

Guilherme Bottene Guarda

**EFEITO DO TRATAMENTO DA SUPERFÍCIE, CICLAGEM TÉRMICA
E FADIGA MECÂNICA NA RESISTÊNCIA DE UNIÃO ENTRE UMA
CERÂMICA REFORÇADA POR DISSILICATO DE LÍTIO E UM
CIMENTO RESINOSO**

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. Mário Alexandre Coelho Sinhoreti

**PIRACICABA – SP
2011**

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

Bibliotecária: Elis Regina Alves dos Santos – CRB-8ª. / 8099

G931e	<p>Guarda, Guilherme Bottene. Efeito do tratamento de superfície, ciclagem térmica e fadiga mecânica na resistência de união entre uma cerâmica e um cimento resinoso / Guilherme Bottene Guarda. -- Piracicaba, SP: [s.n.], 2011.</p> <p>Orientadores: Lourenço Correr Sobrinho, Mário Alexandre Coelho Sinhoreti. Dissertação (Mestrado) – Universidade Estadual de Campinas, Faculdade de Odontologia de Piracicaba.</p> <p>1. Ácido fluorídrico. 2. Abrasão dental por ar. 3. Cimentos de resina. I. Correr Sobrinho, Lourenço. II. Sinhoreti, Mário Alexandre Coelho. III. Universidade Estadual de Campinas. Faculdade de Odontologia de Piracicaba. IV. Título. (eras/fop)</p>
-------	--

Título em Inglês: Effect of surface treatments, thermocycling and loading on the bond between a ceramic and a resin cement

Palavras-chave em Inglês (Keywords): 1. Hydrofluoric acid. 2. Air abrasion, Dental. 3. Resin cements

Área de Concentração: Materiais Dentários

Titulação: Mestre em Materiais Dentários

Banca Examinadora: Mário Alexandre Coelho Sinhoreti, Simonides Consani, Gilberto Antônio Borges

Data da Defesa: 23-02-2011

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 23 de Fevereiro de 2011, considerou o candidato GUILHERME BOTTENE GUARDA aprovado.

Handwritten signature of Prof. Dr. Mario Alexandre Coelho Sinhoretí in blue ink.

Prof. Dr. MARIO ALEXANDRE COELHO SINHORETI

Handwritten signature of Prof. Dr. Gilberto Antônio Borges in black ink.

Prof. Dr. GILBERTO ANTÔNIO BORGES

Handwritten signature of Prof. Dr. Simonides Consani in blue ink.

Prof. Dr. SIMONIDES CONSANI

Dedico esse trabalho...

A minha família

Pela compreensão e apoio constante dos meus pais e do meu irmão

A minha namorada Natalia

Por saber e querer compartilhar todos os detalhes

A minha Avó

Por todo apoio e confiança que sempre em mim foi creditado... Que

Deus a ilumine onde ela estiver....

Agradecimentos especiais

Ao meu orientador, Prof. Dr. Lourenço Correr Sobrinho, meus sinceros agradecimentos pela orientação profissional, pessoal e amiga, pelo crédito. Sua segurança e compreensão me trouxeram confiança e empenho para buscar meu objetivo. Muito Obrigado!

Ao meu co-orientador, Prof. Dr. *Mário Alexandre Coelho Sinhoreti*, pela disponibilidade em ajudar, compartilhar os conhecimentos e compreender as dificuldades. Pela dedicação exemplar a docência e à pesquisa. Muito Obrigado!

Agradecimentos

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

À Faculdade de Odontologia de Piracicaba – UNICAMP, nas pessoas do Diretor, Prof. Dr. Jacks Jorge Junior e Diretor Associado Prof. Dr. *Alexandre Augusto Zaia*.

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:

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

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

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

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

Aos amigos do Programa de Pós-Graduação em Materiais Dentários da Faculdade de Odontologia de Piracicaba – UNICAMP, Marquinhos, Aloísio, Lucas, Ana Paula, Ailla, Rafael Vitti, Victor, Luciano, Américo, Ana Rosa, Giovana, entre todos os outros que sempre me deram força e acreditaram em mim.

Aos meus amigos da FOP – UNICAMP, Mateus, Atais, Pedrão, João Defunto, Thiaguinho, Tiago, Zen, Pinho, Gustavo, Mayra, Leandro e todos os outros que tomaram este caminho mais tranquilo.

Aos professores e alunos da FOP – UNICAMP pela oportunidade de convivência construtiva.

A todos meus amigos que não são dessa faculdade e que sempre me apoiaram para que obtivesse o sucesso.

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

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

RESUMO

O objetivo neste estudo foi investigar o efeito de diferentes tratamentos de superfície, fadiga mecânica e termociclagem na resistência da união à microtração da cerâmica IPS e.max (Ivoclar) e do cimento resinoso de ativação dupla. Métodos: 18 blocos de cerâmica (10 mm de comprimento x 7 mm de largura x 3 mm de espessura) foram confeccionados e divididos em 6 grupos (n=3): Grupos 1, 2 e 3 – jateamento por 5 segundos com partículas de óxido de alumínio de 50µm; Grupos 4, 5 e 6 – condicionamento com ácido hidrófluorídrico à 10% por 20 segundos. O silano Rely X Ceramic Primer foi aplicado sobre todos os espécimes e seco por 5 minutos. Após, os blocos de cerâmica foram unidos à blocos de compósito restaurador Tetric N-Ceram (Ivoclar-Vivadent) com cimento resinoso RelyX ARC (3M ESPE), sob carga estática de 500 gf por 2 minutos. O excesso de cimento foi removido com micropincel e fotoativado por 160 segundos (40 s cada face) com um aparelho de LED (UltraLume 5, Ultradent). Os espécimes dos grupos 1 e 4 foram armazenados em água destilada a 37°C por 24 h. Nos grupos 2 e 5, os espécimes foram submetidos a 3.000 ciclos térmicos entre 5°C e 55°C. Para os grupos 3 e 6, os espécimes foram submetidos ao ensaio de fadiga mecânica por 100.000 ciclos com 2 Hz. Os espécimes foram seccionados perpendiculares a área de união para obtenção de palitos com área seccional de 1mm² (25 palitos por grupo) e submetidos ao ensaio de resistência de união à microtração em máquina de teste universal (EZ Test - Shimadzu) com velocidade de 0,5 mm/min. Foi utilizado para verificar o padrão de fratura uma lupa estereoscópica (Olympus) com aumento de 40x. Os dados foram submetidos à Análise de Variância de 2 fatores e ao teste de Tukey (p<0,05). Os valores de resistência de união à microtração (MPa) foram: 26,9 ± 6,9, 22,2 ± 7,8 e 21,2 ± 9,1 para os Grupos 1 a 3 e 35,0 ± 9,6, 24,3 ± 8,9 e 23,9 ± 6,3 para os Grupos 4 a 6. O grupo controle submetido ao teste de fadiga e termociclado mostrou predominância de padrão de fratura adesiva para o tratamento de superfície com ácido hidrófluorídrico a 10% e padrões adesiva e mista para tratamento de superfície com 50µm de óxido de alumínio. Concluindo a fadiga e a termociclagem

diminuíram significativamente a resistência de união à microtração para ambos os tratamentos de superfície das cerâmicas comparada ao grupo controle. Condicionamento com ácido hidrófluorídrico a 10% aumentou a resistência de união à microtração para o grupo controle.

Palavras Chave: Cerâmica, Ácido Fluorídrico, Jateamento.

ABSTRACT

The aim of this study was to investigate the effect of surface treatments, mechanic fatigue and thermocycling tested on the microtensile bond strength of the ceramic IPS e.max Press (Ivoclar Vivadent) luted with dual-cured resin cement. Eighteen ceramic bars (10mm length x 7mm width x 3.0mm thickness) were fabricated, and divided into 6 groups (n=3): Groups 1, 2 and 3 - air particle abraded for 5 s with 50 μ m aluminum oxide particles; Groups 4, 5 and 6 – acid etched with 10% hydrofluoric acid for 20 s. Coupling agent silane was applied on to all bond surface specimens and allowed to dry for 5 s and the ceramic bars were bonded to a block of composite resin Tetric N-Ceram (Ivoclar-Vivadent) with Rely X ARC (3M ESPE) resin cement and placed under a 500 g static load for 2 min. The cement excess was removed with a disposable microbrush and 40 s light-activation (four activations) were performed using a LED curing unit (UltraLume LED 5, Ultradent). The specimens of the groups 1 and 4 were stored in distilled water at 37°C for 24 hours, groups 2 and 5 were submitted to 3,000 thermocycles between 5°C and 55°C and groups 3 and 6 submitted to a fatigue test for 100,000 cycles with 2 HZ. Specimens were sectioned perpendicular to the bonding area to obtain 1mm² sectional area beams (25 beams per group) and submitted to a microtensile bond strength test in a universal testing machine (EZ Test - Shimadzu), at a crosshead speed of 0.5mm/min. The fracture specimens were observed under optical microscopy (Olympus) at a 40x magnification. Data were submitted to ANOVA and Tukey's test ($p \leq 0.05$). Results: The microtensile bond strength values (MPa) were: 26.9 \pm 6.9, 22.2 \pm 7.8 and 21.2 \pm 9.1 for G1-G3 and 35.0 \pm 9.6, 24.3 \pm 8.9 and 23.9 \pm 6.3 for G4-G6. The control group, fatigue tested and thermocycled groups showed a predominance of failure adhesive for surface treatment with 10% hydrofluoric acid and adhesive and mixed for surface treatment with 50 μ m Al₂O₃. In conclusion the fatigue and thermocycling decreased significantly the microtensile bond strength for both ceramic surface treatments compared to control groups. Etching with 10% hydrofluoric acid increased the microtensile bond strength for the control group.

Key words: Ceramic; Hydrofluoridric Acid; Air abrasion.

SUMÁRIO

INTRODUÇÃO.....	01
CAPÍTULO ÚNICO: <i>Effect of surface treatments, thermocycling and loading on the Bond Strength to Ceramic.</i>	08
CONCLUSÃO GERAL	29
REFERÊNCIAS	30
APÊNDICE – <i>Material e Métodos</i>	34

INTRODUÇÃO GERAL

As cerâmicas odontológicas são usadas rotineiramente como materiais restauradores estéticos na Odontologia devido as propriedades mecânicas satisfatórias, como alta resistência à compressão, estabilidade química, baixa condutibilidade elétrica, difusibilidade térmica, translucidez, fluorescência, biocompatibilidade, propriedades estéticas favoráveis e coeficiente de expansão térmica similar a estrutura do dente (Sherril & O'Brien, 1974; Oilo, 1977; Anusavice, 1996; Della Bona, 1996; van Noort, 2002; Borges *et al.*, 2003). Apesar de ser friável e propensa a propagação de trincas, a cerâmica tem proporcionado nova filosofia na Odontologia estética atual, substituindo as restaurações metálicas, as quais podem apresentar aparência escura e opaca, com dificuldades em reproduzir a cor real do dente (Chaiyabutr *et al.*, 2008).

Com a finalidade de melhorar as propriedades mecânicas e estéticas diferentes formulações e procedimentos técnicos tem sido desenvolvidos. Essas Cerâmicas podem ser classificados em: vítreas (feldspática, leucita e dissilicato de lítio), à base de zircônia (policristais de zircônia estabilizados por Ítrio) e à base de alumina (óxidos de alumina) (Conrad *et al.*, 2007). Dentre os sistemas cerâmicos disponíveis no mercado a alguns anos destacam-se o Impersaal, IPS Empress Esthetic, OPC, IPS Empress 2, Finesse, In Ceram alumina, In Ceram Zircônia, In Ceram Spineel, Procera AllCeram, Procera All Zircon, Cercon, Lava, Vison Esthetic, Cerec, Vita PM9 (Seghi *et al.*, 1990; Dong *et al.*, 1992; Panzera, 1997; Beshinidt & Strub, 1998; Holland *et al.*, 2000). Novos sistemas tem sido

introduzidos no mercado, como o IPS e.max Press, IPS e.max Ceram, IPS e.max ZirCAD, IPS e.max CAD (Madina *et al.*, 2009).

O procedimento de união entre a cerâmica odontológica e a estrutura dental é fator importante para conseguir boa resistência e longevidade da restauração e, dependendo da cerâmica utilizada, a fixação pode ser realizada pela técnica adesiva ou convencional. Na superfície do esmalte e da dentina, a técnica de cimentação adesiva consiste no condicionamento ácido e aplicação de resina fluida e fixação com cimento resinoso (Buonocore, 1955; Brudevold *et al.*, 1956; Fusayama *et al.*, 1979). A difusão e polimerização do monômero do adesivo no interior das áreas desmineralizadas da estrutura dentária proporciona união micromecânica pela formação da camada híbrida (Nakabayashi *et al.*, 1982).

Na superfície interna da restauração de cerâmica, diferentes tratamentos têm sido introduzidos com a finalidade de melhorar a união entre o cimento resinoso e a cerâmica. A cerâmica deve ser susceptível a tratamentos da superfície interna, com a finalidade de promover retenções micromecânicas, para que a ação dos agentes resinosos na cerâmica tenha a mesma efetividade que na estrutura dental.

As cerâmicas vítreas podem ser cimentadas adesivamente, porém necessitam de tratamentos em sua superfície. Os métodos mais utilizados são o condicionamento com ácido hidrofúorídrico e o jateamento com partículas de óxido de alumínio (Ayad *et al.*, 2008, Borges *et al.*, 2003). A aplicação de ácido hidrofúorídrico possibilita modificações na matriz da cerâmica, aumentando a superfície de contato com o adesivo e melhorando a interação com o material de cimentação (Hussain *et al.*, 1979). O condicionamento ácido promove modificação

topográfica na superfície da cerâmica, interferindo no nível de adesão cimento x cerâmica e conseqüentemente criando espaços para a penetração do cimento (Naves *et al.*, 2010).

A cerâmica IPS e.max Press pode ser adesivamente cimentada, sendo assim o procedimento de condicionamento com ácido hidrofúorídrico é usado para criar rugosidade na área de superfície da cerâmica, com a finalidade de promover maior resistência de união entre a cerâmica e o cimento resinoso. O ácido hidrofúorídrico remove parcialmente a matriz de vidro e a segunda fase cristalina, criando irregularidades dentro dos cristais de dissilicato de lítio do sistema cerâmico IPS e.max Press para união. (Borges *et al.*, 2003; Spohr *et al.* 2003; Salvio *et al.*, 2007). Outro tratamento recomendado para a superfície da cerâmica é o jateamento da superfície com partículas de óxido de alumínio (Kato *et al.*, 2000; Sen *et al.*, 2000; Haselton *et al.*, 2001).

Entretanto, em alguns sistemas cerâmicos não é possível realizar o tratamento de superfície, em função desses sistemas possuírem alto conteúdo de carga (cristais de alumina e zircônia). Desse modo, o condicionamento ácido não é eficiente necessitando de outro tratamento como o jateamento com partículas de óxido de alumínio. Apesar desse tratamento ser menos efetivo, ele remove as fases mais fracas da cerâmica, criando superfície irregular para possibilitar a interação mecânica do cimento resinoso com a cerâmica (Panah *et al.*, 2007).

Além dos tratamentos de superfície das cerâmicas, o uso de substâncias químicas como o silano, um monômero composto de radicais orgânicos reativos e grupos monovalentes hidrolisáveis, promove união química entre a fase inorgânica da cerâmica e o material resinoso aplicado sobre a superfície da cerâmica

condicionada. (Roulet *et al.*, 1995; Chen *et al.*, 1998; Kamada *et al.*, 1998; Borges *et al.*, 2003; Spohr *et al.*, 2003).

Para fixação da cerâmica ao dente é necessária a utilização de cimentos. O cimento forma uma camada intermediária unindo a estrutura do dente hibridizada e a superfície tratada da cerâmica odontológica. Dessa forma, as forças aplicadas na superfície da restauração cerâmica são gradualmente transferidas para a estrutura do dente através do cimento sem provocar fraturas na restauração cerâmica ou do dente. Esse fato é importante em restaurações confeccionadas principalmente com cerâmica feldspática, pois a concentração de tensões na superfície promove fratura da cerâmica devido à menor resistência às tensões de tração (Burke, 1995; Groten & Probst, 1997).

Os cimentos mais utilizados para fixação das restaurações cerâmicas são os cimentos à base de resina composta (Kamer *et al.*, 2000), sendo esse um dos responsáveis pelo sucesso clínico das restaurações cerâmicas. Desse modo, é necessário que eles possuam eficiência para garantir união efetiva entre a estrutura dental e a restauração cerâmica, proporcionando boa adaptação marginal (Rosenstiel *et al.*, 1998, Heintze, 2007). Dentre os cimentos resinosos, o Variolink II e o RelyX ARC, apresentam resistência de união adequada e valores de dureza superiores aos de ativação química (Fonseca *et al.*, 2004; Abo-Hamar *et al.*, 2005, De Munck *et al.*, 2004, Gerth *et al.*, 2006). A reação de presa ocorre por polimerização de radicais livres que pode ser iniciado pela ação da luz visível ou por oxidação. De acordo com Spohr *et al.* (2003), a opção de escolha do cimento, para cada condição clínica, deve ter como base as características físicas,

biológicas e de manipulação do cimento frente aos fatores relacionados ao remanescente dentário preparado e a cerâmica a ser cimentada.

Clinicamente quando as restaurações cerâmicas são cimentadas e expostas ao meio bucal, fator como fadiga pode influenciar nas propriedades físicas e mecânicas. Mesmo com o desenvolvimento e o aprimoramento efetuados ao longo dos anos para a confecção das coroas de cerâmicas, elas estão constantemente sujeitas à fadiga e fraturas. O processo de fadiga desenvolve e se instala em fendas microscópicas, promovendo áreas de concentrações de tensões (Callister, 2002). Com as variações térmicas e a carga atuando continuamente sobre as fendas microscópicas, fracassos totais podem ocorrer no material com o tempo (Smyd, 1961; Wiskott *et al.*, 1995). As variações térmicas e a resistência à fadiga proporcionarão detalhes que podem facilitar o entendimento das falhas das restaurações cerâmicas durante o uso (Borges *et al.*, 2009).

Embora a maioria das pesquisas avalie o tratamento interno da superfície da cerâmica com ácido hidrófluorídrico, o jateamento com partículas de óxido de alumínio, pode ser viável. Além disso, pouco se sabe sobre o comportamento da união cerâmica/cimento resinoso submetido à fadiga ou ciclagem térmica. Desse modo, seria viável a realização de estudos para verificar o comportamento da união cerâmica/cimento resinoso após ensaios de fadiga e ciclagem térmica, com diferentes tratamentos da superfície da cerâmica.

Portanto, o objetivo neste estudo foi avaliar a resistência de união à microtração da cerâmica IPS e.max Press à base de dissilicato de lítio fixada com cimento resinoso RelyX ARC, nas seguintes variáveis:

1 – Tratamentos da superfície: jateamento com partículas de óxido de alumínio (50 μm) e condicionamento com ácido hidrófluorídrico 10%.

2 – Ciclagem térmica (3000 ciclos);

3 – Fadiga mecânica (100.000 ciclos)

A hipótese testada foi: (1) o tratamento de superfície da cerâmica não afetaria a resistência de união à microtração; e (2) a fadiga mecânica e a ciclagem térmica não afetariam a resistência de união à microtração da cerâmica.

O presente trabalho é apresentado no formato alternativo de dissertação de Mestrado de acordo com as normas estabelecidas pela deliberação 002/06 da Comissão Central de Pós-Graduação da Universidade Estadual de Campinas. O artigo referente ao Capítulo único foi submetido ao periódico *Operative Dentistry*.

Effect of surface treatments, thermocycling and loading on the Bond between a ceramic and a resin cement

Short Title: Surface treatment on bond strength to ceramic

Clinical Relevance

The acid etched with 10% hydrofluoric acid increased the bond strength between IPS e.max Press ceramic and resin composite Tetric N-Ceram fixed with dual cure RelyX ARC. However, the fatigue and thermocycling decreased the bond strength for both ceramic surface.

SUMMARY

Objectives: The aim of this study was to investigate the effect of two surface treatments, fatigue and thermocycling on the microtensile bond strength between the ceramic IPS e.max Press (Ivoclar) and a dual-cured resin cement. **Methods:** Eighteen ceramic bars (10 mm length x 7 mm width x 3.0 mm thickness) were fabricated, and divided into 6 groups (n=3): Groups 1, 2 and 3 - air particle abraded for 5 s with 50 μ m aluminum oxide particles (AOP); Groups 4, 5 and 6 – acid etched with 10% hydrofluoric acid (HF) for 20 s. Coupling agent silane was applied onto all specimens and allowed to dry for 5 s and the ceramic bars were bonded to a block of composite Tetric N-Ceram (Ivoclar-Vivadent) with RelyX ARC (3M ESPE) resin cement and placed under a 500 g static load for 2 min. The cement excess was removed with a disposable microbrush and, in the interface, 40s light-activation (four activations) were performed at right angles using a LED curing unit (UltraLume LED 5, Ultradent). The specimens of the groups 1 and 4 were stored in distilled water at 37°C for 24 hours, groups 2 and 5 were submitted to 3,000

thermocycles between 5°C and 55°C and groups 3 and 6 submitted to a fatigue test for 100,000 cycles with 2 HZ. Specimens were sectioned perpendicular to the bonding area to obtain 1mm² sectional area beams (25 beams per groups) and submitted to a microtensile bond strength test in a testing machine (EZ Test), at a crosshead speed of 0.5mm/min. Data were submitted to ANOVA and Tukey's test (p≤0.05). Results: The microtensile bond strength values (MPa) were: 26.9 ± 6.9, 22.2 ± 7.8 and 21.2 ± 9.1 for G1-G3 and 35.0 ± 9.6, 24.3 ± 8.9 and 23.9 ± 6.3 for G4-G6. The control group, fatigue tested and thermocycled showed a predominance of adhesive failure. The fatigue and thermocycling decrease significantly the microtensile bond strength for both ceramic surface treatments compared to control groups. Etching with 10% hydrofluoric acid increased the microtensile bond strength for the control group.

INTRODUCTION

Ceramics are used for dental restorations and have excellent properties, such as chemical stability, biocompatibility, low thermal conductivity, high compressive strength, electrical conductivity, thermal diffusivity, translucence, fluorescence and a coefficient of thermal expansion similar to that of tooth structure.¹⁻³ However, they are brittle, a property that can be attributed to the presence of microcracks on the surface of the ceramic, making the material susceptible to fracture during the luting and under occlusal force.^{2,4} To surrogate this lack the ceramic was associated with a metal substructure, and the system has served dentistry for about 50 years. Despite the high fracture resistance of traditional metal ceramic crowns⁵, limitations are imposed on the systems because the metal core can reduce the translucency and affects the esthetics of the restorations

In the past years, several technological advances have led to the development of new materials such as glass-infiltrated, heat-pressed and copy-milled ceramics, exhibiting high strength.

The clinical success of the ceramic restorations depends on a number of factors, such as the cementation procedure and composition of the ceramic material. Different ceramic surface treatments have been introduced to improve resin bonding to ceramic. The ceramic IPS e.max Press may be adhesively cemented, but when the retentive area is small, retention may be inadequate. Bonding of the resin cement to the tooth is ensured by acid etching of enamel or dentin, and by the use of a dentin adhesive.⁶ Techniques for bonding to ceramic IPS e.max Press take advantage of the formation of chemical bonds and micromechanical interlocking at the resin-ceramic surface. Etching procedure with hydrofluoric acid is used to create a rough surface in the ceramic bonding area to enhance the bonding between ceramic and resin cement. Hydrofluoric acid remove the glass matrix and the second crystalline phase, thus creating irregularities within the lithium disilicate crystals of the IPS e.max Press for bonding.^{3,7-8} Another treatment recommended for ceramic surface is mechanical procedures such as airborne particle abrasion with 50- μ m aluminum oxides particles.⁷⁻¹¹ After, the ceramic surface must be coated with suitable silane, forming chemical bonds between the inorganic phase of the ceramic and the organic phase of the resin cement.^{8,12-14}

Clinically, when ceramic restorations are cemented and exposed to the oral environment, factors that could result in fatigue may influence their physical and mechanical properties. Fatigue fracture is a form of failure that occurs in structures with microscopic cracks subjected to dynamic and fluctuating stresses.¹⁵ Continued load during chewing results in stress concentration, and thermal variations induce a fatigue and these cracks propagate and weaken the restoration. Catastrophic fracture results from a final loading cycle that exceeds the load-bearing capacity of the remaining sound portion of the material.¹⁶⁻¹⁷ Thermal variations and fatigue resistance evaluation of dental ceramic could provide a more detailed understanding of failure in clinical use.¹⁸

Therefore, the aim of this study was to investigate the effect of two surface treatments, fatigue and thermocycling on the microtensile bond strength of the ceramic IPS e.max Press luted with dual-cured resin cement. The hypotheses tested were: (1) the surface treatments do not affect the microtensile bond strength of the ceramic; and (2) the fatigue and thermocycling do not affect the microtensile bond strength of the ceramic.

MATERIAL AND METHODS

Table 1 – Material, compositions and manufactures

MATERIAL	MANUFACTURES	COMPOSITION
Feldspatic ceramic IPS E.max Press	Ivoclar vivadent, Schaan, Liechtenstein	LOT: K33870 Highly reinforced by glass-ceramic lithium disilicate
Dual- cured resin cement Relyx ARC	3M ESPE Dental, St. Paul, MN, USA	LOT: GFHL Bis GMA, TEGDMA infiltrated with ceramics treated with silicon and functionalized polymer dimethacrylate
10% hydrofluoric acid	Dentsply, Petrópolis, RJ, Brasil	LOT: L305134C 10% hydrofluoric acid
Air particle abraded 50 μ m Al ₂ O ₃	(Bio-arte Equipamento Odontológico Ltda, São Carlos, SP, Brazil)	LOT: 168729 Particle 50 μ m Al ₂ O ₃

Ceramic Specimens

Eighteen rectangular bars (10 mm length x 7 mm width x 3.0 mm thickness) of IPS e.max Press ceramic (Ivoclar vivadent, Schaan, Liechtenstein), shade LT D3 were fabricated, in accordance with the manufacturer's instructions. Wax patterns rectangular were obtained, sprued and attached to a muffle base with a surrounding paper cylinder. The wax patterns were invested with phosphate-based material (IPS PressVest Speed; Ivoclar vivadent), and the wax was eliminated in

an automatic furnace (Vulcan A-550; Degussa-Ney, Yucaipa, CA, USA) at 850° C for 1 h. The IPS e.max Press ceramic ingots were pressed into the molds in an automatic press furnace (EP 600, Ivoclar vivadent). After cooling, the specimens were divested and submitted to wet polishing with 600- and 1200-grit SiC abrasive paper (Norton S.A., São Paulo, SP, Brazil) to obtain a flat surface.

Surface Treatments

The specimens were randomly divided into six group (n=3): Groups 1, 2 and 3 – the surface test of the ceramic blocks were air particle abraded with 50 μm Al_2O_3 particles (AOP) (Bioart, São Carlos, SP, Brazil) for 5 seconds under 2 bars pressure, with a sandblasting device (Microetch, Bioart) held 10 mm from the ceramic surface. Specimens were then rinsed, cleaned ultrasonically in distilled water for 20 minutes and dried with compressed air; and, Groups 4, 5 and 6 – the surface test of the ceramic blocks were etching with 10% hydrofluoric acid (HF) (Dentsply, Petrópolis, RJ, Brazil) for 20 seconds, followed by distilled water rinsing for 1 minute. Specimens were then rinsed, cleaned ultrasonically in distilled water for 20 minutes and dried with compressed air. One layear of silane coupling agent (RelyX Ceramic primer; 3M ESPE, St. Paul, MN, USA) was applied onto all ceramic specimens and allowed to air dry for 5s.

Bond Strength Testing

In order to obtain specimens for the microtensile bond strength test, rectangular blocks (10 mm length x 7 mm width x 3.0 mm thickness) of composite Tetric N-Ceram (Ivoclar vivadent, shade A3) were fabricated. The composite (Tetric N-Ceram) was bulk inserted into a elastomer mold (Express STD, 3M ESPE, St. Paul, MN, USA) and a poliester strip was seated onto the composite surface, and pressed manually using a microscope slide to remove composite excesses. The composite was light-activated for 80 s from the top surface using a LED source (UltraLume 5, Ultradent, South Jordan, UT, USA) with irradiance of 1100 mW/cm². One coat of Single Bond Adhesive (3M ESPE) was applied onto all composite blocks, air dried for 5 seconds, and light-activated for 10 s (UltraLume 5). A dual-cured resin luting agent (RelyX ARC, 3M ESPE) shade A3, was manipulated according to the manufacturer's instructions and applied to the ceramic surface. The ceramic bars were bonded to a block the composite Tetric N-Ceram and placed under a 500 g static load for 2 min, and the excess cement was removed with a disposable microbrush. Light-activation was performed for 40 s (four activation) at right angles using a LED source (UltraLume LED 5, Ultradent), with a final 40 s exposure from the top surface.

Afterwards, the specimens of groups 1 and 4 were stored in distilled water at 37° C for 24 hours (Control Groups). The specimens of groups 2 and 5 were stored in distilled water at 37°C for 24 hours, followed by 3,000 thermocyclings (MSCT 3 - Marnucci ME, São Carlos, SP, Brasil) between 5 and 55°C (dwell time of 30 seconds). After, stored in distilled water at 37°C for 24 hours. The specimens of

groups 3 and 6 were submitted to a fatigue test 100,000 cycles (ER37000 - ERIOS, São Paulo, SP, Brasil) that consisted of cyclic loading with a 8-mm diameter stainless steel ball with load of 80 N in a wet environment prior to microtensile bond testing. The cyclic loading had a force profile in the form of a sine wave at 2 Hz.

After, the specimens were sectioned perpendicular to the bonding interface area to obtain beams with bonding area of 1 mm² using a water-cooled diamond blade (EXTEC Corporation, Enfield, CT, USA) in a low speed saw machine (Isomet 1000, Buehler, Lake Bluff, IL, USA). The cross-sectional area of the bond interface of each beam was measured with a digital caliper (Mitutoyo Corporation, Tokyo, Japan). Each beam was fixed to the grips of a microtensile device with a cyanoacrylate adhesive (Zapit, Dental Ventures of America Inc., Corona, CA, USA) and the microtensile bond test was conducted in a testing machine EZ Test (EZS, Shimadzu, Tóquio, Japão) at a crosshead speed of 0.5 mm/min until failure. Bond strength values was calculated and the data supplied in MPa. An average of twenty five beams were obtained for each group. Microtensile bond strength data were submitted to two-way ANOVA and multiple comparisons were performed using the Tukey's post-hoc test ($p \leq 0.05$)

Failure Analysis

The fracture specimens were observed under optical microscopy (Olympus) at a 40X magnification. The mode of failure was classified as follows: adhesive (Mode 1), cohesive within ceramic (Mode 2), cohesive within composite (Mode 3) e

mixed, involving cement, ceramic and composite (Mode 4). The surfaces treated by etching with 10% hydrofluoric acid, air particle abraded with 50 μm Al_2O_3 particles and without treatments were gold coated with a sputter coater (Balzers-SCD 050, Balzers Union, Aktiengesellschaft, Fürstentun, Liechtenttein) for 180 s at 40 mA. They were then mounted on coded brass stubs, and examined using scanning electron microscopy (SEM; LEO 435 VP, Cambridge, England), operated at 20 Kv, by the same operator.

RESULTS

Bond strength testing and Failure Analysis

The mean values of the microtensile bond strength are shown in Table 1. For the control group, the bond strength of the specimens etched with 10% hydrofluoric acid (HF) was significantly higher than the air particle abraded with 50 μm Al_2O_3 (AOP) ($p \leq 0.05$). For the fatigue tested group, no statistical difference was found between the specimens etched with 10% hydrofluoric acid and air particle abraded with 50 μm Al_2O_3 ($p \geq 0.05$). Similar results were observed for the thermocycled group.

For all treatments the microtensile bond strength of the control group was significantly higher than fatigue and thermocycled ($p \leq 0.05$). No statistical difference was found between fatigue tested and thermocycled groups ($p \geq 0.05$).

The distribution of failure modes is shown in Table 2. The control group, fatigue and thermocycled showed a predominance of failure adhesive for surface

treatment with 10% hydrofluoric acid and adhesive and mixed for surface treatment with 50 μm Al_2O_3 .

DISCUSSION

The clinical success of the ceramic restoration depends on the quality and durability of the bond between the ceramic and the resin cement. The quality of this bond is determined by the bonding mechanisms that are controlled in part by the specific surface treatment used to promote micromechanical or chemical retention to the ceramic substrate.¹⁹ The micromechanical retention of the ceramic surface plays an important role for bonding with resin luting cement⁸. Morphology modification on the ceramic surface may be performed to promote better bond strength.⁷ After surface treatment the resin cement is applied onto the ceramic surface and the penetration of the cement and polymerization is responsible for the bonding.²⁰⁻²¹

In the present study, two ceramic surface treatments were evaluated. The results indicate that the first hypothesis was accepted in part. The etching procedure with 10% hydrofluoric acid resulted in the highest tensile bond strength with statistically significant difference when compared with air particle abraded with 50 μm Al_2O_3 for the control group. No statistical difference was found after fatigue and thermocycling.

The difference in tensile bond strength can be explained on the basis of morphology created by air particle abrasion and etched specimens. Etching with 10% hydrofluoric acid of ceramic surface promoted dissolution in the glassy matrix

of the specimens to the depth of a few microns, as a result, the lithium disilicate crystal protrudes from the glass matrix. Elongated crystals and shallow irregularities were clearly observed (Fig 2) when compared to surface to surface without surface treatment (Fig 1). The change in the surface morphology treated with 10% hydrofluoric acid, increased the surface area and facilitates the penetration and retention of resin cement into the micro-retentions of the treated surface.^{7,8,22} It has been shown that this treatment has an efficient result for other kind of dental ceramics.^{3,7,8,12,19-20,23} The lowest mean tensile bond strength was obtained for specimens air abraded with 50 μm Al_2O_3 in the control specimens. The present results indicate that this treatment can not provide a mechanically retentive surface as efficient as etching with hydrofluoric acid. This treatment promoted morphologic alteration of the ceramic surface by increasing the number of pits per unit area, resulting in an increase in the number of potential retention areas and surface area (Fig 2). Salvio et al., Spohr et al., Ayad et al. and Attia et al. also demonstrated that there is a decrease in shear bond strength when the ceramic surface was air abraded with 50 μm Al_2O_3 in relation the ceramic surface etched with 10% hydrofluoric acid. However, Panah et al. showed no significant difference between ceramic surface etched with 10% hydrofluoric acid and air abraded with 50 μm Al_2O_3 .

A variable that can contribute to failure of a ceramic is the oral environment. It is known that the oral environment is able to induce physicochemical alterations to this the dental materials.²⁵ Mechanical fatigue test and temperature change of materials provide conditions for the degradations in the aqueous environment.

The air abraded with 50 μm Al_2O_3 has its own faults and surface defects that can compromise the strength of the crown. However, the role of airbrade particle the long term strength of dental ceramics under cyclic loading, relevant to a dentist, was largely ignored. A recent study on the strength of three Y-TZP dental ceramics suggests that the relative importance of these effects depends on the material microstructure as well as on the severity of the airbrade particle. This raises questions concerning the underlying nature of the airbrade particle-induced flaws. Clearly, the flaws must be more severe than those associated with the microstructure. Previous studies indicate that sandblast flaws have the nature of true microcracks. Cyclic loading further exacerbates microcrack extension by some mechanical degradation process, most likely by continual reduction of friction at microcrack walls in repeated shear sliding. In some cases, depending on the structure of ceramics, the blasting can generate compression surface, through the induction of cargo, thus opening the microcracks and inducing changes in the tetragonal monoclinic phase, thus causing premature failure that occurs in the long term, ceramics treated with air abraded with 50 μm Al_2O_3 ³¹.

In the present study, when the fatigue test and thermal cycling were evaluated. The results indicate that the second hypothesis was not accepted. The groups etched with 10% hydrofluoric acid and air abraded with 50 μm Al_2O_3 submitted to fatigue test and thermal cycling, decreased the tensile bond strength with statistically significant differences compared to the control groups. Fatigue is explained by the development of the characteristics of materials alterations in areas of stress concentration with continued load.¹⁷ Probably, when the specimens were submitted to a cycling loading under wet conditions, the propagation of small

cracks in the interface between ceramic surface and the resin luting agent might have a significantly effect on the bond strength reduction.

In this study the effect of thermocycling on microtensile bond strength has been determined. Kamada et al. related that the durability of the bond strength between silinated ceramic surface and the resin cement decrease with thermocycling and water storage. Oyafuso et al. showed decreasing in resistance to fracture after both ceramic-gold and ceramic-Ti cp combinations submitted to thermocycling and mechanical cycling. Different studies have demonstrated that, depending on silane type used, thermocycling might have a significant effect on bond strength reduction between the resin and ceramic interface.²⁷⁻³² The degree of hydrolysis is responsible for the silane products efficacy; the higher the degree of hydrolysis, the better the bond provided by silane coupling agent.³³ The permeability of the silane take place because of the hydrolysis of the Si-O bonds at the ceramic-silane interface by the water absorption.³⁴ This may also be responsible for the level of degradation and the bond strength between the ceramic-resin interface during thermocycling. Salvio et al. reported that the Monobond S (Ivoclar vivadent, Schaan, Liechtenstein) silane followed by RelyX ARC resin cement was partially efficient in water storage conditions, since the mean bond strength decreased after 1 year. On the other hand, Spohr et al. showed that Scotchbond Ceramic Primer (3M ESPE) followed Single Bond adhesive system and Rely X ARC resin cement was effective after thermocycling procedure. However, in their study the specimens were submitted to 500 thermocycles.

Besides, another factor is the reduction in the mechanical properties of the resin cement when submitted to a fatigue test and thermocycling. The reduction of mechanical properties of the resin cement is probably a result of a continuous action of water in the interface ceramic-resin cement. The mechanism of water transport and its effects in the mechanical properties of polymers depend on several factors.³⁵⁻³⁶ Monomer amount and compositions varies according to the specific applications and manufacturer's goals³⁷ and variability will define the chemical stability of resin in a specific environment.³⁸ The sensibility of resin based materials to water depends on the degree of monomer conversion³⁹, degree of polymer cross-linking, volume fraction of intrinsic nanometer sized pores, and quantity as well as presence of fillers.³⁵ Besides, increasing the ratio of TEGDMA and UDMA to BisGMA caused an increasing to susceptibility to water sorption.⁴⁰⁻⁴¹ Perhaps the presence of the TEGDMA in the resin cement used in the present research may have contributed to the acceleration of water sorption and affected the mechanical properties of the resin cement during a fatigue test and thermocycling.

The mode of failure did not correlate directly with the bond strength results, as can be seen in Table 2. Even though the control group showed bond strength higher than fatigued and thermocycled for both treatments, adhesive mode was predominant. It could be explained by the fact that microtensile test evaluates a small area and the resin cement was much more bonded with the resin composite than the ceramic, even though the bond with the ceramic material has chemical union. Hence, more detailed exams would clarify better the failure at microscope

view and chemical composition. Thus, a closer evaluation as SEM and EDS on the debonded surface could bring more information.

The present research evaluated one silane agent and one resin cement associated with a silicate based ceramic. Further studies should be conducted evaluating different brands and ceramics. The results showed the efficiency of the surface treatment with 10% hydrofluoric acid for the di-silicate ceramic if compared to air abrasion with 50 μm Al_2O_3 . However, the present results could bring attention when applying the di-silicate based ceramic, to select the better option aiming a long term success of the restoration.

CONCLUSION

Within the limitations of the study the following conclusions can be drawn:

1 – The fatigue and thermocycling decreased significantly the microtensile bond strength for both ceramic surface treatments compared to control groups.

2 – The surface treatments with 10% hydrofluoric acid showed higher microtensile bond strength values than specimens treated by air particle abrasion with 50 μm aluminum oxide particles for the control group.

3 – The control group, fatigue tested and thermocycled showed a predominance of adhesive failure.

Acknowledgments

This study was supported by Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e tecnológico - CNPq (Grant 303928/2009-3) and Coordenação de Aperfeiçoamento

de Pessoal de Nível Superior – CAPES. Dr EW Kitajima, Dr FAO Tanaka and RB Salaroli (NAP/MEPAESALQ/USP, Brazil) for SEM equipment support.

References

- 1 – Anusavice KJ (1996) Philips' Science of Dental Materials, ed. 10. Philadelphia: Saunders.
- 2 – van Noort R: Introduction to dental Materials (2002). (Ed). St. Louis, MO: Mosby, PP. 201-214.
- 3 – Borges GA, Spohr AM, De Goes MF, Correr-Sobrinho L & Chan DNC (2003) Effect of etching particle abrasion in the microstructure of different dental ceramics *Journal of Prosthetic Dentistry* **89(5)** 479-88.
- 4 – MacLean JW & Hughes TH (1965) The reinforcement of dental porcelain with ceramic oxides *Brazilian Dental Journal* **119(6)** 251-267.
- 5 – Brecker SC (1956) Porcelain baked to gold-a new médium in prosthodontics *Journal of Prosthetic Dentistry* **6** 801-810.
- 6 – Fusayama T, Nakamura M, Kurosaki N & Iwaku M (1979) Non-pressure adhesion of a new adhesive restorative resin *Journal of Dental Research* **58(4)** 1364-1370.
- 7 – Salvio LA, Correr-Sobrinho L, Consani S, Sinhoreti MAC, De Goes MF & Knowles JC (2007) Effect of water storage and surface treatments in the tensile Bond strength of IPS Empress 2 Ceramic *Journal of Prosthodontics* **16(3)** 192-199.
- 8 – Spohr AM, Correr-Sobrinho L, Consani S, Sinhoreti MAC & Knowles JC (2003) Influence of surface conditions and silane agent on the Bond of resin to IPS Empress 2 Ceramic *The International Journal of Prosthodontics* **16(3)** 277-282.
- 9 – Haselton DR, Diaz-Arnold A & Dunne Jr (2001) Shear Bond strengths of 2 intraoral porcelain repair systems to porcelain or metal substrates *Journal of Prosthetic Dentistry* **86(5)** 526-531.
- 10 – Kato H, Matsumura H & Atsuta M (2000) Effect of etching and sandblasting on Bond strength to sintered porcelain of unfilled resin *Journal of Oral Rehabilitation* **27(2)** 103-110.
- 11 – Sen D, Poyrazoglu E, Tuncelli B & Goller G (2000) Shear Bond strength of resin luting cement to glass-infiltrated porous aluminum oxide cores *Journal of Prosthetic Dentistry* **83(2)** 210-215.
- 12 – Roulet JF, Soderholm KJ & Longmate J (1995) Effect of treatment and storage conditions on ceramic/composite Bond strength *Journal of Dentistry Research* **74(1)** 381-387.

- 13 – Kamada K, Yoshida M & Atsuta M (1998) Effect of ceramic treatments on the Bond of four resin luting agents to a ceramic material *Journal of Prosthetic Dentistry* **79(5)** 508-513.
- 14 – Chen JH, Matsumura H & Atsuta M (1998) Effect of different etching periods on the bond strength of a composite resin to a machinable porcelain *Journal of Dentistry* **26(1)** 53-58.
- 15 – Callister WD Jr. Materials Science and engineering: Na Introduction (Ed 1) Hoboken, NJ, John Wiley & Sons, 2002, PP.193-220.
- 16 – Smyd ES. The role of torque, torsion and bending in prosthodontics failures (1961) *Journal of Prosthetic Dentistry* **11** 95-111.
- 17 – Wiskott HW, Nicholls JI & Belser UC (1995) Stress fatigue: Basic principles and prosthodontic implications *The International Journal of Prosthodontics* **8(2)** 105-116.
- 18 – Borges GA, Caldas D, Taskonak B, Yan J, Correr-Sobrinho L & Oliveira WJ (2009) Fracture loads of all-ceramic crowns under wet and dry fatigue conditions *Journal of Prosthodontics* **18(8)** 649-655.
- 19 – Della Bona A, Shen C & Anusavice KJ (2004) Work of adhesion of resin on treated lithia disilicate-based ceramic *Dental Materials* **20(4)** 338-344.
- 20 – Ayad MF, Fahmy NZ & Rosenstiel SF (2008) Effect of surface treatment on roughness and bond strength of a heat-pressed ceramic *Journal of Prosthetic Dentistry* **99(2)** 123-130.
- 21 – Ozcan M, Alkumru HN & Gemalmaz D (2001) The effect of surface treatment on the shear bond strength of luting cement to a glass-infiltrated alumina ceramic *The International Journal of Prosthodontics* **14(4)** 335-339.
- 22 – Ozcan M & Vallittu PK (2003) Effect of surface conditioning methods on the bond strength of luting cement to ceramic *Dental Materials* **19(8)** 725-731.
- 23 – Attia A (2010) Influence of surface treatment and cyclic loading on the durability of repaired all-ceramic crowns *Journal of Applied Oral Science* **18(2)** 194-200.
- 24 – Panah FG, Rezai SM & Ahmadian L (2008) The influence of ceramic surface treatments on the micro-shear bond strength of composite resin to IPS Empress 2 *Journal of Prosthodontics* **17(5)** 409-14.
- 25 – Oyafuso DK, Ozcan M, Bottino MA & Itinoche MK (2008) Influence of thermal and mechanical cycling on the flexural strength of ceramics with titanium or gold alloy frameworks *Dental Materials* **24(3)** 351-56.
- 26 – Kamada K; Yoshida K; Atsuta M. Effect of ceramic surface treatments on the bond of four resin luting agents to a ceramic material *Journal of Prosthetic Dentistry* **79(5)** 508-13.
- 27 – Appeldoorn RE, Wilwerding TM & Barkmeier WW (1993) Bond strength of composite resin to porcelain with newer generation porcelain repair systems *Journal of Prosthetic Dentistry* **70(1)** 6-11.

- 28 – Diaz-Arnold AM & Aquilino SA (1989) An evaluation of the bond strength of four organosilane materials in response to thermal stress *Journal of Prosthetic Dentistry* **62(3)** 257-260.
- 29 – Wolf DM, Powers JM & O’Keefe KL (1992) Bond strength of composite to porcelain treated with new porcelain repair agents *Dental Materials* **8(3)** 158-161.
- 30 – Kato H, Matsumura H & Atsuta M (1996) Bond strength and durability of porcelain bonding systems *Journal of Prosthetic Dentistry* **75(2)** 163-168.
- 31 – Zhang Y, Lawn BR, Rekow ED & Thompson VP (2004) Effect of sandblasting on the long-term performance of dental ceramics *Journal of Biomedical Materials Research* **71(2)** 381-6.
- 32 – Hoosmand T, Van Noort R & Keshvad A (2002) Bond durability of the resin-bonded and silane treated ceramic surface *Dental Materials* **18(2)** 179-188.
- 33 – Umemoto K & Kurata S (1995) Effects of mixed silane coupling agent on porcelain tooth material and various dental alloys *Dental Materials* **14(2)** 135-42.
- 34 – Stokes AN, Hood JAA, Tidmarsh BG (1988) Effect of 6-month water storage on silane-treated resin/porcelain bonds *Journal of Dentistry* **16(6)** 294-296.
- 35 – Soles CL & Yee AF (2000) A discussion of the molecular mechanisms of moisture transport in epoxy resins *Journal of Polymerization Science Part B: Polymerization Physical* **38** 792-802.
- 36 – Van Landingham MR, Eduljee RF & Gillespie JW Jr (1999) Moisture diffusion in epoxy systems *Journal of Applied Polymer Science* **71** 787-798.
- 37 – Ruyter IE & Oysaed H (1987) Composites for use posterior teeth: composition and conversion *Journal of Biomedical Materials Research* **21(1)** 11-23.
- 38 – Santerre JP, Shajii L & Leung BW (2001) Relation of dental composite formulations to their degradation and release of hydrolyzed polymeric-resin-derived products *Critical Reviews in Oral Biology and Medicine* **12(2)** 136-151.
- 39 – Ferracane JL (1994) Elution of leachable components from composites *Journal of Oral Rehabilitation* **21(4)** 441-52.
- 40 – Beatty MW, Swartz ML, Moore BK, Phillips RW, Roberts TA (1993) Effect of crosslinking agent content, monomer functionality, and repeat unit chemistry on properties of unfilled resins *Journal of Biomedical Materials Research* **27(3)** 403-413.
- 41 – Venz S & Dickens B (1991) NIR-spectroscopic investigation of water sorption characteristics of dental resin composites *Journal of Biomedical Materials Research* **24(10)** 1231-1248

Table 1 – Microtensile bond strength Means-MPa (Standard Deviations) for all groups.

Surface Treatments	Bond Strength (MPa)		
	Control Group	Fatigue Tested	Thermocycled
10% hydrofluoric acid (HF)	35.0 (9.6) A,a	23.9 (6.3) B,a	24.3 (8.9) B,a
50 μm Al ₂ O ₃ (AOP)	26.9 (6.9) A,b	21.2 (9.1) B,a	22.2 (7.8) B,a

Means followed by distinct capital letters in the same line, and small letters in the column, are significantly different at (Tukey's test, $p < 0.05$).

Table 2 – Failure Modes Analysis of the debonded specimens (%) among groups.

	Mode 1		Mode 2		Mode 3		Mode 4	
	HF	AOP	HF	AOP	HF	AOP	HF	AOP
Control Group	47	53	5	0	24	0	24	47
Fatigue Tested	52	73	0	18	11	0	37	9
Thermocycled	80	91	0	9	5	0	15	19

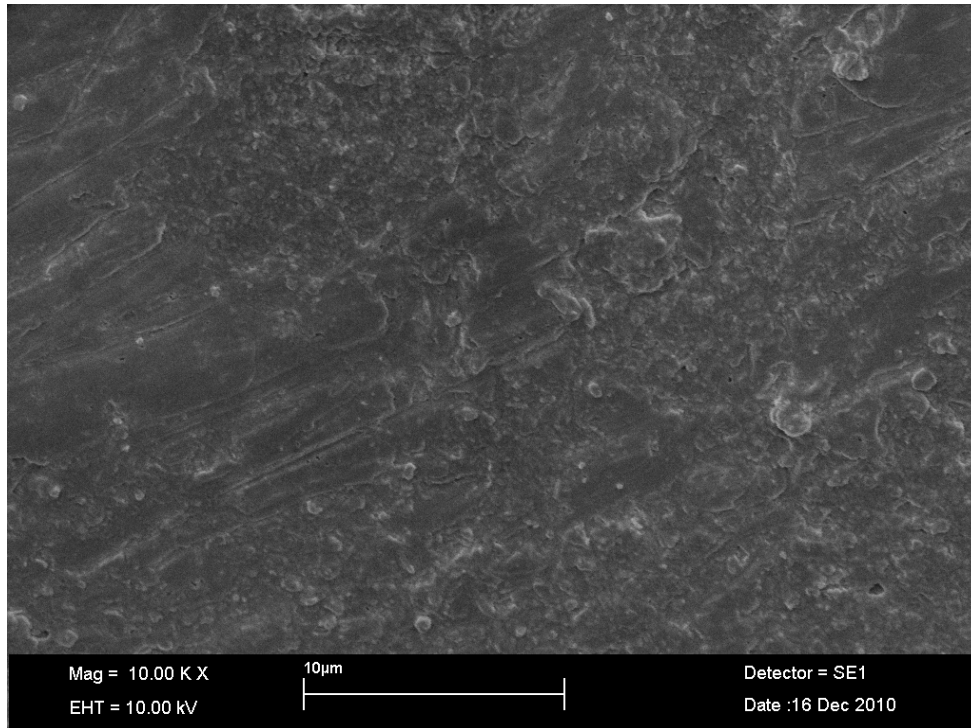


Figure 1 - SEM morphological aspect of ceramic surface without additional treatment (x10000).

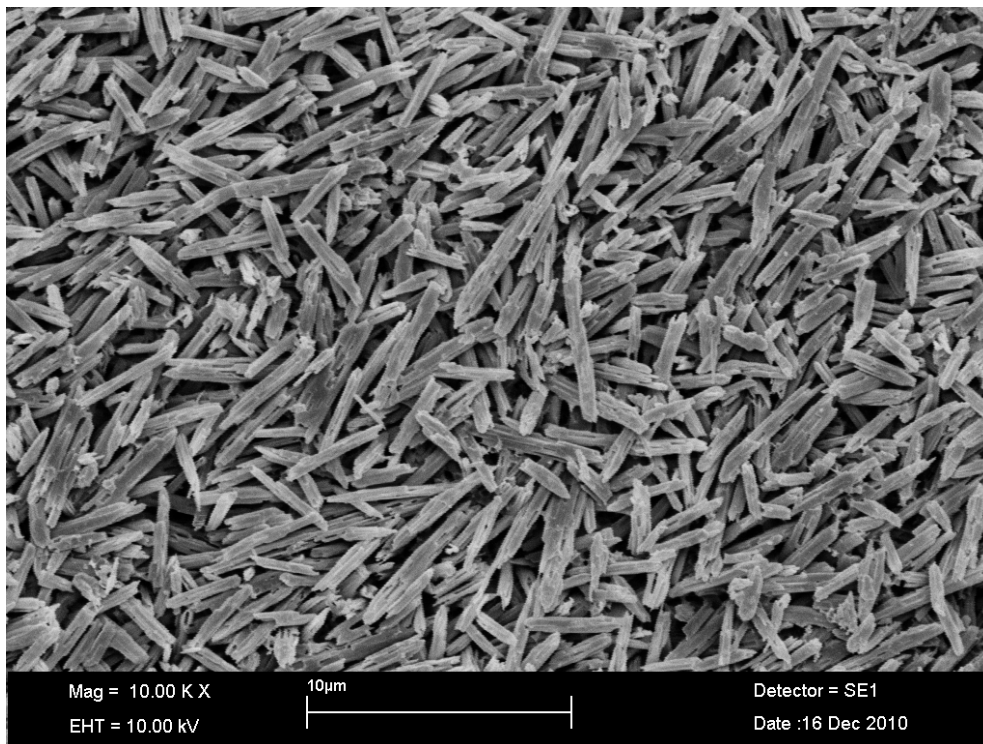


Figure 2 – SEM morphological aspect of ceramic surface treated with 10% hydrofluoric acid for 20 seconds (x10000).

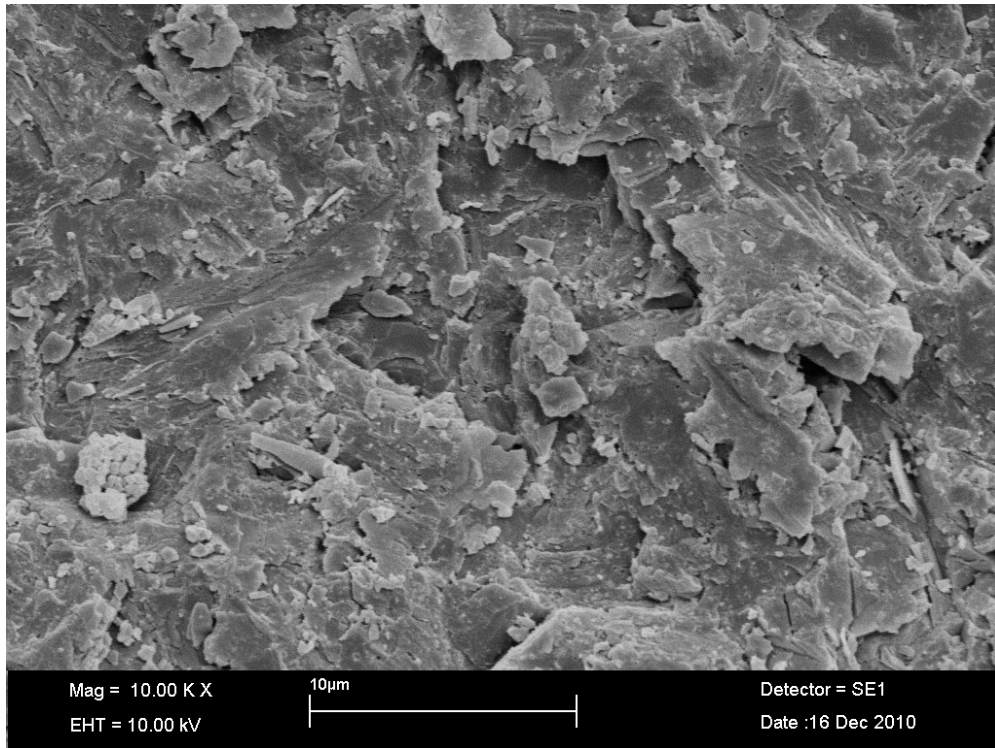


Figure 3 - SEM morphological aspect of ceramic surface air particle abraded for 5 s with 50µm aluminum oxide particles (x10000).

CONCLUSÃO GERAL

Dentro das limitações do estudo pode ser concluído que:

- 1 – A fadiga e termociclagem diminuíram significativamente a resistência à união para ambos os tratamentos de superfície em relação ao grupo controle.
- 2 – O condicionamento com ácido fluorídrico 10% aumentou a resistência de união à microtração para o controle em relação ao jateamento com Al_2O_3 .

REFERÊNCIAS*.

- 1 - Abo-Hamar SE, Federlin M, Hiller KA. Effects of temporary cements on the bond strength of ceramic luted to dentin. *Dent Mater* 2005; 21(9): 794-803.
- 2 - Anusavice KJ. *Philips' Science of Dental Materials*, ed. 10. Philadelphia: Saunders, 1996.
- 3 - Ayad MF, Fahmy NZ, Rosenstiel SF. Effect of surface treatment on roughness and bond strength of a heat-pressed ceramic. *Journal of Prosthetic Dentistry* 2008; 99(2): 123-130.
- 3 - Beschnidt SM, Strub JR. Evaluation of the marginal accuracy of different all-ceramic crown systems after simulation in the artificial mouth. *J Oral Rehabil* 1999; 26(7): 582-93.
- 4 - Borges GA, Spohr AM, De Goes MF, Correr-Sobrinho L, Chan DNC. Effect of etching particle abrasion in the microstructure of different dental ceramics. *J Prosthet Dent* 2003; 89(5): 479-88.
- 5 - Borges GA, Caldas D, Taskonak B, Yan J, Correr-Sobrinho L, Oliveira WJ. Fracture loads of all-ceramic crowns under wet and dry fatigue conditions. *J Prosthodont* 2009; 18(8): 649-55.
- 6 - Brudevold F, Buonocore M, Wileman W. A report on a resin composition capable of bonding to human dentin surfaces. *J Dent Res* 1956; 35(6): 846-851.
- 7 - Buonocore, M.G. A simple method of increasing the adhesion of acrylic filling materials to enamel surfaces. *J Dent Res* 1955; 34(6): 849-53.
- 8 - Burke, F.J.T. The effect of variations in bonding procedure on fracture resistance of dentin-bonded all-ceramic crowns. *Quintessence International* 1995; 26(4): 293-300.
- 9 - Callister WD Jr. *Materials Science and engineering: Na Introduction* (Ed 1) Hoboken, NJ, John Wiley & Sons, 2002, PP.193-220.
- 10 - Chaiyabutr Y, McGowan S, Phillips KM, Kois JC, Giordano RA. The effect of hydrofluoric acid surface treatment and bond strength of a zirconia veneering ceramic. *J Prosthet Dent* 2008; 100(3): 194-202.
- 11 - 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.

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

- 12 - 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.
- 13 - De Munck J, Vargas M, Van Landuyt K, Hikita K, Lambrechts P, Van Meerbeek B. Bonding of an auto-adhesive luting material to enamel and dentin. *Dent Mater* 2004; 20(10): 963-71.
- 14 - Della Bona, A. *Ceramicas: desenvolvimento e tecnologia* RFO UPF 1996; 1(1): 13-23.
- 15 - Dong JK, Luthy H, Wohlwend A, Schärer P. Heat-pressed ceramics technology and strength. *Int J Prosthodont* 1992; 5(1): 9-16.
- 16 - Fonseca RG, Cruz CAS, Adabo GL. The influence of chemical activation on hardness of dual-curing resin cements. *Braz Oral Res* 2004; 18(3): 228-232.
- 17 - Fusayama T, Nakamura M, Kurosaki N, Iwaku M. Non - pressure adhesion of a new adhesive restorative resin. *J. Dent. Res* 1979; 58 (4): 1364-1370.
- 18 - Gerth HU, Dammaschke T, Züchner H, Schäfer E. Chemical analysis and bonding reaction of RelyX Unicem and Bifix composites-a comparative study. *Dent Mater* 2006; 22(10): 934-41.
- 19 - Groten M, Pröbster L. The influence of different cementation modes on the fracture resistance of feldspathic ceramic crowns. *Int. J. Prosthodontics, Lombard* 1997; 10(2):169-176.
- 20 - Haselton DR, Diaz-Arnold A, Dunne Jr. Shear Bond strengths of 2 intraoral porcelain repair systems to porcelain or metal substrates. *J Prosthet Dent* 2001; 86(5): 526-531.
- 21 - Heintze SD. Systematic reviews: The correlation between laboratory tests on marginal quality and bond strength. The correlation between marginal quality and clinical. outcome. *J Adhes Dent* 2007; 9(Suppl. 1): 77-106.
- 22 - 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():297-303.
- 23 - Hussain MA, Bradford EW, Charlton G. Effect of etching on the strength of aluminous porcelain jacket crowns. *British Dental Journal* 1979; 147(4): 89-90.
- 22 - Kamada K, Yoshida M, Atsuta M. Effect of ceramic treatments on the Bond of four resin luting agents to a ceramic material. *J Prosthet Dent* 1998; 79(5): 508-513.
- 23 - Kramer N, Lohbauer U, Frankenberger R. Adhesive luting of indirect restorations. *A J Dent.* 2000; 13(Spec No): 60D-76D.
- 24 - Kato H, Matsumura H, Atsuta M. Effect of etching and sandblasting on Bond strength to sintered porcelain of unfilled resin. *J Oral Rehabil* 2000; 27(2): 103-110.

- 26 – Madina MMA, Özcan M, Badawi MF. Effect of Surface Conditioning and Taper Angle on the Retention of IPS e.max Press Crowns. *J Prosthodont* 2009; 19 (2010): 200–204.
- 25 - Nakabayashi N, Kojima K, Masuhara E. The promotion of adhesion by the infiltration of monomers into tooth substrates. *Journal of Biomedical Materials Research* 1982; 16(2) 265-273.
- 27 – Naves LZ, Soares CJ, Moraes RR, Gonçalves LS, Sinhoreti MAC, Correr-Sobrinho L. Surface/Interface Morphology and Bond Strength to Glass Ceramic Etched for Different Periods. *Oper Dent* 2010; 35(4): 420-427.
- 26 – Oilo G. Adaptation of luting cement to enamel, dentin and restorative material. *Acta Odontol Scand* 1978; 36(6): 149-156.
- 28 – Panah FG, Rezai SM, Ahmadian L. The influence of ceramic surface treatments on the micro-shear bond strength of composite resin to IPS Empress 2 *J Prosthodont* 2007; 17(5): 409-14.
- 27 – Panzera, C. OPC™ The new and improved pressable ceramic. Brochure: Jeneric Pentron, 1998
- 28 – Rosenstiel SF, Land MF, Crispin BJ. Dental luting agents: a review of the current literature. *J Prosthet Dent* 1998; 80(3): 280–301.
- 29 – Roulet JF, Söderholm KJ, Longmate J. Effect of treatment and storage conditions on ceramic/composite Bond strength. *J Dent Res* 1995; 74(1): 381-387.
- 30 – Salvio LA, Correr-Sobrinho L, Consani S, Sinhoreti MAC, De Goes MF, Knowles JC. Effect of water storage and surface treatments in the tensile Bond strength of IPS Empress 2 Ceramic. *J Prosthodont* 2007;16(3): 192-199.
- 31 – Seghi RR, Sorensen JA. Flexural strength of six ceramic materials. *J Dent Res* 1990; 69(Special Issue); 299.
- 32 – Sen D, Poyrazoglu E, Tuncelli B, Goller G. Shear Bond strength of resin luting cement to glass-infiltrated porous aluminum oxide cores. *J Prosthet Dent* 2000; 83(2): 210-215
- 33 – Sherril CA, O'brien WJ. Transverse strength of aluminous and feldspatic porcelain. *J Dent Res* 1974; 53(8): 683-690.
- 34 – Smyd ES. The role of torque, torsion and bending in prosthodontics failures. *J Prosthet Dent* 1961;11: 95-111.
- 35 – SPohr AM, Correr-Sobrinho L, Consani S, Sinhoreti MAC, Knowles JC. Influence of surface conditions and silane agent on the Bond of resin to IPS Empress 2 Ceramic. *Int J Prostodont* 2003;16(3): 277-282.
- 36 – van Noort R: Introduction to dental Materials (Ed). St. Louis, MO: Mosby, 2002, PP. 201-214.
- 37 – Wiskott A, Nicholls JL, Belser UC. Stress fatigue: Basic principles and prosthodontic implications. *Int J Prosthodont* 1995; 8(2): 105-116.

APÊNDICE
MATERIAL E MÉTODO

MATERIAL E MÉTODO

MATERIAL

Neste estudo foram empregados os seguintes materiais conforme Quadro

1.

Quadro 1 – Materiais utilizados no estudo e os respectivos fabricantes.

MATERIAL	FABRICANTE
Cerâmica feldspática IPS E.max Press	Ivoclar vivadent, Schaan, Liechtenstein
Cimento resinoso de presa dual Relyx ARC	3M ESPE Dental, St. Paul, MN, USA
Ácido fluorídrico 10%	Dentsply, Petrópolis, RJ, Brasil
Ácido fosfórico 37%	Dentsply, Petrópolis, RJ, Brasil
Partículas de óxido de alumínio 50 μ m	(Bio-arte Equipamento Odontológico Ltda, São Carlos, SP, Brazil)
RelyX Ceramic Primer (Silano)	3M ESPE Dental, St. Paul, MN, USA
Adesivo Single Bond 2	3M ESPE Dental, St. Paul, MN, USA
Compósito Resinoso Tetric N- Ceram	Ivoclar vivadent, Schaan, Liechtenstein

MÉTODO

Confecção dos espécimens em cerâmica

Foram confeccionadas 18 espécimes com a cerâmica IPS E.max Press (Ivoclar Vivadent AG, Schaan, Liechtenstein), com 10 mm de comprimento, 7 mm de largura por 3 mm de espessura obtidos em uma matriz de silicone de adição. A cera tipo II (Thowax) foi liquefeita e vertida no interior da matriz de silicone, para confecção dos padrões em cera. Após, o conduto com 3mm de diâmetro por 4mm de comprimento foi fixado no padrão de cera e adaptado num cilindro plástico (Figuras 1A e 1B). Em seguida, foi adaptado na base plástica do cadinho um anel de silicone (Ivoclar vivadent). O padrão de cera foi incluído com revestimento à base de fosfato IPS PressVest Speed (Ivoclar vivadent), na proporção de 200g de pó para 27mL de líquido próprio do material e 27mL de água destilada e espatulado mecanicamente a vácuo na maquina Multivac 4 (Degussa, Hanau, Germany) por 2 minutos (Figuras 2A e 2B). Após a presa, o cilindro de silicone, o formador do conduto e a base foram removidos.

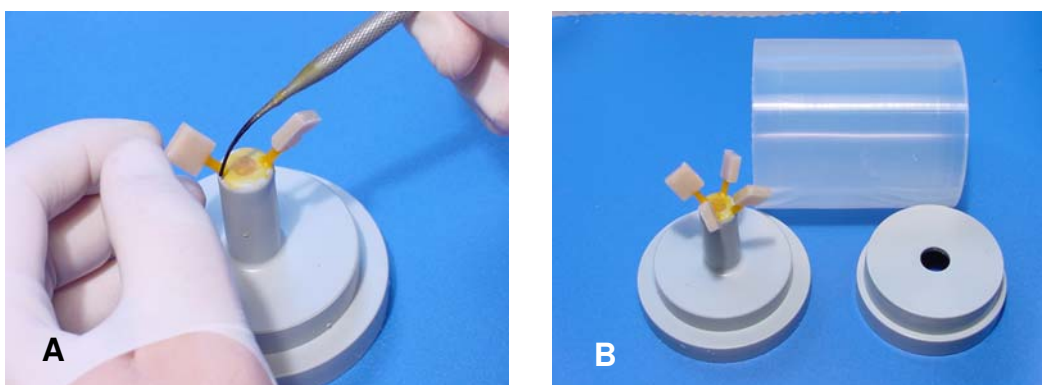


Figura 1 – A: Padrão de cera fixado na base formadora do cadinho. B: Base e anel de silicone.

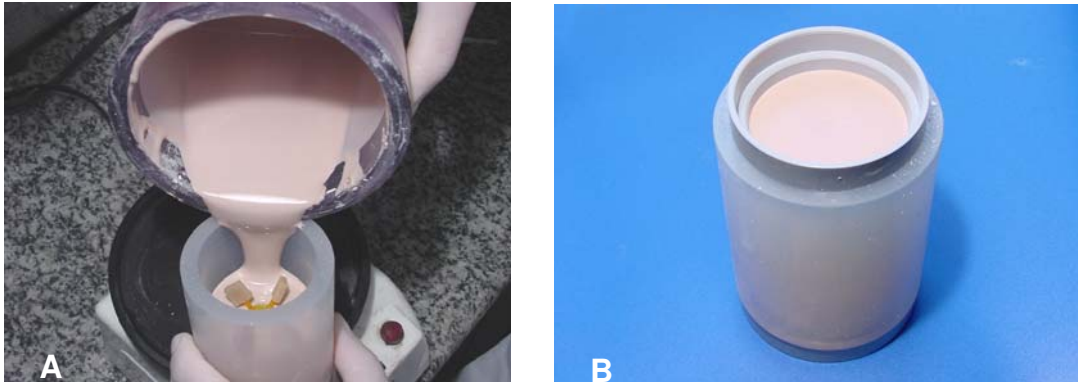


Figura 2 – A: Inclusão do padrão de cera com revestimento. B: Anel completo de revestimento.

Após a presa, o bloco de revestimento (Figura 3A) foi levado ao forno elétrico (7000-5P; EDG Equipamentos e Controles Ltda.) na temperatura de 850°C, e mantido por 90 minutos para eliminação da cera (Figura 3B). Decorrido o período de aquecimento, o bloco foi removido do forno e 2 pastilhas da cerâmica IPS E.max Press (Ivoclar vivadent, cor LT) (Figura 4A), foi posicionada no conduto, juntamente com o êmbolo de óxido de alumínio e levado ao forno EP600 (Ivoclar Vivadent). O conjunto foi mantido por 20 minutos a 915°C, seguido de uma pressão de 5 bar por 15 minutos (Figura 4B). Quando o bloco de revestimento atingiu a temperatura ambiente, os espécimes foram removidos seccionando o bloco de revestimento ao meio com disco de carborundum (KG Sorensen, Cotia, SP, Brasil). Posteriormente, os espécimes foram removidos com jateamento com partículas de óxido de alumínio 100 μm (Oxyker Dry; Flli Manfredi), com pressão inicial de 4 bar e posteriormente 2 bar para remoção do revestimento próximo dos espécimes. A seguir, os espécimes foram limpos por 20 minutos utilizando o ultrassom, seguido de lavagem em água corrente, secagem com jato de ar. O conduto

de alimentação foi removido com disco diamantado (KG Sorensen) e submetido ao acabamento com ponta cilíndrica de diamante.

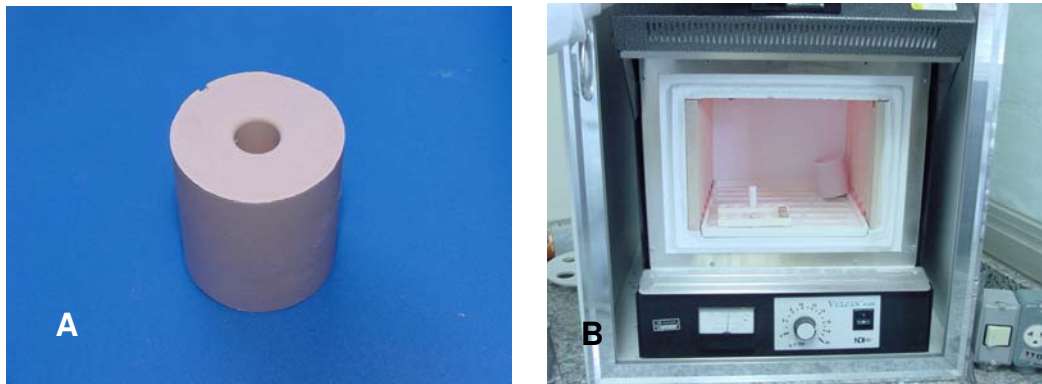


Figura 3 – A: Bloco de revestimento. B: Bloco de revestimento e embolo no interior do forno elétrico.

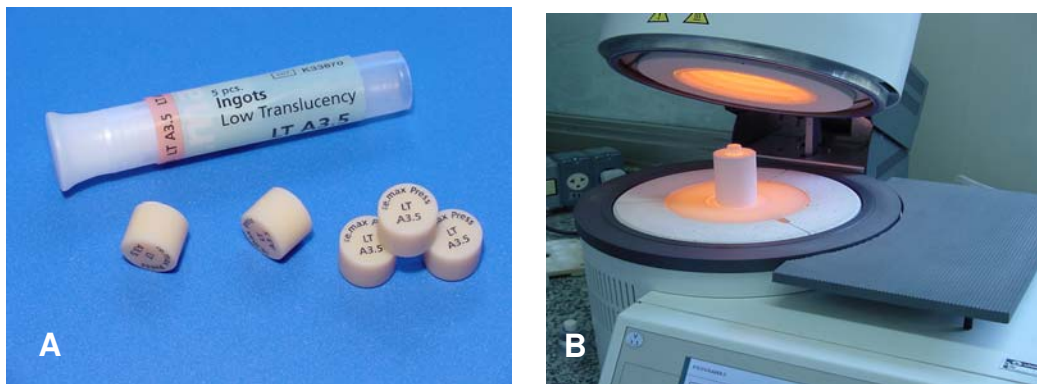


Figura 4 – A: Pastilha da cerâmica IPS E.max Press. B: Injeção da cerâmica utilizando o forno EP 600.

Em seguida, a superfície a ser avaliada foi submetida ao acabamento com lixas de carbeto de silício granulação 180, 320, 400, 600 e 1200 (Norton S.A., São Paulo, SP, Brasil) (Figura 5), sob constante refrigeração a água e limpas em ultrassom por 20 minutos e novamente levados ao forno para o glazeamento, a temperatura final de 769° C, sem vácuo.

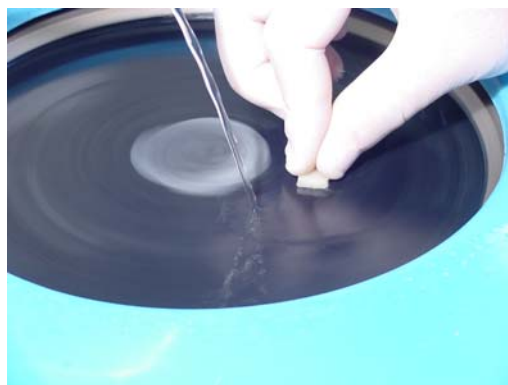


Figura 5 – Polimento das amostras com lixas de carbetto de silício.

Para cimentação dos blocos cerâmicos foram confeccionados 18 blocos de resina composta Tetric N-Ceran (Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein), nas mesmas dimensões dos blocos cerâmicos. Estes blocos foram confeccionados em matrizes de silicone por adição preenchidos em incrementos de 1,5 mm, sendo cada um deles fotoativado por 40 s com o aparelho UltraLume LED 5 (Ultradent, South, Jordan, UT, USA) com irradiância de 1.100 mW/cm^2 . Após a confecção, os blocos foram condicionados com ácido fosfórico 35% (3M ESPE) (Figura 6A), lavados por 20 segundos e secos por 30 segundos. Em seguida, foram aplicadas duas camadas do adesivo Single Bond (3M ESPE, St Paul, MN) (Figura 6B).

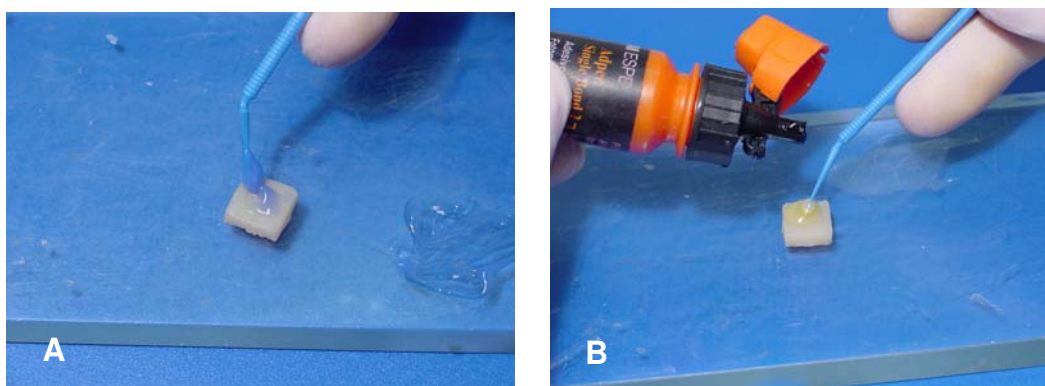


Figura 6 – A: Condicionamento com ácido fosfórico 35%. B: Aplicação do adesivo Single Bond.

Os blocos de cerâmicas foram separados em 6 grupos (n=3) conforme Quadro 2:

Quadro 2 – Divisão dos grupos, conforme o tratamento de superfície e a subdivisão em ensaio de envelhecimento.

Grupos	Tratamento de Superfície	Envelhecimento
Grupo 1	Jateamento com óxido de alumínio 50 µm	Nenhum
Grupo 2		Ciclagem Mecânica
Grupo 3		Ciclagem Térmica
Grupo 4	Ácido Hidrofluorídrico à 10 %	Nenhum
Grupo 5		Ciclagem Mecânica
Grupo 6		Ciclagem Térmica

Tratamentos de superfície da cerâmica

Dezoito blocos de cerâmica foram separados em 6 grupos (n=3), de acordo com tratamento de superfície:

- Jateamento com partículas de óxido de alumínio – sobre uma das superfícies do bloco de cerâmica foi realizado o jateamento, com partículas de óxido alumínio com 50 µm, utilizando jateador Microjato Plus (BioArt) (Figura 7A) com pressão de 2 bar por 10 segundos, à distância de 10 mm (Figura 7B). Os blocos foram lavados em ultra-som por 20 minutos com água destilada.

- Condicionamento com ácido fluorídrico 10% – sobre uma das superfícies dos blocos de cerâmica foi aplicado um gel de ácido hidrofluorídrico a 10% por 20 segundos (Figuras 8A e 8B), lavadas por 1 minuto e limpos em ultra-som por 20 minutos com água destilada.

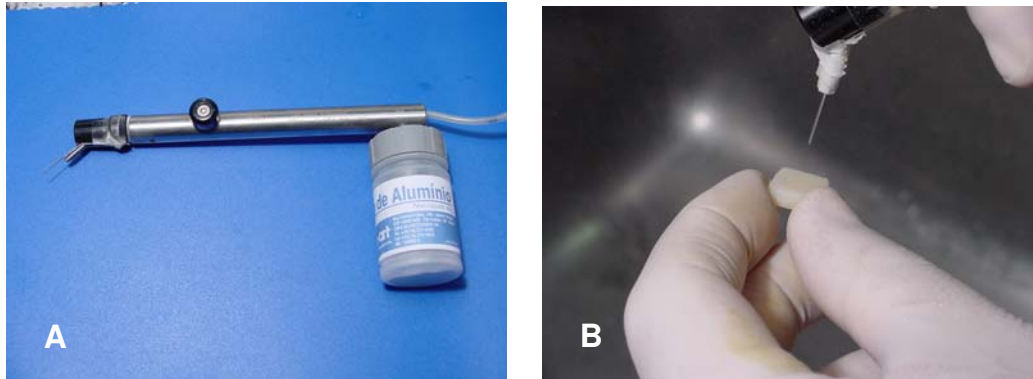


Figura 7 – A: Aparelho para jateamento (BioArt). B: Jateamento com partículas de óxido de alumínio 50 μm .

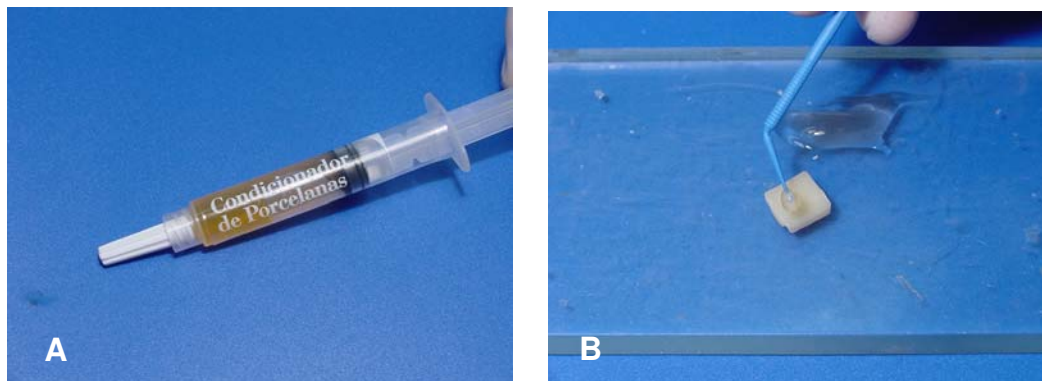


Figura 8 – A: Ácido Hidrofluorídrico 10%. B: Aplicação do ácido hidrofluorídrico por 20 segundos.

Procedimento de cimentação

Após a limpeza e secagem, duas camadas do agente de silanização Ceramic Primer (3M ESPE) foram aplicadas por 20 segundos utilizando *microbrush* e, após 1 minuto a superfície foi seca com jato de ar por 30s (Figura 9 A e B).

Em seguida, um volume padronizado (10 μ L) de cimento resinoso RelyX ARC (RelyX ARC, 3M ESPE) (Figura 10A) foram aplicados sobre o centro da superfície dos blocos cerâmicos (Figura 10B) e colocado o bloco de resina composta, mantendo sob pressão constante de 500gf por 2 minutos (Figura 11A). Após remoção do excesso de agente cimentante utilizando *microbrush*, cada interface do conjunto cerâmica/resina composta foi irradiado por 40 segundos com o aparelho UltraLume LED 5 (UltraLume LED 5, Ultradent, South Jordan, UT, USA), com irradiância de 1100mW/cm², totalizando 160 segundos (Figura 11B).

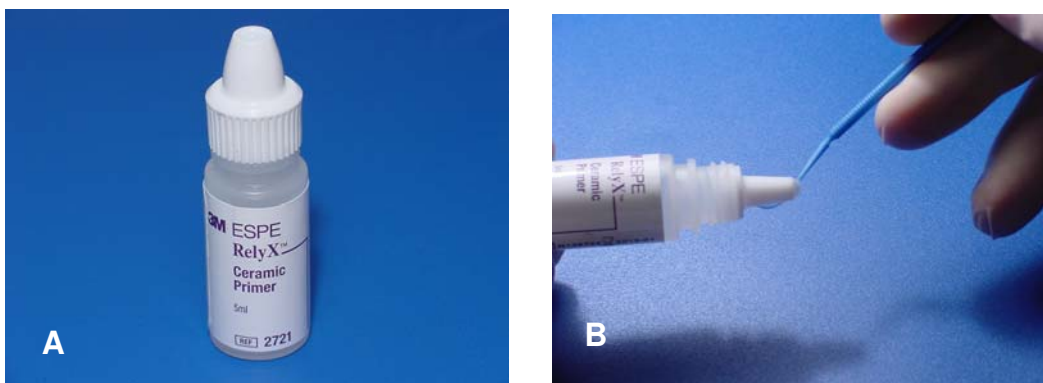


Figura 9 – A: Silano Ceramic Primer. B: Aplicação do silano por 1 min.

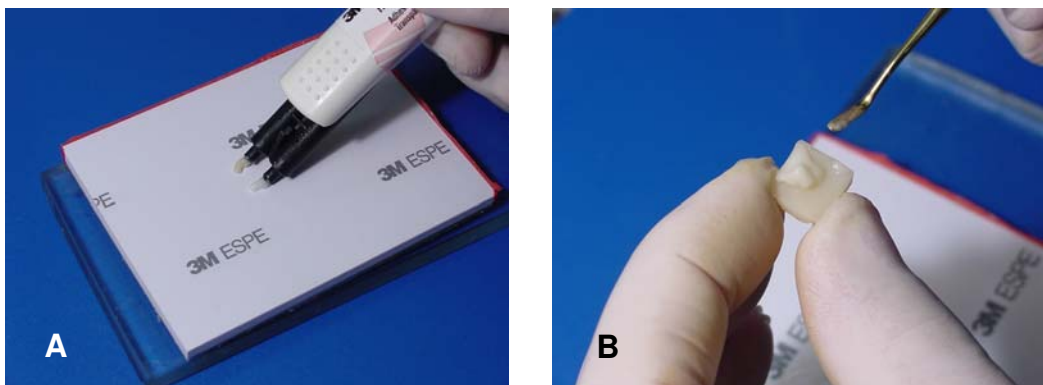


Figura 10 – A - Proporcionamento do cimento. B - Aplicação do cimento na cerâmica.

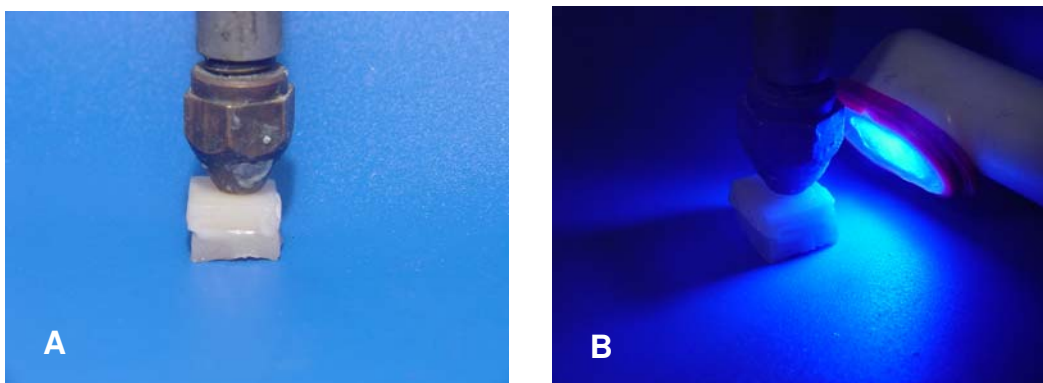


Figura 11 – A - Aplicação de carga estática de 500gf por 2 minutos. B - Fotoativação por 40s em cada face.

Ensaio de envelhecimento

As amostras de cerâmica foram separadas em 6 grupos conforme o tipo de envelhecimento a que foram submetidos

Controle (sem tratamento)

Os blocos cerâmica/resina composta dos grupos (1 e 4) foram armazenados em água destilada a 37° C por 24h.

Ciclagem mecânica

Após armazenagem em água destilada a 37°C por 24 horas, os blocos cerâmica/resina composta dos grupos (2 e 5) foram submetidos à ciclagem mecânica na máquina ER37000 (ERIOS, São Paulo, SP, Brasil) (Figura 12). Uma extremidade esférica de 8 mm de diâmetro, acoplada à máquina de ensaio de fadiga, foi posicionada no centro do bloco cerâmico e os blocos foram submetidos a 100.000 ciclos em máquina de ciclagem mecânica com carga de 80 N, com uma força sinusoidal com 2 HZ de carga.



Figura 12 – Máquina de ciclagem mecânica.

2.4.3 – Ciclagem térmica

Após armazenagem em água destilada a 37°C por 24 horas, os blocos cerâmica/resina composta dos grupos (3 e 6) foram submetidos a 3.000 ciclos térmicos na máquina MSCT 3 (Marnucci ME, São Carlos, SP, Brasil) (Figura 13) com temperatura entre 5°C e 55°C, com banho de 30s em cada temperatura.



Figura 13 – Máquina de ciclagem térmica.

Preparação dos espécimes e ensaio de microtração

Após, o ensaio de envelhecimento, os espécimes foram seccionados em cortadeira metalografica Isomet 1000 (Buehler, Lake Bluff, Illinois, USA) (Figura 14A) utilizando um disco dupla-face (Dia. Wafer Blade, Extec Corp., Enfield, CT, USA) sob refrigeração de água. Inicialmente, os blocos foram fixados em uma base de acrílico com cera pegajosa. Os blocos foram seccionados nos planos X e Y com ângulo de 90° entre os cortes de modo a obter espécimes em forma de palito, com aproximadamente 1mm² de área da interface adesiva (Figura 14 B).

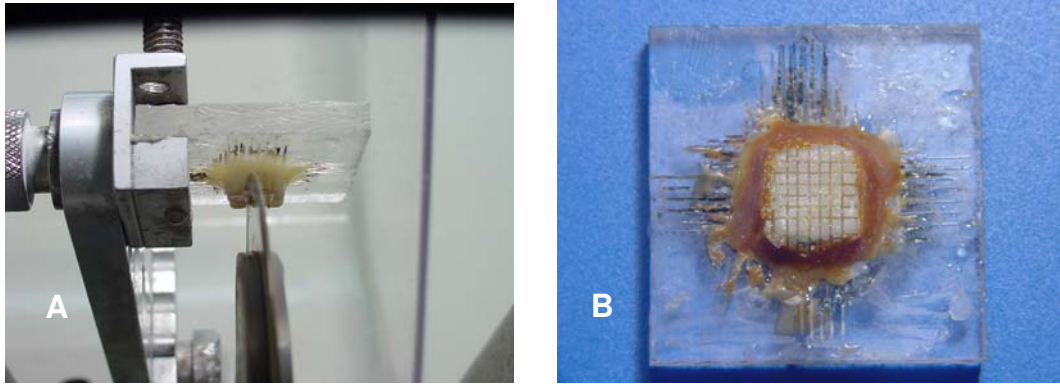


Figura 14 – A: Amostra fixada na placa de acrílico e submetida ao corte na cortadeira Isomet. B:- Especimens após o corte com palitos obtidos de 1mm^2 .

Em seguida, os palitos foram fixados com adesivo de cianoacrilato em gel (Super Bonder Gel, Loctite Ltda, São Paulo, Brasil), em dispositivo para microtração, mantendo a interface adesiva livre. Este dispositivo foi fixado na máquina de ensaio EZ Test (EZS, Shimadzu, Tóquio, Japão), com velocidade constante de $0,5\text{ mm/min}$, até ocorrer fratura (Figuras 15A e 15B). A média dos palitos resultará no valor de resistência de união de cada amostra. Um total de 25 palitos foi obtido por grupo. A resistência de união de cada grupo foi calculada em (MPa), e submetida a Análise de Variância e ao teste de Tukey (5%) e estatística.

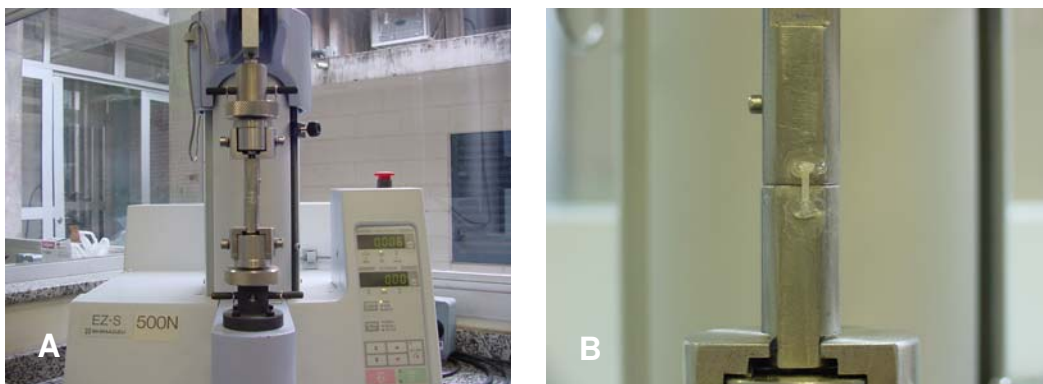


Figura 15 – A – Máquina de ensaio de microtração Easy test B – Corpo-de-prova fixado no dispositivo para realização do ensaio.

Análise de fratura

A superfície de fratura das amostras foram observadas num estereomicroscópio (Olympus, Tokio, Japan) com 40X de aumento. O padrão de fratura foi classificado em: adesiva (Modo 1), coesiva na cerâmica (Modo 2), coesiva no compósito (Modo 3) e mista, envolvendo cimento resinoso, cerâmica e resina composta (Modo 4).

Em seguida, uma amostra representativa de cada tratamento de superfície foi coberta com liga de ouro para análise da superfície em MEV operando a 15 kV (JSM 5600LV – Jeol Inc., Peabody, MA, EUA).