde foi posteriormente utilizado para a confecção dos cilindros de cimento resinoso.



Figura 4 - Foto-ativação do adesivo sem carga através do molde de elastômero.

Confecção das amostras para o ensaio de resistência de união

Após o preparo da superfície, volumes iguais de pasta base e catalisadora do cimento resinoso de dupla-ativação (Variolink II; cor A3, Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein) foram misturados sobre bloco de papel impermeável por 15s (Figura 5 A e B). Após a manipulação, o cimento foi colocado nos orifícios (1,2 mm de diâmetro x 2,0 mm de altura) do molde elastomérico. Uma tira de poliéster e uma lâmina vítrea foram utilizadas para garantir a padronização dimensional dos cilindros. Sobre eles foi aplicada uma carga constante e uniforme de 250g durante 2 min. usando dispositivo para padronizador a carga (Figura 5C). O material foi fotoativado durante 40s (XL2500; 3M ESPE, com 700 mW/cm^2) removidos da matriz (Figura 5D) e armazenado em água destilada por 24hs (Figura 6).

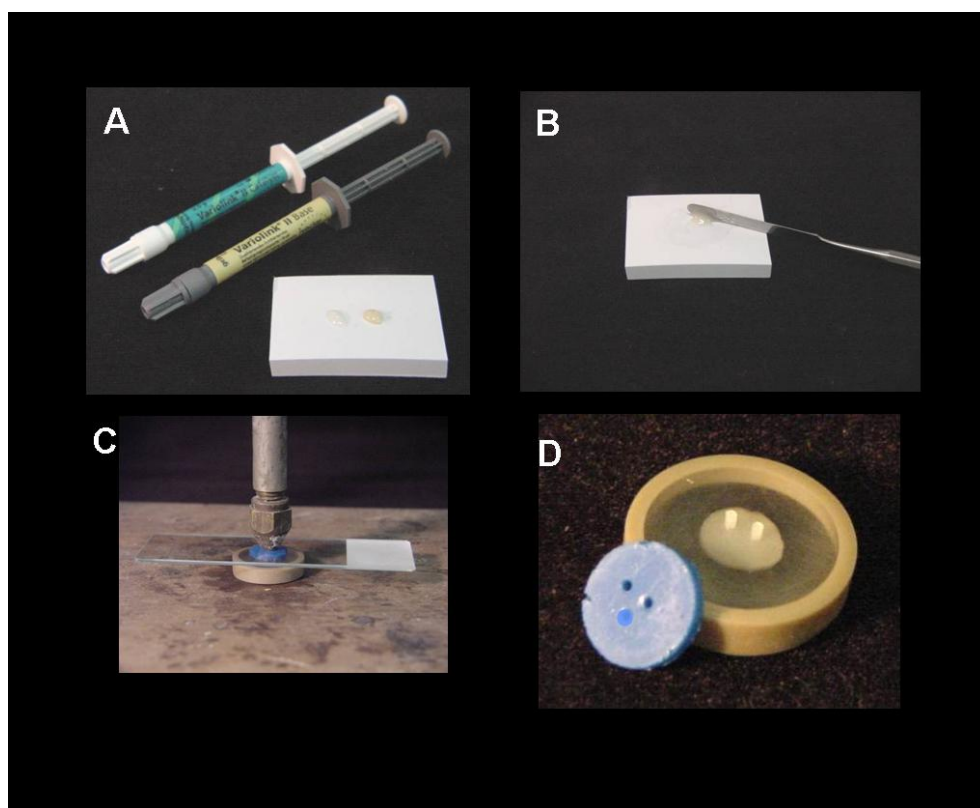


Figura 5 - A: Cimento resinoso de dupla ativação. B: Manipulação do cimento resinoso. C: Aplicação da carga para cimentação em dispositivo padronizador de carga. D: Molde elastomérico e corpos-de-prova confeccionados.

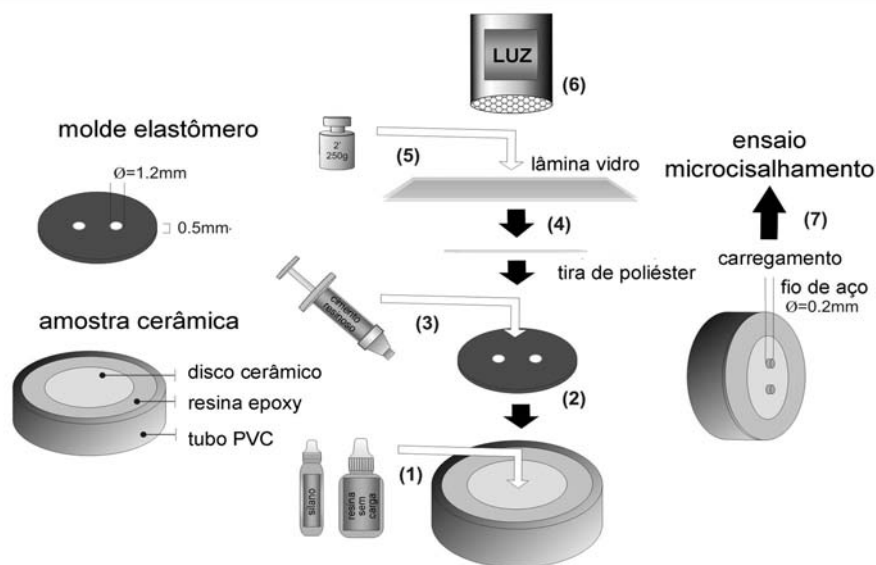


Figura 6 – Esquema experimental do estudo. Após condicionamento da cerâmica utilizando diferentes protocolos, (1) silano foi aplicado a superfície cerâmica, e em metade das amostras resina sem carga foi aplicada após o silano; (2) molde de elastômero com orifícios cilíndricos foi posicionado sobre a superfície, seguido da fotoativação da resina sem carga por 20 seg.; (3) orifícios foram preenchidos com cimento resinoso dual; (4) tira de poliéster e lâmina de vidro foram colocadas sobre o molde preenchido; (5) carga de cimentação foi aplicada por 2 minutos; (6) fotoativação do cimento resinoso por 40 seg.; (7) amostras foram posicionadas em dispositivo na máquina de ensaio mecânico e submetidas ao teste de microcisalhamento.

Após a confecção, todos os cilindros foram observados em lupa estereoscópica para verificar se existia a presença de descontinuidades na interface com a cerâmica. Aqueles que apresentaram falha foram descartados. Para ensaio de resistência de união por microcisalhamento um fino fio de aço-inox (0,2mm de diâmetro) foi posicionado em volta de cada cilindro, alinhado de forma justaposta a interface de união (Figura 6). O ensaio foi realizado em máquina para ensaio mecânico (model 4411; Instron Inc., Canton, MA, USA) a velocidade de 0,5mm/minuto até ocorrer falha. Para cada grupo avaliado, 12 cilindros foram testados, dois em cada disco cerâmico.

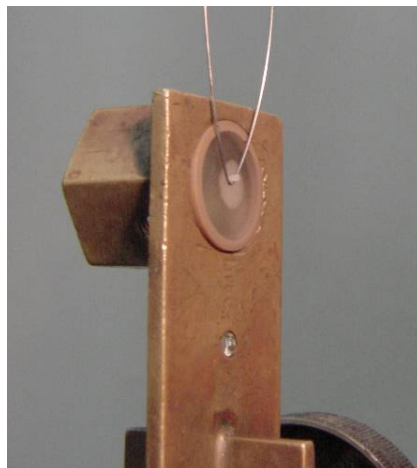


Figura 7 - Amostra posicionada para o ensaio de resistência de união por microcisalhamento.

Os dados de resistência de união ao microcisalhamento foram submetidos a análise de variância ANOVA two-way (protocolo de condicionamento x tratamento de superfície) e teste Student-Newman-Keuls ($p < 0,05$). Os corpos-de-prova fraturados foram examinados em microscópio óptico em aumento de 40x. Os padrões de falha foram classificados em: falha adesiva (tipo 1), falha coesiva na cerâmica (tipo 2) ou falha mista envolvendo agente de união, cimento resinoso e cerâmica (tipo 3).

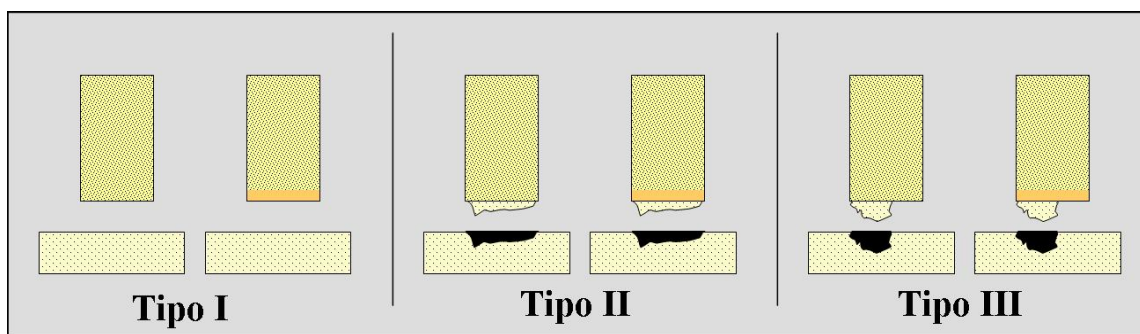


Figura 8 – Classificação dos padrões de fratura: falha adesiva (tipo 1), falha coesiva na cerâmica (tipo 2) ou falha mista envolvendo agente de união, cimento resinoso e cerâmica (tipo 3).

Análise em Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

Amostras representativas das superfícies condicionadas foram cobertas com ouro e examinadas em microscópio eletrônico de varredura (LEO 435 VP; LEO Electron Microscopy Ltd., Cambridge, UK). Para análise das interfaces de união, dois discos condicionados/silanizados foram unidos um ao outro usando uma fina camada de cimento

resinoso, após aplicação ou não de camada de resina sem carga. A mesma carga para cimentação foi utilizada e a fotoativação foi realizada por 40s em cada lado dos discos aderidos. Após 24 horas, os corpos-de-prova foram cortados perpendicularmente a interface de união e incluídos em resina epoxy (Buehler, Lake Bluff, IL, USA). As superfícies seccionadas foram polidas com lixas de carbeta de silício 600, 1200 e 2000, seguidos de pastas dimantadas de 3, 1 e 0,5 μm (Metadi II; Buehler), com água destilada. Debris foram removidos com ultrassom durante 5 minutos após cada passo de polimento. Após recobrimento com ouro, as amostras foram então avaliadas em MEV, focando-se em profundidade de condicionamento, imbricação mecânica, homogeneidade e continuidade ao longo da interface de união.

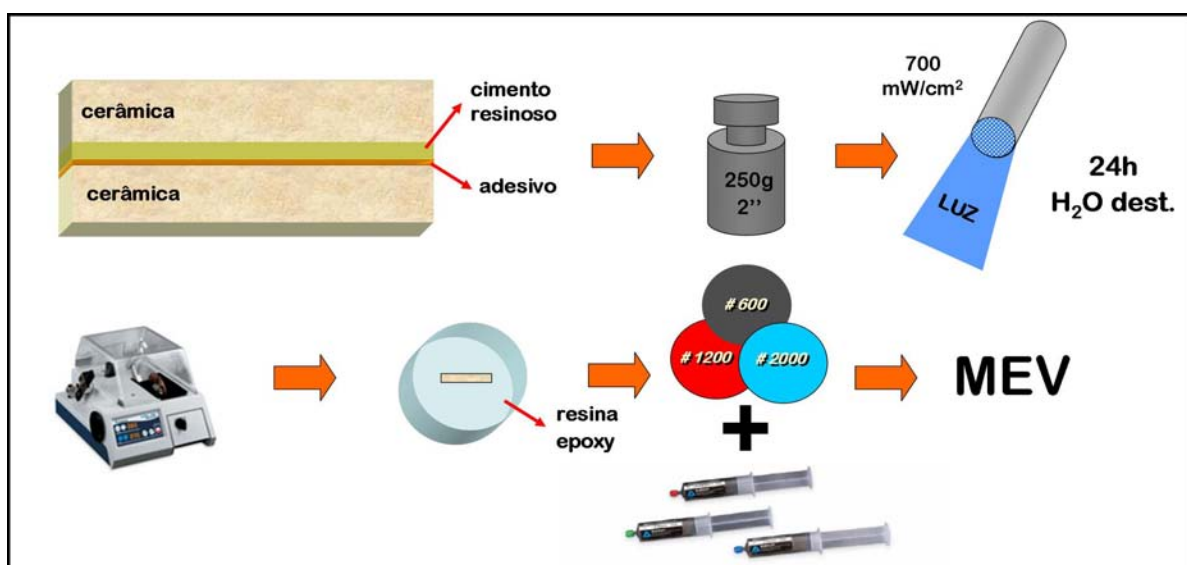


Figura 9 – Esquema da confecção das amostras para obtenção do perfil da interface de união polímero-cerâmica.

Assunto: Manuscript 1905 - Receipt - International Journal of Prosthodontics
De: "International Journal of Prosthodontics" <ijp.submit@quintbook.com>
Data: Sab, Abril 18, 2009 5:54 pm
Para: lznaves@fop.unicamp.br
Prioridade: Normal
Opções: [Ver cabeçalho completo](#) | [Ver Versão para Impressão](#) | [Baixar como um arquivo](#)

Manuscript title: Bond Strength and Surface/Interface Morphology of Luting Polymers and Glass Ceramic Etched for Different Periods

Dear Dr Naves

Thank you very much for submitting the above manuscript to the International Journal of Prosthodontics. The manuscript is being evaluated and we will contact you as soon as a decision has been made.

The progress of your manuscript can be followed from the progress report accessed from your overview at any time during the review or publication process.

Please inform us by return of email if the pdf version of your article, accessed from the progress report, does not correspond with the version that was submitted.

The Editorial Office

LOGIN: <http://www.manuscriptmanager.com/ijp>
Email: lznaves@fop.unicamp.br