

GRECIANA BRUZI BRASIL PINTO

Avaliação de diferentes métodos de aplicação do silano  
na resistência de união adesiva a cerâmicas vítreas

Florianópolis  
2014



GRECIANA BRUZI BRASIL PINTO

**Avaliação de diferentes métodos de aplicação do silano  
na resistência de união adesiva a cerâmicas vítreas**

Tese apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Odontologia da Universidade Federal de Santa Catarina, como requisito para a obtenção do título de Doutor em Odontologia - Área de concentração: Dentística.

Orientador: Dr. Hamilton Pires Maia

Co-orientadores: Dr. Guilherme Carpena Lopes  
Dr. Pascal Magne

Florianópolis  
2014



GRECIANA BRUZI BRASIL PINTO

**Avaliação de diferentes métodos de aplicação do silano  
na resistência de união adesiva a cerâmicas vítreas**

Esta tese foi julgada adequada para a obtenção do título de Doutor em Odontologia, área de concentração Dentística, e aprovada em sua forma final pelo Programa de Pós-Graduação em Odontologia da Universidade Federal de Santa Catarina.

Florianópolis, 24 de Fevereiro de 2014

---

Dra. Izabel Cristina Santos Almeida  
Coordenadora do Programa de Pós-Graduação em Odontologia  
da Universidade Federal de Santa Catarina

**BANCA EXAMINADORA**

---

Dr. Guilherme Carpena Lopes  
Co-orientador – UFSC

---

Dr. Luiz C. C. Vieira

---

Dr. Luiz Narciso Baratieri

---

Dr. Marcelo Giannini

---

Dr. José Vanderlei de Almeida

---

Dra. Renata Gondo Machado



Aos meus pais, José Eduardo e Hilda, e ao meu irmão Luciano...

Reconheço todo o esforço e sacrifício de cada um de vocês para que esta etapa pudesse ser completada da melhor maneira possível.

Obrigada pela confiança, segurança e por acreditarem mim... o único AMOR verdadeiro!

## AGRADECIMENTOS

São inúmeras as pessoas que gostaria de aqui agradecer...

Ao [Prof. Dr. Hamilton Pires Maia](#), meu mentor, muito obrigada por ter sido um apoio durante esta etapa da minha vida, me incentivando e encorajando a ir atrás de tudo que pensou ser melhor para mim e para minha formação. Foi fundamental a confiança que o senhor depositou em mim durante os meus momentos de difíceis decisões. Muito Obrigada!

Ao [Prof. Dr. Luiz Narciso Baratieri](#), muito obrigada pelas inúmeras oportunidades, as quais foram fundamentais para que eu pudesse crescer pessoalmente e profissionalmente. O senhor é um exemplo de que com simplicidade e dedicação tudo é possível.

Ao [Prof. Dr. Guilherme Carpena Lopes](#), muito obrigada pela dedicação como coorientador desta tese.

À [Prof<sup>a</sup>. Dr<sup>a</sup>. Renata Gondo Machado](#), minha querida orientadora do mestrado, não tenho palavras para agradecer o quanto fez por mim. Obrigada por acreditar em mim e por me incentivar em todos os meus projetos e decisões.

A todos os [professores da Dentística](#), [Luiz Clovis Cardoso Vieira](#), [Sylvio Monteiro Junior](#), [Mauro Amaral Caldeira de Andrada](#), [Élito Araújo](#), [Gilberto Muller Arcari](#), [Guilherme Carpena Lopes](#), [Renata Gondo Machado](#), [Jussara Karina Bernardon](#), [Beatriz Barros](#), que sempre se dispuseram a colaborar com o melhoramento do ensino de cada aluno da Pós-graduação.



Tenho enorme admiração à tamanha dedicação de cada um de vocês, sendo cada um fundamental para formar esta equipe exclusiva.

Aos meus colegas e amigos de doutorado, [Adriano, Cássio, Daniel, David, Eduardo e Luana](#), vocês foram a minha grande família em Florianópolis. Com vocês passei momentos divertidos e angustiantes. Senti a falta de cada um durante o ano que passei fora, e com certeza sentirei muitas saudades com o término desta etapa, mas tenho certeza que grandes amizades foram formadas e “qualquer dia, amigo, a gente vai se encontrar”.

Aos [meus familiares](#), que sempre torceram e rezaram por mim, desejando tudo de melhor para minha vida pessoal e profissional.

Aos [meus avós](#), *in memoriam*, vocês passaram para mim a importância da honestidade, sou muito grata por ter tido a oportunidade de conhecer vocês e ter tido vocês na minha vida.

Aos [meus amigos e amigas](#), que compreenderam a minha distância, que ouviram as minhas reclamações, que apoiaram as minhas decisões, obrigada por existirem! Vocês são fundamentais na minha vida.

As minhas ‘orientandas’, [Débora e Larissa](#), que agora são colegas de trabalho e colegas de pós-graduação, agradeço por me permitirem aprender com vocês durante os nossos momentos de pesquisa. De tudo tiramos principalmente a amizade e a certeza de que juntas podemos ir mais longe.

À dona [Léa](#), agradeço pela educação, carinho e dedicação com que a senhora sempre me tratou durante todos esses anos. Exemplo de competência e dedicação.

À [Ana](#), muito obrigada por disponibilizar do seu tempo de trabalho, sempre com boa vontade, para me ajudar.

À [CAPES](#) e a [todos os contribuintes](#), pelo auxílio financeiro e incentivo à pesquisa dentro e fora do Brasil. Foi fundamental para que eu pudesse desfrutar da experiência indescritível que foi realizar um ano de doutoramento no exterior.

As minhas amigas do 'sanduíche' [Adriana](#) e [Ana](#), obrigada por me acolherem. Por compartilhar comigo momentos de muito trabalho, mas também de descobertas e diversão. Vocês foram fundamentais para que esta etapa pudesse ser vivida com mais leveza.

Aos [colegas de mestrado e doutorado](#), obrigada pelo tranquilo convívio durante esses anos.

À [Silvania](#), colega de doutorado, que me ajudou durante a minha ida para Los Angeles, com dicas e conselhos importantes.

À [Eloisa](#) e [Prof. Eduardo](#) (Universidade Federal de Lavras - UFLA) que com toda educação e carinho disponibilizaram seu tempo para que eu pudesse realizar parte do meu trabalho.

Ao [Adriano](#) do LCME, por me ajudar durante o período em que precisei utilizar o MEV.

To [Dr. Magne](#), I don't have words to describe the year that I passed in LA. It was an important year for my personal and professional life. I am blessed to have you as a mentor.

## LISTA DE FIGURAS

### Artigo I

**Figura 1** Seccionamento do bloco cerâmico (a), mensuração da espessura da fatia cerâmica com paquímetro digital (b), sinterização das fatias cerâmicas (c).

.....32

**Figura 2** Inclusão das fatias cerâmicas (a), polimento da superfície cerâmica (b), polimento da superfície cerâmica de adesão com lixa SiC #600 (c).

.....33

**Figura 3** Fatia cerâmica após banho em ultrassom (a); condicionamento com ácido fluorídrico a 5 % por 20 s (b).

..... 33

**Figura 4** Métodos de limpeza pós-condicionamento com ácido fluorídrico: Após jato de água/ar por 60 s, foi realizado a limpeza com ácido fosfórico por 30s (a); jato de água/ar por 60s (b); após jato de água/ar por 60 s a limpeza foi realizada com vapor de água por 10 s (c); jato de água/ar (60s) e banho em ultrassom por 2min (d).

.....34

**Figura 5** Molde de teflon (Ultradent Jig) com a cerâmica posicionada para confecção dos cilindros de resina composta.

.....35

**Figura 6** Vista lateral do molde dispositivo Ultradent Jig, com a cerâmica em posição (a); aplicação do sistema adesivo na área de adesão (b); remoção dos excessos de adesivo nas paredes laterais do orifício do molde de teflon (c); inserção de incrementos de resina composta (d).

.....36

**Figura 7** Espécime posicionado para teste de cisalhamento, no equipamento (Shear Bond Tester; Bisco Inc., Schaumburg, IL, EUA).

.....36

**Figura 8** Vista superior do posicionamento do dispositivo para o teste de cisalhamento (a); macrofotografia da superfície da cerâmica logo após o teste de cisalhamento (b); MEV da superfície cerâmica após o teste de cisalhamento, exemplo de fratura adesiva (aumento 50x) (c).

.....39

**Figura 9** Limpeza pós-condicionamento ácido com ácido fosfórico (30 s) (MEV com aumento de 3000 x) (a); limpeza pós-condicionamento ácido com jato de ar/água por 60 s (MEV com aumento de 3000 x) (b); limpeza pós-condicionamento ácido com vapor de água (MEV com aumento de 3000 x) (c); limpeza pós-condicionamento ácido com ultrassom (2 min) (MEV com aumento de 3000 x) (d).

.....40

**Figura 10** Média da resistência de união SBS dos grupos experimentais.

.....41

## Artigo II

**Figura 1** Blocos de CAD/CAM (IPS e.max CAD e Vitablocs Mark II) (a); seccionamento dos blocos de CAD/CAM com disco diamantado (b); mensuração da espessura das fatias (c); fatia cerâmica de EMAX posicionada em suporte previamente a sinterização (d); fatia de EMAX sendo levada ao forno para sinterização (e); fatia de EMAX após sinterização (f)

.....55

**Figura 2** Inclusão das fatias cerâmicas em resina acrílica (a), polimento da superfície cerâmica de adesão com lixa de SiC # 400 (b), polimento da superfície cerâmica de adesão com lixa SiC # 600 (c).

.....56

**Figura 3** Média dos valores de resistência de união SBS dos grupos experimentais.

.....62

**Figura 4** MEV de um espécime do grupo C (3000 x).

.....64

**Figura 5** MEV de um espécime do grupo C/S (a) (3000 x) e um espécime do grupo C/S+, com pontos escuros que demonstraram picos de Si (b) (aumento de 100 x e detalhe em 3000 x).

.....64

**Figura 6** MEV de um espécime do grupo S (a) (aumento de 500 x) e um espécime do grupo S+, com pontos escuros que demonstraram apresentar maior quantidade de Si (b) (aumento de 100 x detalhe 3000 x).

.....64

**Figura 7** MEV de um espécime do grupo S (a) (aumento de 500 x) e um espécime do grupo S+, com pontos escuros que demonstraram picos de Si (b) (aumento de 100 x e detalhe em 3000 x).

.....65

**Figura 8** MEV de um espécime do grupo C (a) após termociclagem (aumento de 3000 x); espécime do grupo C/S (b) após termociclagem (aumento de 3000 x); espécime do grupo C/S+ (c) após termociclagem (aumento de 3000 x).

.....69

### Artigo III

**Figura 1** MEV dos grupos experimentais (a-C/S; b- C/S2; c- C/S3; d- C/S+) aumento de 3,000x. Para e-C/S+s, aumento de 100x e figura em destaque 3000x.

.....84

## Artigo IV

**Figura 1** MEV de uma seção transversal da área de cimentação do grupo C/S. Interface de resina composta - RC (Z100, 3M ESPE), no topo, e cerâmica - CE, na base, com a aplicação de uma camada adesiva (aumento de 200x) (a) e sem a aplicação da resina hidrofóbica (b).

.....95

**Figura 2** MEV de uma seção transversal da área de cimentação do grupo C/S. Interface de resina *flow* – FW (Filtek Supreme Ultra, 3M ESPE), no topo, e cerâmica - CE, na base, com a aplicação de uma camada adesiva (aumento de 200x) (a) e sem a aplicação da resina hidrofóbica (b).

.....95

## LISTA DE TABELAS

### Artigo I

<b>Tabela 1</b> ANOVA 2 Fatores para grupos experimentais. .....	38
---	----

### Artigo II

<b>Tabela 1</b> Tratamentos realizados dentro de cada grupos experimental. .....	57
<b>Tabela 2</b> Substratos e grupos submetidos a temociclagem. .....	58
<b>Tabela 3</b> ANOVA 2 Fatores para os grupos experimentais. .....	59
<b>Tabela 4</b> Variáveis dependentes do teste de cisalhamento. .....	61
<b>Tabela 5</b> Média e desvio-padrão dos dados de resistência de união ao cisalhamento (MPa) dos grupos experimentais. .....	62
<b>Tabela 6</b> Incidência do tipo de falha em porcentagem (%) após teste de cisalhamento. .....	63

### Artigo III

<b>Tabela 1</b> ANOVA 1 Fator para os grupos experimentais. .....	83
--	----



## **Tabela 2**

Média e desvio-padrão dos dados de resistência de união ao cisalhamento (MPa) dos grupos experimentais.

.....83

## Artigo IV

**Tabela 1** ANOVA 2 Fatores para os grupos experimentais.

.....94

**Tabela 2** Diferentes letras minúsculas na mesma coluna apresentam diferença estatística. Diferentes letras maiúsculas na mesma linha apresentam diferença estatística.

.....94

## LISTA DE ABREVIATURAS E SÍMBOLOS

AF	Ácido Fluorídrico
SiC	Carbeto de Silício
cm	Centímetro
CAD/CAM	Construção com auxílio do computador/ Produção auxiliada por computador
DP	Desvio Padrão
EUA	Estados Unidos da América
EDX	Energy Dispersive X-ray detector
Fig	Figura
Graf	Gráfico
°C	Graus <i>Celsius</i>
°	Grau
g	Gramma
h	Hora
kgf	Kilograma Força
MEV	Microscopia Eletrônica de Varredura
MTBS	Resistência de União a Tração

.....	.....
µm	Micrometro
.....	.....
mm	Milímetro
.....	.....
min	Minuto
.....	.....
MPa	Megapascal
.....	.....
mW/cm <sup>2</sup>	miliWatts/centímetro quadrado
.....	.....
O	Oxigênio
.....	.....
%	Por cento
.....	.....
SBS	Resistência de União por Cisalhamento
.....	.....
s	Segundo
.....	.....
Si	Silício
.....	.....
Tab	Tabela
.....	.....

## SUMÁRIO

<b>1 INTRODUÇÃO</b> .....	21
<b>2 REFERÊNCIAS DA INTRODUÇÃO</b> .....	25
<b>3 ARTIGOS</b> .....	28
<b>Artigo I</b> .....	28
<b>Artigo II</b> .....	49
<b>Artigo III</b> .....	78
<b>Artigo IV</b> .....	88
<b>4 CONCLUSÕES GERAIS</b> .....	100
<b>ANEXO I Dados gerais do teste SBS</b> .....	101
<b>APÊNDICE I Materiais utilizados nas pesquisas e respectivas composições</b> .....	108
<b>ANEXO II Artigos em inglês</b> .....	110

# 1 INTRODUÇÃO

A prática de procedimentos adesivos à estrutura dentária permite a realização de uma técnica restauradora extremamente conservadora que não se baseia nos princípios de retenção mecânica. Essa abordagem biomimética pode ser aplicada em procedimentos diretos, semidiretos e indiretos. Em casos nos quais as restaurações são realizadas com cerâmica vítrea, uma adesão efetiva pode ser obtida a partir de dois mecanismos principais. Um desses mecanismos consiste no condicionamento da cerâmica com ácido fluorídrico (AF), que devido a sua natureza corrosiva, é capaz de dissolver a matriz vítrea formando microrretenções na superfície da cerâmica. O outro princípio se baseia na adesão química promovida pelo silano, uma molécula com estrutura bifuncional capaz de unir dois substratos de composições distintas (orgânico e inorgânico).<sup>1-3</sup>

Apesar da comprovada eficiência do passo de condicionamento ácido de cerâmicas vítreas, existem algumas desvantagens que motivam a eliminação desse procedimento. Dentre elas, a alta toxicidade do ácido, que quando em contato com o tecido mole pode causar queimaduras e ainda, penetrar no tecido e agir no cálcio da estrutura óssea.<sup>4,5</sup> Outro motivo de preocupação quanto ao uso do AF está relacionado à formação de precipitados na superfície cerâmica pós-condicionamento ácido.<sup>6-9</sup> Nesse caso, subprodutos residuais são formados e se precipitam sobre a superfície cerâmica, causando a obstrução das microrretenções criadas a partir do condicionamento.<sup>6-8</sup> Com o objetivo de eliminar esses precipitados algumas técnicas de limpeza pós-condicionamento ácido foram propostas, tais como banho em ultrassom utilizando água destilada, álcool 95 % ou acetona.<sup>7,9-11</sup> Ademais, alguns autores<sup>10,11</sup> associaram a aplicação do ácido fosfórico a 37,5 % ao banho em ultrassom em água destilada (5 min) para remoção dos sais residuais.<sup>10,11</sup> A

limpeza pós-condicionamento se torna extremamente necessária uma vez que a não realização desse procedimento pode causar uma redução de até 50 % da resistência de união à cerâmica.<sup>10</sup>

Mesmo que o condicionamento ácido apresente tais desvantagens, esse procedimento só pode deixar de ser realizado em casos onde a aplicação do silano sozinho for capaz de alcançar adesão resistente e estável. Uma das preocupações relacionadas a aplicação exclusiva do silano é a degradação hidrolítica que pode afetar a estabilidade da união química entre a cerâmica e o compósito.<sup>12</sup>

Além disso, alguns fatores também estão envolvidos na aplicação do silano e são importantes para estabelecer uma adesão confiável, bem como o tipo de silano e a quantidade de grupos siloxanos formados na superfície da cerâmica após sua aplicação. Para ser capaz de saturar a superfície cerâmica com siloxano e criar uma rede tridimensional, hipoteticamente seria necessária uma aplicação do silano com um tempo superior a 20s. Contudo, existe uma lacuna do conhecimento quanto ao efeito da reaplicação do silano em cerâmica de dissilicato de lítio na resistência de união.

Tem sido demonstrado que a eficiência do silano pode ser aumentada pela aplicação de um jato de ar quente (50 °C a 100 °C), que é capaz de eliminar a água, solventes e subprodutos provenientes do silano e promover uma união covalente.<sup>13-17</sup> Além disso, outro procedimento tem sido proposto por Hooshmand et al. (2002),<sup>18</sup> objetivando isolar a camada mais interna de silano, formando uma monocamada na superfície da cerâmica. Quando o silano é aplicado ao substrato, múltiplas camadas são formadas: a camada mais externa apresenta oligômeros frouxos que consistem em fraca união siloxana, essa camada pode ser removida com solvente orgânico ou água; a camada intermediária também apresenta oligômeros frouxos, além de algumas ligações covalentes, essa camada pode ser

excluída por meio de banho com água fervente; e a camada mais interna, em contato com a cerâmica é a região de maior reatividade química, chamada de monocamada, que apresenta maior estabilidade, uniformidade e contribui para maior resistência de união.<sup>18</sup>

A aplicação potencializada do silano consiste em alcançar a camada mais interna pela eliminação das duas camadas mais externas, por meio de banhos com água quente e jato de ar quente.<sup>18</sup>

Após todo o preparo da cerâmica, a etapa seguinte consiste no processo de cimentação. Geralmente, o agente cimentante é aplicado diretamente na cerâmica condicionada e silanizada.<sup>19</sup> Alguns clínicos evitam a aplicação de uma camada adesiva previamente a cimentação, preocupados com a espessura dessa camada e sua possível interferência na adaptação da peça protética. Contudo, é questionável a capacidade do agente cimentante em penetrar nas irregularidades criadas pelo condicionamento ácido. O objetivo da aplicação prévia de uma resina hidrofóbica fluida é criar um embricamento mecânico entre resina hidrofóbica e cerâmica condicionada para aumentar a resistência de união. Outro fator importante é a escolha do agente cimentante, não somente para a resistência de união, mas também para a resistência ao processo de degradação.<sup>20</sup> A resina composta usada como agente de cimentação pode apresentar algumas vantagens sobre o cimento resinoso, tal como resistência a degradação, estabilidade de cor, além de atuar como um material de reparo em casos onde as margens apresentam pequenas fraturas.<sup>21</sup> Contudo, a viscosidade da resina composta é mais alta comparada a de um cimento resinoso, devido à alta porcentagem de carga e, portanto, pode ser incapaz de penetrar nas porosidades da cerâmica condicionada.

Compreendendo que cada material se comporta de maneira diferente diante de tratamentos distintos, fica a necessidade de se pesquisar individualmente cada um deles para obter o protocolo de tratamento ideal. Sabendo que cerâmicas de dissilicato de lítio são materiais recentemente lançados no mercado de sucesso existe uma necessidade especial em estudá-lo mais a fundo.

Diante desses inúmeros questionamentos clínicos levantados durante a realização desta pesquisa objetiva com este trabalho foi avaliar métodos e tratamentos de silano em cerâmica vítrea para sistema CAD/CAM na resistência de união adesiva, bem como avaliar métodos de limpeza pós-condicionamento ácido e métodos de cimentação adesiva.



## Referências da Introdução

- 1 Jardel V, Degrange M, Picard B, Derrien G. Surface energy of etched ceramic. *Int J Prosthodont*. 1999 Sep-Oct;12(5):415-8.
- 2 Nagayassu MP, Shintome LK, Uemura ES, Araújo JE. Effect of surface treatment on the shear bond strength of a resin-based cement to porcelain. *Braz Dent J*. 2006;17(4):290-5.
- 3 Ho GW, Matinlinna JP. Evaluation of the microtensile bond strength between resin composite and hydrofluoric acid etched ceramic in different storage media. *J Adhes Sci Technol* 2011;25:2671–85.
- 4 Meldrum M. Toxicology of hydrogen fluoride in relation to major accident hazards. *Regul Toxicol Pharmacol*. 1999 Oct;30(2 Pt 1):110-6.
- 5 Ozcan M, Allahbeickaraghi A, Dündar M. Possible hazardous effects of hydrofluoric acid and recommendations for treatment approach: a review. *Clin Oral Investig*. 2012 Feb;16(1):15-23.
- 6 Bailey LF, Bennett RJ. DICOR surface treatments for enhanced bonding. *J Dent Res*. 1988 Jun;67(6):925-31.
- 7 Peumans M, Van Meerbeek B, Yoshida Y, Lambrechts P, Vanherle G. Porcelain veneers bonded to tooth structure: an ultra-morphological FE-SEM examination of the adhesive interface. *Dent Mater*. 1999 Mar;15(2):105-19.
- 8 Phoenix RD, Shen C. Characterization of treated porcelain surfaces via dynamic contact angle analysis. *Int J Prosthodont*. 1995 Mar-Apr;8(2):187-94.
- 9 Jones GE, Boksman L, McConnell RJ. Effect of etching technique on the clinical performance of porcelain veneers. *Quintessence Dent Technol*. 1986 Nov-Dec;10(10):635-7..
- 10 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.

11 Belli R, Guimarães JC, Filho AM, Vieira LC. Post-etching cleaning and resin/ceramic bonding: microtensile bond strength and EDX analysis. *J Adhes Dent.* 2010 Aug;12 (4):295-303.

12 [www.gelest.com](http://www.gelest.com) Novembro, 2011 às 14:00h.

13 Shen C, Oh WS, Williams JR. Effect of post-silanization drying on the bond strength of composite to ceramic. *J Prosthet Dent.* 2004 May;91(5):453-8.

14 Monticelli F, Toledano M, Osorio R, Ferrari M. Effect of temperature on the silane coupling agents when bonding core resin to quartz fiber posts. *Dent Mater.* 2006 Nov;22(11):1024-8.

15 Papacchini F, Monticelli F, Hasa I, Radovic I, Fabianelli A, Polimeni A, Ferrari M. Effect of air-drying temperature on the effectiveness of silane primers and coupling blends in the repair of a microhybrid resin composite. *J Adhes Dent.* 2007 Aug;9(4):391-7.

16 Fabianelli A, Pollington S, Papacchini F, Goracci C, Cantoro A, Ferrari M, van Noort R. The effect of different surface treatments on bond strength between leucite reinforced feldspathic ceramic and composite resin. *J Dent.* 2010 Jan;38(1):39-43.

17 Queiroz JR, Benetti P, Ozcan M, de Oliveira LF, Della Bona A, Takahashi FE, Bottino MA. Surface characterization of feldspathic ceramic using ATR FT-IR and ellipsometry after various silanization protocols. *Dent Mater.* 2012 Feb;28(2):189-96.

18 Hooshmand T, van Noort R, Keshvad A. Bond durability of the resin-bonded and silane treated ceramic surface. *Dent Mater.* 2002 Mar;18(2):179-88.

19 Naves LZ, Soares CJ, Moraes RR, Gonçalves LS, Sinhoreti MA, Correr-Sobrinho L. Surface/interface morphology and bond strength to glass ceramic etched for different periods. *Oper Dent.* 2010 Jul-Aug;35(4):420-7.

20 Osorio R, Castillo-de Oyagüe R, Monticelli F, Osorio E, Toledano M. Resistance to bond degradation between dual-cure

resin cements and pre-treated sintered CAD-CAM dental ceramics. *Med Oral Patol Oral Cir Bucal*. 2012 Jul 1;17(4):e669-77.

21 Lohbauer U, Zinelis S, Rahiotis C, Petschelt A, Eliades G. The effect of resin composite pre-heating on monomer conversion and polymerization shrinkage. *Dent Mater*. 2009 Apr;25(4):514-9.

Artigo I

# **Influência do método de limpeza pós- condicionamento e tratamento do silano na resistência de união por cisalhamento de cerâmicas de dissilicato de lítio**

## **Resumo**

Objetivo: Avaliar a resistência de união por cisalhamento (SBS) de resina composta à cerâmica à base de dissilicato de lítio após diferentes limpezas pós-condicionamento e tratamentos de silano. Materiais e Métodos: Vinte e quatro fatias de 2mm de espessura de cerâmica de dissilicato de lítio foram cristalizadas, incluídas em resina acrílica, polidas com lixas de SiC e limpas em banho de ultrassom. Cada espécime foi condicionado com ácido fluorídrico por 20 s, lavado com jato de ar/água e seguido de limpeza pós-condicionamento e silanização. Os quatro métodos de limpeza foram: AFo- ácido fosfórico a 37 % por 30 s; AA – jato de ar/água por 60 s; VA- limpeza com vapor de água por 10 s e BU- banho de ultrassom por 2 min. As superfícies limpas receberam: C – nenhum tratamento com silano; C/S – aplicação do silano por 20 s, jato de ar por 20 s e jato de ar quente (60 °C) por 20 s; C/S+ – aplicação do silano por 60 s, jato de ar por 20 s, jato de ar quente por 20 s, banho em água fervente por 15 s seguido de mais 20 s de jato de ar quente. Cilindros de resina composta (n=12) (Z100, 3M ESPE) foram confeccionados após a aplicação de uma resina hidrofóbica (Optibond FL, frasco #2, Kerr). O teste de SBS foi realizado com uma carga de 43,8 kgf/min após um período de armazenamento dos espécimes em água destilada por 24 h. Resultados: De acordo com o teste ANOVA 2 Fatores e teste *post hoc* de Bonferroni ( $p < 0.05$ ), o SBS foi significativamente influenciado pelo método de limpeza pós-condicionamento ácido, sendo BU o grupo a apresentar os maiores valores de resistência de união

(21 MPa, quando combinado a aplicação do silano). Os outros métodos de limpeza pós-condicionamento (AA; AFo e ST) mostraram valores inferiores de SBS (12-17 MPa, independente da técnica de aplicação do silano). O método de aplicação do silano não apresentou diferença significativa. Conclusão: O condicionamento de cerâmica de dissilicato de lítio seguido de limpeza em banho de ultrassom e aplicação regular do silano é recomendado.

**Palavras-chave:** Ácido fluorídrico; Cerâmica; Resistência ao Cisalhamento; Silanos.

## Introdução

A adesão a cerâmica à base de sílica requer união micromecânica (ácido fluorídrico, AF) e química (silano).<sup>1-4</sup> O condicionamento ácido promove a dissolução da fase vítrea e parcialmente da fase cristalina da cerâmica,<sup>5</sup> formando tetrafluorsilano que em seguida reage com o AF para formar o ácido hidrofluorsilícico que dissolve a matriz vítrea. Como consequência das microrretenções formadas, a área de superfície aumenta bem como a energia livre de superfície.<sup>6</sup> Para a adesão química, moléculas de metacriloxpropiltrimetoxisilano, também conhecidas como silano organofuncional, trabalham como uma ponte com dois diferentes grupos funcionais reativos. A molécula do silano hidrolisado pode se unir quimicamente ao dióxido de silício na superfície da cerâmica (-Si-O-Si- união siloxana) e promover uma adesão covalente com grupos metacrilato da resina.<sup>3,4</sup> Além disso, o silano permite uma melhora na molhabilidade da resina hidrofóbica na cerâmica condicionada. A estabilidade e efetividade dessa adesão podem ser aumentadas pelo tratamento de aquecimento<sup>3,7-10</sup> ou

aplicação potencializada do silano.<sup>11,12</sup> Uma aplicação potencializada implica em eliminação da água, álcool e outros solventes, além da completa reação de condensação do silano, para formar a união siloxana (tratamento por aquecimento do silano) e eliminação do excesso de oligômeros para obter uma camada única de silano (banho em água fervente).<sup>3,11-13</sup>

O condicionamento com AF é conhecido por deixar resíduos de sal de sílica e flúor que se precipitam<sup>14-16</sup> e podem ser identificadas como manchas brancas na superfície da cerâmica condicionada. A permanência desses detritos na superfície cerâmica pode influenciar negativamente na resistência de união adesiva.<sup>17,18</sup> Alguns métodos de limpeza para remover esses resíduos têm sido descritos, tal como um simples jato de ar/água, limpeza com banho de ultrassom em água destilada, em álcool 95 % ou em acetona.<sup>15,17-19</sup> Alguns autores indicam a associação entre esfregar a superfície cerâmica condicionada com ácido fosfórico a 37,5 % e o banho em ultrassom com água destilada (5 min) para remover os detritos cristalinos da superfície condicionada.<sup>17</sup> É de senso comum que a resistência de união entre resina e cerâmica seja controlada principalmente pela microestrutura e o tratamento da superfície da cerâmica.<sup>5,18,20</sup> Cada novo material deve, portanto, ser individualmente estudado para que um protocolo ideal de adesão seja definido. Cerâmicas de dissilicato de lítio estão entre esses novos materiais que estão no mercado com grande índice de sucesso e merecem atenção especial em relação à técnica de adesão ideal.

O objetivo deste estudo foi avaliar a influência de diferentes limpezas pós-condicionamento e técnicas de aplicação do silano na resistência de união por cisalhamento (SBS) as cerâmicas vítreas (IPS e.max CAD). A primeira hipótese nula testada foi de que não há diferença entre as técnicas de limpeza pós-condicionamento investigadas. A segunda hipótese nula

testada foi de que o tratamento do silano não tem influencia na resistência de união entre resina composta e cerâmica a base de dissilicato de lítio.

## Material e Método

Vinte e quatro fatias (14 mm largura x 16 mm comprimento x 2 mm espessura) de cerâmica de dissilicato de lítio (EMAX; IPS e.max CAD, Ivoclar Vivadent, AG, Schann, Liechtenstein) foram obtidas pela secção de blocos CAD/CAM com disco diamantado de corte em baixa rotação e sob refrigeração (Isomet Buehler, Lake Bluff, IL, EUA). As fatias foram cristalizadas em forno (Austromat 624; DEKEMA Dental-Keramiköfen GmgH, Freilassing, Alemanha) seguindo as instruções do fabricante (Fig 1 a-c).

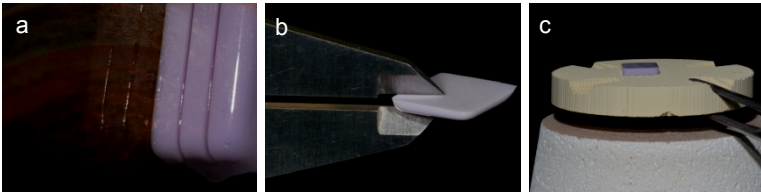


Fig 1- Seccionamento do bloco cerâmico (a), mensuração da espessura da fatia cerâmica com paquímetro digital (b), sinterização das fatias cerâmicas (c).

As fatias foram incluídas em resina acrílica (Palapress; Heraeus Kulzer, Hanau, Alemanha) e polidas em lixa de papel de SiC #400 e #600 sob refrigeração (Fig 2 a-c).

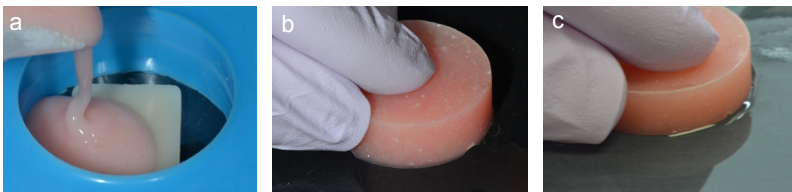


Fig 2- Inclusão das fatias cerâmicas (a), polimento da superfície cerâmica (b), polimento da superfície cerâmica de adesão com lixa SiC #600 (c).



A superfície de cada fatia foi limpa em banho de ultrassom com água destilada por 5min (Fig 3 a). Todos os espécimes foram condicionados com AF 5 % (IPS Ceramic Etching Gel, Ivoclar Vivadent) por 20 s (Fig 3 b), todos os grupos foram primeiramente lavados com jato de ar/água por 60 s, e seguidos por uma das quatro limpezas pós-condicionamento propostas e um dos três métodos de silanização.

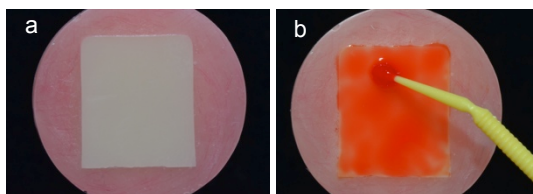


Fig 3- Fatia cerâmica após banho em ultrassom (a); condicionamento com ácido fluorídrico a 5 % por 20 s (b).

Os quatro diferentes métodos de limpeza pós-condicionamento foram comparados: AFo – aplicação ativa do ácido fosfórico (37%) por 30 s com pincel descartável, seguido de remoção com água; AA – a limpeza restringiu ao jato de ar/água por 60 s; VA – limpeza com vapor de água (AX-SCA Dental *Steam Cleaner*) por 10 s ou BU – imersão em banho de ultrassom com água destilada por 2 min (Fig 4 a-d).

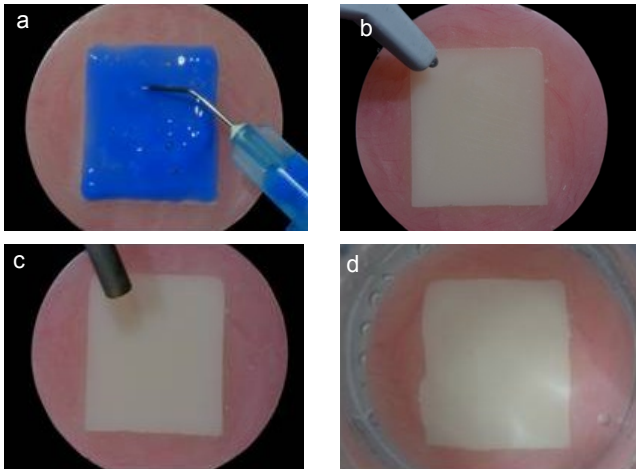


Fig 4- Métodos de limpeza pós-condicionamento com ácido fluorídrico: Após jato de água/ar por 60 s, foi realizada a limpeza com ácido fosfórico por 30s (a); jato de água/ar por 60s (b); após jato de água/ar por 60 s a limpeza foi realizada com vapor de água por 10 s (c); jato de água/ar (60s) e banho em ultrassom por 2min (d).

Para cada método de limpeza pós-condicionamento, três técnicas de aplicação de silano foram usadas: C – nenhum tratamento com silano; C/S – aplicação do silano (Silane, Ultradent, South Jordan, Utah, EUA) por 20 s e jato de ar por 20 s, ar quente a 60 °C (com secador de cabelo; Revlon 1875, Nova York, EUA, a uma distância de 10 cm da superfície cerâmica) por 20 s; ou C/S+ - aplicação do silano por 60 s, jato de ar por 20 s e ar quente por 20 s (60°C), banho em água fervente por 15 s e mais 20 s de secagem com ar quente.

As fatias de cerâmica tratadas foram posicionadas em um dispositivo contendo um molde de teflon (Ultradent Jig) com uma área para construção dos cilindros em resina composta de 0.04448 cm<sup>2</sup> (Fig 5).



Fig 5- Molde de teflon (Ultradent Jig) com a cerâmica posicionada para confecção dos cilindros de resina composta.

Primeiramente, a resina hidrofóbica (Optibond FL, Kerr Corp, Orange, CA, EUA) foi aplicado na cerâmica, em seguida uma porção de resina composta Z100 (3M ESPE) foi inserida dentro do molde em dois incrementos de aproximadamente 1,8 mm cada, usando para isso um pequeno condensador para resina. Cada incremento foi fotopolimerizado por 20 s (Valo, Ultradent -1000 mW/cm<sup>2</sup>). Seis cilindros de resina composta (diâmetro 2,4 mm) foram construídos em cada fatia cerâmica, resultando em 12 espécimes por grupo (Fig 6 a- d).

Após 24 h de armazenamento em água destilada, os espécimes foram submetidos ao teste de SBS (Shear Bond Tester; Bisco Inc., Schaumburg, IL, EUA) com uma carga/velocidade de 43.8 kgf/min (Fig 7). O modo de falha, adesivo (fratura que envolve a interface adesivo-resina composta ou; a interface adesivo-cerâmica), misto (fratura que envolve ambos os substratos) e coesivo fratura que envolva apenas um dos substratos), foram avaliados através de macrofotografias (Nikon D60 e Lente Sigma 105 mm).

Amostras adicionais dos métodos de limpeza pós condicionamento, foram confeccionadas para análise em MEV.

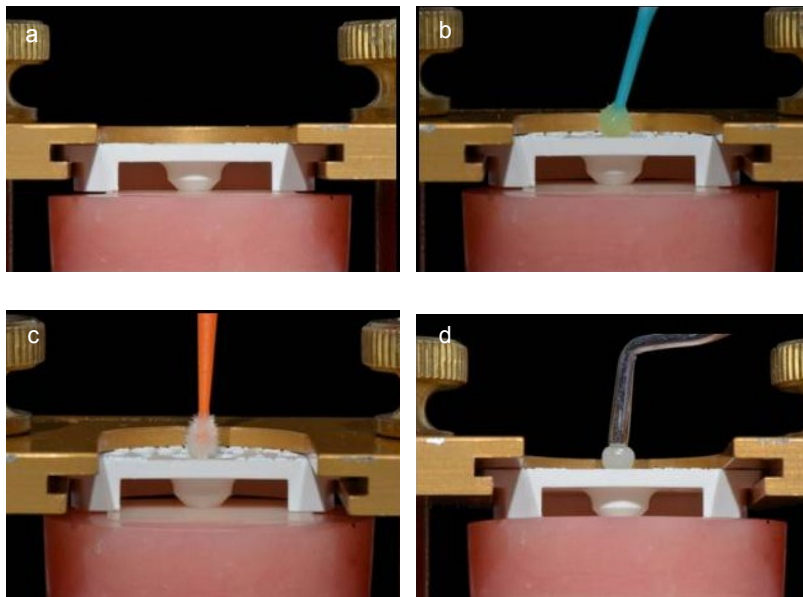


Fig 6- Vista lateral do molde dispositivo Ultradent Jig, com a cerâmica em posição (a); aplicação do sistema adesivo na área de adesão (b); remoção dos excessos de adesivo nas paredes laterais do orifício do molde de teflon (c); inserção de incrementos de resina composta (d).



Fig 7- Espécime posicionado para teste de cisalhamento, no equipamento (Shear Bond Tester; Bisco Inc., Schaumburg, IL, EUA).

## **Análise Estatística**

O teste *Kolmogorov-Smirnov* foi aplicado para todos os dados para verificar normalidade ( $p=.200$ ). A média da resistência de união e o desvio padrão foram calculados para todos os grupos. A análise estatística foi conduzida usando a análise de variância ANOVA 2 Fatores, para cada limpeza pós-condicionamento e método de aplicação do silano, como fatores independentes. O teste de correção *post hoc* Bonferroni foi utilizado para variâncias iguais para testar as médias de cada grupo. O nível de significância adotado em todas as análises foi  $p \leq 0.05$  ( $p < 0.05$ ) (Programa MedCalc para Windows versão 12.3.0, Mariakerke, Bélgica).

## **Resultados**

De acordo com o teste ANOVA 2 Fatores e *post hoc* Bonferroni ( $p < 0.05$ ) (Tabela 1), a SBS foi significativamente influenciado pelo tipo de limpeza pós-condicionamento. O grupo BU proporcionou os maiores valores de SBS, sendo o maior valor observado no grupo Condicionamento ácido/Silano (21 MPa) (Figura 10). Os outros métodos de limpeza pós-condicionamento (AA; AFo e ST) mostraram valores significativamente inferiores comparado ao BU, entre 12 a 17 MPa, independente do método de aplicação do silano. A técnica de aplicação do silano não apresentou diferença estatística significativa. O modo de falha foi 100 % adesiva, deixando uma superfície cerâmica limpa (Fig 8 a-c). As amostras realizadas para análise em MEV, demonstraram uma superfície mais limpa para o grupo onde a limpeza com ultrassom foi realizada. Os outros grupos, AFo, AA e VA, apresentaram maior quantidade de resíduos depositados na superfície da cerâmica.

Tabela 1- ANOVA 2 Fatores para grupos experimentais.

Fonte	DF	Soma dos quadrados	Média dos quadrados	F	p*
Grupos	2	318.5	4.18	0.37	0.689
Limpeza pós-condicionamento	3	8.3	106.19	9.46	<0.001
Grupos x Limpeza pós-condicionamento	6	83.58	11.21	7.45	<0.001
Residual	132	1480.726	11.218		

\*p <0.05 indica diferença estatística significativa.

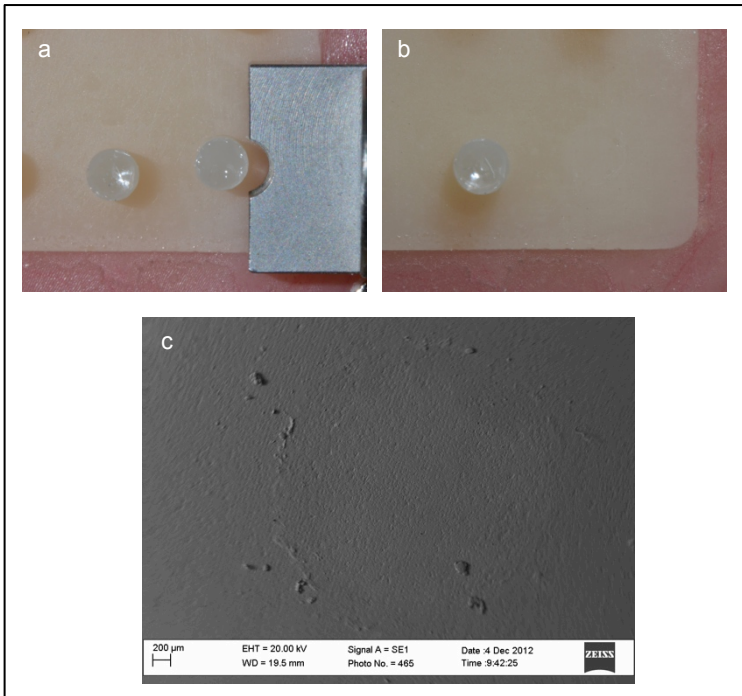


Fig 8 – Vista superior do posicionamento do dispositivo para o teste de cisalhamento (a); macrofotografia da superfície da cerâmica logo após o teste de cisalhamento (b); MEV da superfície cerâmica após o teste de cisalhamento, exemplo de fratura adesiva (aumento 50x) (c).

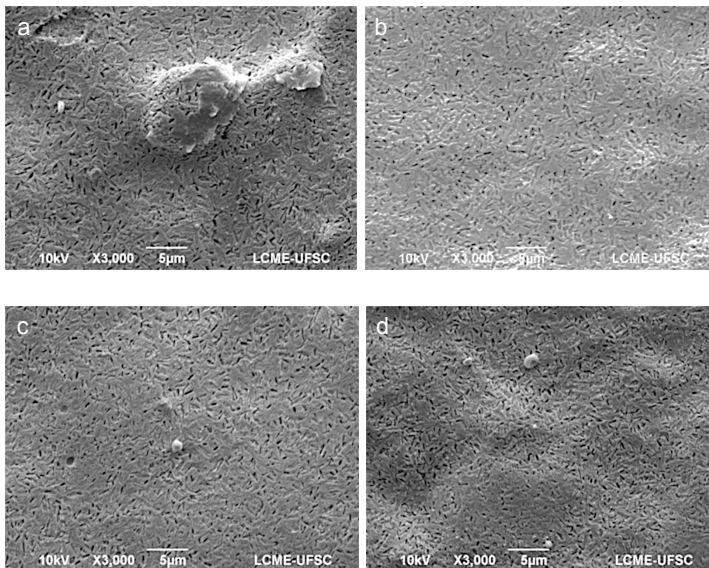


Fig 9- Limpeza pós-condicionamento ácido com ácido fosfórico (30 s) (MEV com aumento de 3000 x) (a); limpeza pós-condicionamento ácido com jato de ar/água por 60 s (MEV com aumento de 3000 x) (b); limpeza pós-condicionamento ácido com vapor de água (MEV com aumento de 3000 x) (c); limpeza pós-condicionamento ácido com ultrassom (2 min) (MEV com aumento de 3000 x) (d).



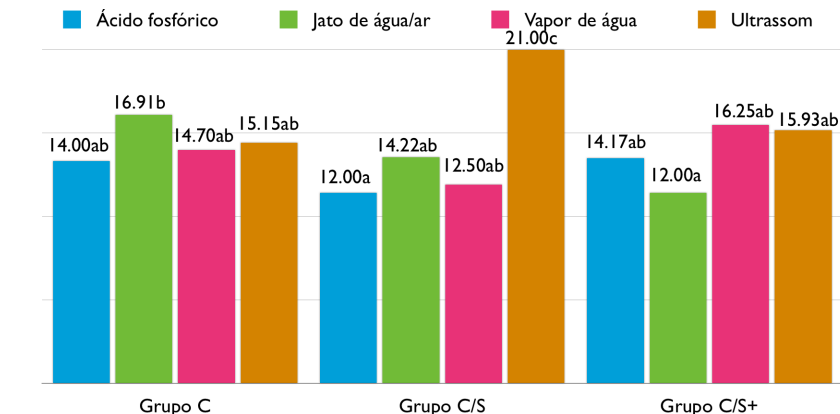


Fig 10- Média da resistência de união SBS dos grupos experimentais.

## Discussão

Os resultados deste estudo levam à rejeição da primeira hipótese nula, uma vez que o método de limpeza pós-condicionamento teve influencia na SBS de cerâmica de dissilicato de lítio. A segunda hipótese nula foi aceita devido ao fato da similaridade nos valores de SBS entre as diferentes técnicas de aplicação do silano.

A resistência de união entre agente cimentante e cerâmica pode ser mensurada *in vitro* utilizando diversos métodos (cisalhamento, microcisalhamento e microtração). O princípio desses testes baseia-se na aplicação de uma carga que cria estresse na interface adesiva até que uma falha na união seja observada. Contudo, nenhum desses testes é aceito como método universal e cada um deles apresenta suas vantagens e limitações. Nesse contexto, o teste de resistência de união a microtração (MTBS) é geralmente preferido devido à distribuição uniforme do estresse na interface adesiva,<sup>21</sup> limitando a possibilidade de falhas coesivas no substrato.<sup>22</sup> Apesar de

apresentar tais vantagens, o MTBS é um método sensível, pode apresentar alta frequência de falhas prematuras,<sup>23</sup> ser afetado pela velocidade de corte dos filetes,<sup>24</sup> pelo formato do espécime<sup>25</sup> e fragilidade do substrato.<sup>24,25</sup> Por outro lado, o teste SBS é considerado o teste mais comum e prático dentre os métodos de avaliação da resistência de união devido ao fato de não apresentar a etapa de seção do espécime, que pode introduzir microtrinca precoce em substrato friável.<sup>24-26</sup> Como resultado, alguns autores concluíram que a abordagem de cisalhamento é mais apropriada comparada ao da microtração.<sup>27,28</sup> Neste estudo, o SBS foi o método selecionado, uma vez que o substrato utilizado apresentou resistência suficiente para prevenir falhas coesivas. Esse achado foi comprovado em testes-piloto preliminares, bem como nos resultados da pesquisa, onde somente falhas adesivas foram observadas. Substratos cerâmicos resistentes, tal como zircônia e dissilicato de lítio podem ser considerados apropriados para testar a resistência de união utilizando SBS.

É sabido que o condicionamento de cerâmica de dissilicato de lítio com AF requer um período mais curto e uma concentração menor do ácido (20 s e AF a 5 %), possivelmente devido ao reduzido tamanho dos cristais e também porque o condicionamento excessivo pode diminuir a resistência do substrato cerâmico. Esses dados foram confirmados com um teste piloto utilizando AF a 10 %, pelo mesmo período de tempo (20 s), onde foi observada uma diminuição significativa da resistência de união ao SBS de 21 MPa (20 s, AF a 5 %) para 16,7 MPa (20 s, AF a 10 %). A dissolução da fase vítrea é capaz de criar microrretenções de 5-20  $\mu\text{m}$  de profundidade,<sup>18,21,29,30</sup> que pode ser infiltrada pela resina hidrofóbica.<sup>18</sup> As retenções micromecânicas geradas pelo condicionamento com AF parecem ser o principal mecanismo da adesão à cerâmica à base de dissilicato de lítio.<sup>3</sup> A aplicação adicional do silano não parece trazer nenhum benefício à adesão a menos que a limpeza pós-

condicionamento com ultrassom seja realizada. O efeito colateral do condicionamento com AF é a formação de sais residuais insolúveis que precipitam e obliteram as microrretenções,<sup>14-16,18</sup> que pode influenciar significativamente os valores da resistência de união,<sup>14,18</sup> confirmando a necessidade da limpeza pós-condicionamento.<sup>17,18</sup> A maioria dos autores<sup>15,17,18</sup> propõe o protocolo de limpeza pós-condicionamento utilizada neste estudo (banho de ultrassom em água destilada por 2 min) para promover eliminação efetiva dos resíduos.<sup>15,17,18</sup> Apesar disso, um estudo,<sup>19</sup> falhou ao demonstrar a efetividade da limpeza pós-condicionamento com ultrassom, entretanto, isso pode ser explicado pelo fato dos espécimes terem sido submetidos a 20 min de banho em ultrassom, que pode ter causado um enfraquecimento ou desagregação da porcelana condicionada.

Em outro estudo,<sup>17</sup> a limpeza pós-condicionamento levou ao aumento na MTBS (24 MPa sem limpeza vs. 50 MPa com limpeza).<sup>17</sup> No presente estudo, o máximo obtido com a limpeza pós-condicionamento foi de 30 % (de 14 MPa para acima de 21 MPa). Isso pode ser explicado pela pequena quantidade de resíduo observado na superfície condicionada da cerâmica à base de dissilicato de lítio,<sup>18</sup> possivelmente devido ao reduzido conteúdo vítreo<sup>5,32</sup> e o curto período de condicionamento. As outras técnicas de limpeza pós-condicionamento usadas neste estudo (jato de ar/água, ácido fosfórico e vapor de água) se comportaram de maneira semelhante e não melhoraram ou pioraram a resistência de união, o que está de acordo com os achados de Swift, Walls and McCabe.<sup>33</sup>

O uso de um agente de união silano induz o encapsulamento dos cristais<sup>23</sup> e permitirá a continuidade entre as fases orgânica e inorgânica.<sup>4</sup> De acordo com Hooshmand et al.<sup>11</sup> (2002) e Queiroz et al. (2012),<sup>12</sup> a aplicação do silano induz à formação de um complexo de interfases com distintas camadas. Próximo ao substrato está uma monocamada de

silano, a única necessária para obter uma adesão ideal. É geralmente coberta por outras duas camadas consecutivas de oligômeros, a primeira pode ser hidrolisada somente com água à temperatura ambiente e a segunda camada, pode ser removida com água quente. Essas duas camadas externas parecem enfraquecer a interfase devido a sua sensibilidade a ataques térmicos. Por outro lado, a monocamada parece estar quimicamente reagida (por meio de união siloxano covalente) e pode resistir a ataques hidrotérmicos. A secagem com ar aquecido do silano parece consolidar as três regiões pela facilitação e estabilização da união siloxana. A combinação entre o ar quente e o banho em água fervente tem sido advogada por Hooshmand et al.<sup>11</sup> (2002) e apresenta-se como uma técnica potencializada da aplicação do silano. O presente estudo não confirma esses resultados devido ao fato da aplicação potencializada do silano utilizada (C/S+) não promover melhora na resistência de união. Uma possível explicação é o fato de que no grupo C/S, o silano foi aplicado em somente 20s (comparado aos 60s de outras pesquisas) que pode ter sido muito curto para criar a camada externa de oligômeros fracos. O uso sistemático do ar aquecido sobre o silano pode também ter resultados na consolidação das camadas de silano, o que pode ter mascarado o efeito da água fervente.

Apesar de não ter parecido ser um efeito sinérgico da limpeza pós-condicionamento e da aplicação simplificada do silano (grupo C/S), outros estudos devem ser realizados para determinar o tempo de aplicação ideal do silano que promoveria quantidade suficiente de moléculas saturadas na superfície da cerâmica (permitindo toda a sílica exposta do substrato a formar união siloxana) e, simultaneamente, impedir a formação de excessos de uniões fracas na camada de silano. O tempo de aplicação varia excessivamente em cada instrução do fabricante dos produtos mais populares: 5 s sugerido para *Ceramic Primer* (3M), 30 s sugerido para Bis-silane (BISCO), 60 s para

Monobond S (Ivoclar-Vivadent) e Silane (Ultradent). A temperatura de secagem também demonstra extrema variabilidade em termos de tempo e temperatura, variando de 15 s a 20 min, de temperatura ambiente à temperaturas acima de 100 °C. Desta forma, existe a necessidade de um guia para padronizar e definir a melhor aplicação prática (secador de cabelo, forno, etc.).

Uma limitação deste estudo está restrita a um tipo de cerâmica CAD/CAM. Outras pesquisas devem incluir outros tipos de cerâmicas vítreas, variando a composição e método de processamento, bem como outras cerâmicas CAD/CAM.

## **Conclusões**

Dentro das limitações deste estudo, é possível concluir que o condicionamento de cerâmica a base de dissilicato de lítio seguido pela limpeza em ultrassom com água destilada é recomendada. Além disso, não houve diferença significativa entre os métodos de aplicação do silano.

## **Referências**

- 1 Nagayassu MP, Shintome LK, Uemura ES, Araújo JE. Effect of surface treatment on the shear bond strength of a resin-based cement to porcelain. *Braz Dent J.* 2006;17(4):290-5.
- 2 Ho GW, Matinlinna JP. Evaluation of the microtensile bond strength between resin composite and hydrofluoric acid etched ceramic in different storage media. *J Adhes Sci Technol* 2011;25:2671–85
- 3 Roulet JF, Söderholm KJ, Longmate J. Effects of treatment and storage conditions on ceramic/composite bond strength. *J Dent Res.* 1995 Jan;74(1):381-7.
- 4 Jardel V, Degrange M, Picard B, Derrien G. Surface energy of etched ceramic. *Int J Prosthodont.* 1999 Sep-Oct;12(5):415-8.

5 Della Bona A, van Noort R. Ceramic surface preparations for resin bonding. *Am J Dent*. 1998 Dec;11(6):276-80.

6 Della Bona A. Adesão às cerâmicas: evidências científicas para o uso clínico. São Paulo: Artes Médicas, 1a Edição, 2009.

7 Monticelli F, Toledano M, Osorio R, Ferrari M. Effect of temperature on the silane coupling agents when bonding core resin to quartz fiber posts. *Dent Mater*. 2006 Nov;22(11):1024-8.

8 Shen C, Oh WS, Williams JR. Effect of post-silanization drying on the bond strength of composite to ceramic. *J Prosthet Dent*. 2004 May;91(5):453-8.

9 Fabianelli A, Pollington S, Papacchini F, Goracci C, Cantoro A, Ferrari M, van Noort R. The effect of different surface treatments on bond strength between leucite reinforced feldspathic ceramic and composite resin. *J Dent*. 2010 Jan;38(1):39-43.

10 Filho AM, Vieira LC, Araújo E, Monteiro Júnior S. Effect of different ceramic surface treatments on resin microtensile bond strength. *J Prosthodont*. 2004 Mar;13(1):28-35.

11 Hooshmand T, van Noort R, Keshvad A. Bond durability of the resin-bonded and silane treated ceramic surface. *Dent Mater*. 2002 Mar;18(2):179-88.

12 Queiroz JR, Benetti P, Ozcan M, de Oliveira LF, Della Bona A, Takahashi FE, Bottino MA. Surface characterization of feldspathic ceramic using ATR FT-IR and ellipsometry after various silanization protocols. *Dent Mater*. 2012 Feb;28(2):189-96.

13 Plueddemann EP. Silane coupling agent. NewYork: Plenum; 1991. p. 31–54.

14 Bailey LF, Bennett RJ. DICOR surface treatments for enhanced bonding. *J Dent Res*. 1988 Jun;67(6):925-31.

15 Peumans M, Van Meerbeek B, Yoshida Y, Lambrechts P, Vanherle G. Porcelain veneers bonded to tooth structure: an ultra-morphological FE-SEM examination of the adhesive interface. *Dent Mater*. 1999 Mar;15(2):105-19.

16 Phoenix RD, Shen C. Characterization of treated porcelain surfaces via dynamic contact angle analysis. *Int J Prosthodont*. 1995 Mar-Apr;8(2):187-94.

- 17 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.
- 18 Belli R, Guimarães JC, Filho AM, Vieira LC. Post-etching cleaning and resin/ceramic bonding: microtensile bond strength and EDX analysis. *J Adhes Dent.* 2010 Aug;12 (4):295-303.
- 19 Aida M, Hayakawa T, Mizukawa K. Adhesion of composite to porcelain with various surface conditions. *J Prosthet Dent.* 1995 May;73(5):464-70.
- 20 Jones GE, Boksman L, McConnell RJ. Effect of etching technique on the clinical performance of porcelain veneers. *Quintessence Dent Technol.* 1986 Nov-Dec;10(10):635-7.
- 21 Duarte S, Phark J-H, Blatz M, Sadan A. Ceramic Systems: An Ultrastructural Study. *Quintessence Dent Technol.* 2009 23.
- 22 Pashley DH, Carvalho RM, Sano H, Nakajima M, Yoshiyama M, Shono Y, Fernandes CA, Tay F. The microtensile bond test: a review. *J Adhes Dent.* 1999 Winter;1(4):299-309.
- 23 Sano H, Shono T, Sonoda H, Takatsu T, Ciucchi B, Carvalho R, Pashley DH. Relationship between surface area for adhesion and tensile bond strength-evaluation of a micro-tensile bond test. *Dent Mater.* 1994 Jul;10(4):236-40.
- 24 Perdigão J, Gomes G, Gondo R, Fundingsland JW. In vitro bonding performance of all-in-one adhesives. Part I--microtensile bond strengths. *J Adhes Dent.* 2006 Dec;8(6):367-73.
- 25 Sadek FT, Cury AH, Monticelli F, Ferrari M, Cardoso PE. The influence of the cutting speed on bond strength and integrity of microtensile specimens. *Dent Mater.* 2005 Dec;21(12):1144-9.
- 26 Goracci C, Sadek FT, Monticelli F, Cardoso PE, Ferrari M. Influence of substrate, shape, and thickness on microtensile specimens' structural integrity and their measured bond strengths. *Dent Mater.* 2004 Sep;20(7):643-54.
- 27 Ferrari M, Goracci C, Sadek F, Eduardo P, Cardoso C. Microtensile bond strength tests: scanning electron microscopy evaluation of sample integrity before testing. *Eur J Oral Sci.* 2002

Oct;110(5):385-91.

28 Ishikawa A, Shimada Y, Foxton RM, Tagami J. Micro-tensile and micro-shear bond strengths of current self-etch adhesives to enamel and dentin. *Am J Dent.* 2007 Jun;20(3):161-6.

29 Beloica M, Goracci C, Carvalho CA, Radovic I, Margvelashvili M, Vulicevic ZR, Ferrari M. Microtensile vs microshear bond strength of all-in-one adhesives to unground enamel. *J Adhes Dent.* 2010 Dec;12(6):427-33.

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

31 Borges GA, Sophr AM, de Goes MF, Sobrinho LC, Chan DC. Effect of etching and airborne particle abrasion on the microstructure of different dental ceramics. *J Prosthet Dent.* 2003 May;89(5):479-88.

32 Luo XP, Silikas M, Wilson FHL, Watts DC. AFM and SEM study of the effects etching on IPS-Empress dental ceramic. *Surface Science* 2001; 491:388-394.

33 Swift B, Walls AW, McCabe JF. Porcelain veneers: the effects of contaminants and cleaning regimens on the bond strength of porcelain to composite. *Br Dent J.* 1995 Sep 23;179(6):203-8.



Artigo II

# **Avaliação da aplicação potencializada do silano na resistência de união a cerâmicas**

## **Resumo**

Objetivo: Avaliar diversas combinações de tratamento de superfície e métodos de aplicação do silano e seu efeito na resistência de união por cisalhamento (SBS) antes e após envelhecimento por termociclagem. Material e Método: Dezesesseis fatias de 2 mm de espessura de cerâmica de dissilicato de lítio (EMAX; IPS e.max CAD, Ivoclar Vivadent) e feldspática (VITA; Vitablocs Mark II), foram incluídas em resina acrílica e polidas em lixas de papel de SiC. Para EMAX, as fatias foram sinterizadas previamente aos passos descritos acima. A superfície de cada bloco foi limpa em banho de ultrassom e alocada aleatoriamente em cinco grupos; C: condicionamento com ácido fluorídrico (AF) seguindo as instruções do fabricante (20 s EMAX; 60 s VITA), remoção do ácido com jato de ar/água por 60 s, seguido de limpeza em banho de ultrassom por 2 min; C/S: condicionamento com AF, remoção do gel com jato de ar/água por 60 s, limpeza em banho de ultrassom por 2 min seguido de aplicação do silano por 20 s, secagem com jato de ar por 20 s e ar quente a 60 °C (20 s); C/S+: condicionamento ácido com AF, lavagem por 60 s, limpeza com ultrassom por 2 min seguido de aplicação do silano por 60 s, jato de ar por 20 s, jato de ar quente por 20 s, banho em água fervente por 15 s seguido de mais 20 s de ar quente; S: aplicação do silano por 20 s seguido de jato de ar por 20 s e ar quente por mais 20 s; S+: aplicação do silano por 60 s seguido de jato de ar por 20 s, jato de ar quente por 20 s, banho em água fervente por 15 s e mais 20 s de jato de ar quente. Cilindros de resina composta (n=12) (Z100, 3M ESPE) foram confeccionados após a resina hidrofóbica (Optibond FL, Kerr) ser aplicado na superfície

cerâmica. O teste de SBS foi realizado após 24 h de armazenamento dos espécimes em água destilada ou após termociclagem (5–55 °C, 20,000 ciclos) para os grupos C; C/S e C/S+. O modo de falha foi analisado por microfotografias. Resultados: Para o teste de 24 h ANOVA 2 Fatores e teste de Tukey HSD ( $p < 0.05$ ) mostraram médias de resistência de união significativamente altas para C/S, para ambas cerâmicas (EMAX 21,06 MPa; VITA 24,27 MPa), comparado com C e C/S+ (entre 15,50 a 20,96 MPa). O uso do silano sozinho mostrou valores de resistência de união significativamente baixos, independente da cerâmica (EMAX 3,92 a 4,32 MPa; VITA 5,69 a 5,91 MPa). Nenhuma diferença estatística foi observada entre os grupos C/S e C/S+ para VITA. O SBS foi negativamente afetado pela simulação de envelhecimento no grupo C/S (19 MPa vs. 24 MPa inicial para VITA e 16 MPa vs. 21 MPa inicial para EMAX) e positivamente afetada para C/S+ (25 MPa vs. 19 MPa inicial para VITA e 21 MPa vs. 15 MPa inicial para EMAX) após envelhecimento. Enquanto o modo de falha foi sempre adesiva para EMAX, VITA falhou coesivamente quando o condicionamento ácido foi realizado (exceto após envelhecido dos grupos C e C/S). Conclusões: A associação do condicionamento com AF e a secagem com ar quente do silano, mostraram ser significativa para obter alta resistência de união ao SBS entre resina-cerâmica; quando considerado um único tratamento, o condicionamento com AF provou ser superior ao uso do silano. Além disso, os resultados revelaram que a aplicação potencializada do silano não foi relevante ao SBS teste em 24 h, entretanto melhorou o desempenho após envelhecimento dos espécimes. Relevância clínica: A aplicação potencializada do silano foi importante para manter os altos valores de SBS entre resina-cerâmica após envelhecimento.

**Palavras-chave:** Ácido fluorídrico; Cerâmica; Resistência ao Cisalhamento; Silanos.

## Introdução

A adesão à estrutura dentária permite a realização de técnicas restauradoras minimamente invasivas que não requer princípios de retenção mecânica. Essa abordagem biomimética é válida para procedimentos diretos, semidiretos e indiretos. Em casos de cerâmicas à base de sílica, uma adesão confiável depende principalmente de dois mecanismos. Primeiro, o condicionamento com ácido fluorídrico (AF) que proporciona um intertravamento mecânico através das microrretenções na área de adesão da cerâmica. Em segundo lugar, a união química promovida pelo agente silano que permite uma adesão covalente entre dois diferentes substratos (orgânico e inorgânico).<sup>1-3</sup>

Apesar da função óbvia de cada uma dessas etapas, a real necessidade da combinação entre retenção micromecânica e união química têm resultado em conclusões divergentes. Enquanto alguns autores revelaram que uma aplicação adequada do silano é suficiente para obter uma adesão entre resina-cerâmica confiável,<sup>4-6</sup> outros alegam que o condicionamento com AF é fundamental.<sup>7-10</sup> De fato, existem algumas razões válidas que justificam a tentativa de eliminar a etapa de condicionamento com AF. Uma delas é o fato de o condicionamento com AF pode causar injúria à saúde, quando não é devidamente manuseado devido ao alto potencial toxicológico.<sup>11,12</sup> Além disso, o condicionamento com AF promove sais de sílica e flúor na superfície cerâmica. Esses resíduos podem influenciar negativamente a resistência de união resina-cerâmica, ao menos que sejam removidas adequadamente com banho de ultrassom.<sup>13,14</sup>

Eliminar a etapa de condicionamento com AF e confiar essencialmente na união química, implica que uma ligação siloxana mais estável e durável deve ser obtida. Entretanto, uma preocupação com a união química é a degradação hidrolítica que pode afetar a estabilidade química da adesão. Tem sido

demonstrado que a eficiência do silano pode ser melhorada pela aplicação de um jato de ar quente (50 a 100 °C), que elimina água, solventes e subprodutos permitindo uma união covalente, promovendo completa reação de condensação e ligação cruzada da camada de silano.<sup>6,15-18</sup> Outro procedimento na aplicação potencializada do silano tem sido proposto por Hooshmand et al. (2002)<sup>4</sup> em ordem de isolar a camada de silano mais interna que apresenta união covalente. Na prática, quando o silano é aplicado ao substrato, múltiplas camadas são formadas: (1) a camada mais externa apresenta oligômeros pequenos, que consiste em siloxanos oligoméricos fracos e podem ser removidos com água ou solventes; (2) a camada do meio consiste em uma camada comparável à primeira, entretanto, com algumas ligações siloxanas (covalente) entre as moléculas de silano (oligômeros frouxos); essa camada pode ser removida com água quente e, finalmente (3) a camada mais interna é a região de reatividade química, a monocamada de silano que representa uma camada mais estável e contribui para uma adesão resistente.<sup>19</sup> A aplicação potencializada do silano busca a eliminação dos oligômeros frouxos pelo banho em água fervente e secagem com ar quente.

Atualmente, não há dados que correlacionem o efeito do envelhecimento na adesão resina-cerâmica quando o método de aplicação potencializada do silano é realizado e, se existe um benefício importante que justifique as etapas adicionais. Outra preocupação é a omissão do condicionamento com AF proposto por alguns autores, como uma consequência da aplicação potencializada do silano. Sendo assim, neste estudo, o efeito de várias combinações de tratamento de superfície, métodos de aplicação do silano e seu efeito na resistência de união por cisalhamento antes e após envelhecimento foram investigados. A primeira hipótese nula foi de que existe uma contribuição semelhante entre embricamento mecânico e agente químico na resistência de união e que o método de aplicação potencializada

não irá diferir dos outros tratamentos. A segunda hipótese nula testada foi de que o envelhecimento simulado não irá influenciar na SBS dos diferentes tratamentos. Terceira hipótese nula foi de que a cerâmica (feldspática vs. dissilicato de lítio) não irá afetar o desempenho da adesão resina-cerâmica.

## **Material e Método**

Dezesseis fatias de 2 mm de espessura (14 x 16 mm) de IPS e.max CAD (EMAX; Ivoclar Vivadent, AG, Schann, Liechtenstein) e Vitablocs Mark II (VITA; VITA Zahnfabrik GmbH, Bad Säckingen, Alemanha) foram obtidas pelo seccionamento de blocos de CAD/CAM utilizando disco diamantado em baixa velocidade e sob refrigeração (Isomet, Buehler, Lake Bluff, IL, EUA). As fatias de EMAX foram cristalizadas em forno para cerâmica (Austromat 624; DEKEMA Dental-Keramiköfen GmbH, Freilassing, Alemanha) seguindo as instruções do fabricante (Figura 1 a-f).

Todas as fatias foram incluídas em resina acrílica (Palapress; Heraeus Kulzer, Hanau, Alemanha) e polidas em lixa de papel de SiC # 400 e # 600 sob água (Figura 2 a-c).

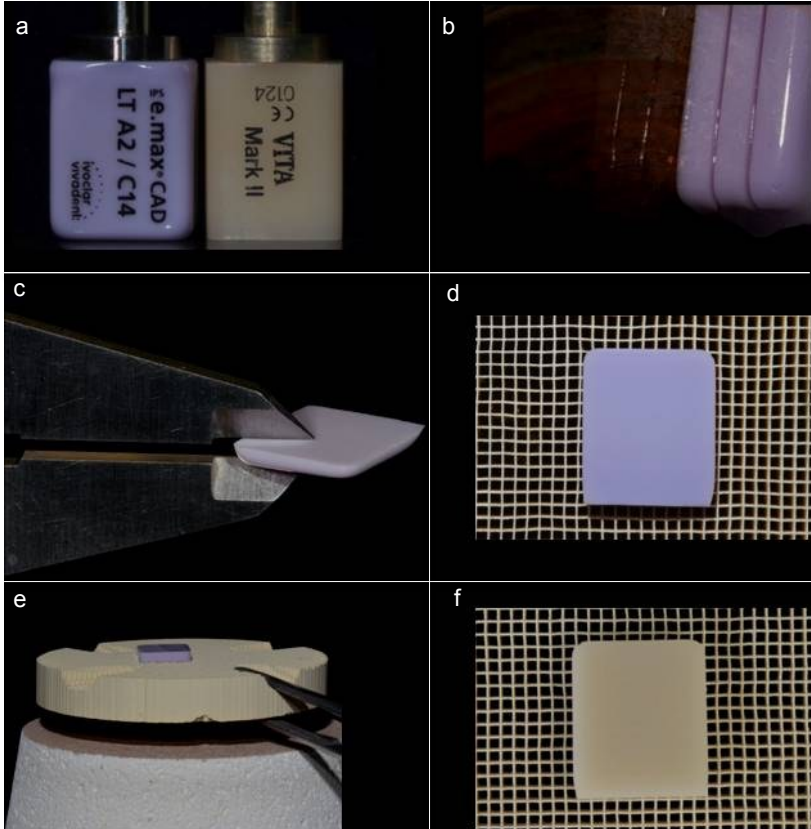


Fig 1- Blocos de CAD/CAM (IPS e.max CAD e Vitablocs Mark II) (a); sectionamento dos blocos de CAD/CAM com disco diamantado (b); mensuração da espessura das fatias (c); fatia cerâmica de EMAX posicionada em suporte previamente a sinterização (d); fatia de EMAX sendo levada ao forno para sinterização (e); fatia de EMAX após sinterização (f).

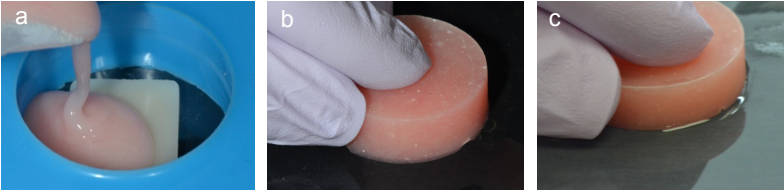


Fig 2- Inclusão das fatias cerâmicas em resina acrílica (a), polimento da superfície cerâmica de adesão com lixa de SiC # 400 (b), polimento da superfície cerâmica de adesão com lixa SiC # 600 (c).

As superfícies de cada fatia foram limpas em banho de ultrassom com água destilada por 5min. Cinco métodos de condicionamento da superfície foram aplicados: C- condicionamento com AF a 5 % (IPS Ceramic Etching Gel, Ivoclar Vivadent) por 20 s para EMAX e 60 s para VITA, lavado por 60 s com jato de ar/água seguido de limpeza pós-condicionamento em banho de ultrassom com água destilada por 2 min; C/S – condicionamento com AF como descrito acima, aplicação do silano por 20 s (Silane, Ultradent, EUA), jato de ar por 20 s, ar quente a 60 °C por 20 s (com secador de cabelo a 10 cm de distância); C/S+ - condicionamento com AF como descrito, aplicação do silano por 60 s, seguido de jato de ar por 20 s, ar quente por 20 s e banho em água fervente por 15 s, pela imersão do bloco cerâmico com auxílio de uma grade metálica em forma de cesta, e mais 20 s de ar quente; S – nenhum condicionamento ácido, aplicação do silano por 20 s seguido de jato de ar por 20 s e ar quente por 20 s; ou S+ - nenhum condicionamento ácido, aplicação do silano por 60 s, seguido de jato de ar por 20 s, ar quente por 20 s, banho em água fervente por 15 s e mais 20 s de ar quente. (Tabela 1).



**Tabela 1- Tratamentos realizados dentro de cada grupos experimental.**

	AF	Limpeza	20s de aplicação do silano	60s de aplicação do silano
<b>C</b>	✓	✓	—	—
<b>C/S</b>	✓	✓	✓	—
<b>C/S+</b>	✓	✓	—	✓
<b>S</b>	—	—	✓	—
<b>S+</b>	—	—	—	✓

Os espécimes foram posicionados em um dispositivo com um molde de teflon (Ultradent Jig) contendo uma área de adesão de 0.04448 cm<sup>2</sup> utilizada para confeccionar os cilindros de resina composta. Primeiramente, a resina hidrofóbica (Optibond FL, Kerr Corp, Orange, CA, EUA) foi aplicado sobre a cerâmica, em seguida a resina composta Z100 (3M ESPE), a temperatura ambiente, foi inserida em dois incrementos de aproximadamente 1.8 mm cada, utilizando para isso um condensador pequeno. Cada incremento foi fotopolimerizado por 20 s (Valo, Ultradent) a 1000 mW/cm<sup>2</sup>. Seis cilindros de resina composta (diâmetro: 2.4 mm) foram confeccionados em cada fatia cerâmica, resultando em 12 espécimes por grupo. O teste foi realizado após 24 h de armazenamento em água destilada. Para os grupos C; C/S e C/S+ espécimes adicionais (12/grupo) foram confeccionados e submetidos ao envelhecimento simulado por termociclagem 20,000 ciclos em temperaturas variando entre 5 °C e 55 °C, com tempo de imersão de 30 s (Thermocycler, SD Mechatronik GmbH, Feldkirchen-Westerham, Alemanha) e tempo de transferência de 15 s (Tabela 2). Todos os espécimes foram submetidos ao teste de SBS (Shear Bond Tester; Bisco Inc., Schaumburg, IL) com carga rampante de 43.8 kgf por minuto. O modo de falha foi analisado com macrofotografias (Nikon D60 e lente 105 mm Sigma). O modo de falha, adesivo (fratura que envolve a interface adesivo-resina composta ou; a interface

adesivo-cerâmica), misto (fratura que envolve ambos os substratos) e coesivo fratura que envolva apenas um dos substratos).

<b>Tabela 2- Substratos e grupos submetidos a termociclagem.</b>				
<b>Tratamento</b>	<b>IPS e.max CAD</b>		<b>Vitablocs Mark II</b>	
	<b>24h</b>	<b>Termociclagem</b>	<b>24h</b>	<b>Termociclagem</b>
<b>C</b>	✓	✓	✓	✓
<b>C/S</b>	✓	✓	✓	✓
<b>C/S+</b>	✓	✓	✓	✓
<b>S</b>	✓	—	✓	—
<b>S+</b>	✓	—	✓	—

Amostras adicionais foram confeccionadas para análise dos grupos em MEV.

A média da resistência de união e o desvio-padrão foram calculados para todos os grupos. A análise estatística foi realizada utilizando a análise de variância multifatorial (ANOVA) na qual o método de condicionamento de superfície; substrato cerâmico e envelhecimento serviram como fator independente. O teste de Tukey HSD foi utilizado para variáveis iguais para o teste de valores de média de todos os grupos. O nível de significância adotado em todas as análises foi  $\leq 0.05$  ( $p < 0.05$ ) (Programa MedCalc para Windows versão 12.3.0, Mariakerke, Bélgica).

## **Resultados**

De acordo com ANOVA 2 Fatores (utilizado para comparar os valores iniciais dos cinco grupos previamente ao envelhecimento), ambos os substratos (EMAX e VITA) e método de condicionamento da superfície tiveram influencia nos valores

do teste SBS em 24 h (Tabela 3). O teste Tukey HSD ( $p < 0.05$ ) revelou que C/S apresentou valores de resistência de união significativamente maiores ( $p < 0.005$ ), para ambas cerâmicas (EMAX 21,06 MPa; VITA 24,27 MPa), comparada com C e C/S+ (variação: 15.50 a 20.96 MPa). A aplicação do silano sozinho (S e S+) resultou em resistência de união significativamente fraca, independente da cerâmica (EMAX 3,92 a 4,32 MPa; VITA 5,69 a 5,91 MPa). Houve 5 espécimes no grupo S e 3 no grupo S+ que apresentaram falhas pré-teste, que foi considerado como 0MPa para análise estatística. Nenhuma diferença estatística significativa foi observada entre C/S e C/S+ para VITA ( $p > 0.05$ ).

**Tabela 3-** ANOVA 2 Fatores para os grupos experimentais.

Fonte	DF	Soma dos quadrados	Média dos quadrados	F	p*
Cerâmica	1	317,786	317,786	25,276	0,000
Aplicação do silano	4	6478,144	1619,536	128,816	0,000
Cerâmica x Aplicação do silano	4	60,490	15,123	1,203	0,314

p\* < 0,05 indica diferença estatística significativa.

Os grupos S e S+ não foram submetidos ao processo de envelhecimento devido aos baixos valores obtidos no teste 24h e também devido à grande quantidade de falha pré-teste. ANOVA 3 Fatores (cerâmica, método de condicionamento da superfície e envelhecimento) confirmaram o efeito significativo do substrato e método de condicionamento (Tabela 4). O teste Tukey HSD revelou que VITA permaneceu superior ao EMAX após envelhecimento ( $p < .001$ ). Para método de condicionamento da superfície, o envelhecimento não provocou efeito nos valores de resistência do grupo C (22 MPa vs. 21 MPa inicial para VITA e 14 MPa vs. 15 MPa inicial para EMAX) ( $p = .17$ ). Houve uma diminuição nos valores de SBS de 22-29% após envelhecimento para o grupo C/S (19 MPa vs. 24 MPa inicial para VITA e 16 MPa vs. 21 MPa inicial para EMAX) ( $p = .004$ ). O envelhecimento teve um efeito oposto para o grupo C/S+ com um aumento de 17-31% nos valores de SBS (25 MPa vs. 19 MPa inicial para VITA e 21 MPa vs. 15 MPa inicial para EMAX) ( $p = .034$ ). A Tabela 5 e Figura 3, representam as médias e desvios-padrão dos valores de SBS para cada grupo, antes e após termociclagem.

A análise em MEV demonstrou para o grupo C (Figura 4), uma superfície cerâmica com microretenções, causadas pela dissolução da fase vítrea pelo condicionamento com ácido fluorídrico. Para o grupo C/S (Figura 5 a), revelou uma superfície lisa, recoberta pelo silano. Para o grupo C/S+ (Figura 5 b), foram observados pontos escurecidos do silano, onde a análise química por EDX, revelou pico de Si (Silício). Para o grupo S (Figura 6 a), uma superfície recoberta pelo silano, contendo uma espécie de trincas foi observado. Para o grupo S+ (Figura 6 b), foi observada uma superfície semelhante ao do grupo C/S+, com pontos escurecidos de Si. As amostras analisadas após a termociclagem demonstraram certa semelhança entre os grupos C, C/S e C/S+ (Figura 7 a-c), com uma superfície irregular.

<b>Tabela 4- Variáveis dependentes do teste de cisalhamento.</b>					
Fonte	Soma dos quadrados tipo III	DF	Média dos quadrados	F	Sig.
Modelo corrigido	1814,090(a)	11	164,917	8,732	.000
Interseção	54250,950	1	54250,950	2872,306	.000
Cerâmica	859,956	1	859,956	45,530	.000
Termociclagem	2,059	1	2,059	.109	.742
Aplicação do silano	218,722	2	109,361	5,790	.004
Cerâmica x termociclagem	12,355	1	12,355	.654	.420
Cerâmica x aplicação do silano	58,213	2	29,106	1,541	.218
Termociclagem x aplicação do silano	621,871	2	310,935	16,462	.000
Cerâmica x termociclagem x aplicação do silano	40,914	2	20,457	1,083	.342
Erro	2493,163	132	18,888		
Total	58558,202	144			
Total corrigido	4307,252	143			

a R quadrado = 421 (R quadrado ajustado =.373).

**Tabela 5-** Média e desvio padrão dos dados de resistência de união ao cisalhamento (MPa) dos grupos experimentais.

Aplicação do silano	IPS e.max CAD	Vitablocs Mark II
C	15,15(3,82)aA	21,00(5,52)aB
C/S	21,00(4,06)bA	24,27(4,76)bB
C/S+	16,00(2,53)aA	21,00(3,47)abB
S	4,32(3,30)cA	6,00(1,45)cB
S+	4,00(2,42)cA	5,70(1,45)cB
C termociclagem	13,70(3,43)aA	22,29(5,82)aB
C/S termociclagem	15,00(2,05)dA	19,00(4,67)dB
C/S+ termociclagem	21,00(5,51)eA	24,77(4,71)eB

Médias com letras minúsculas na mesma coluna são estatisticamente semelhantes. Médias com letras maiúsculas na mesma linha são estatisticamente semelhantes. (Teste Turkey HDS,  $p=0,05$ ).

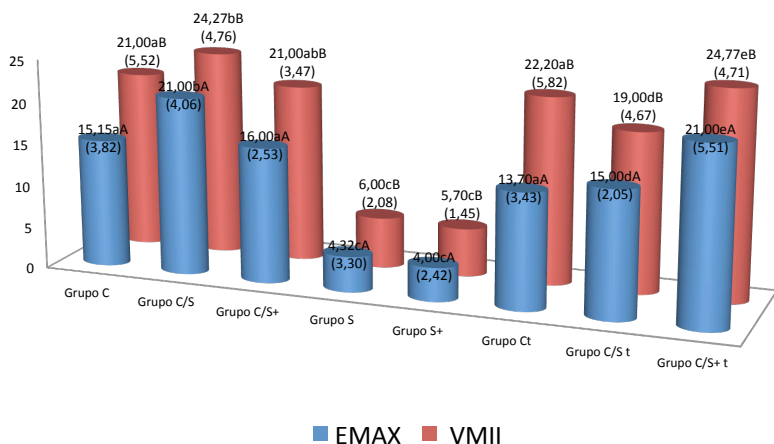
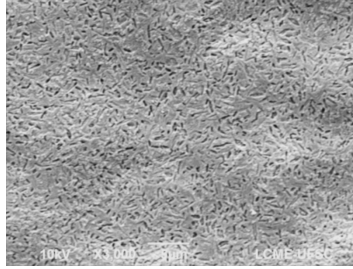


Fig 3- Média dos valores de resistência de união SBS dos grupos experimentais.

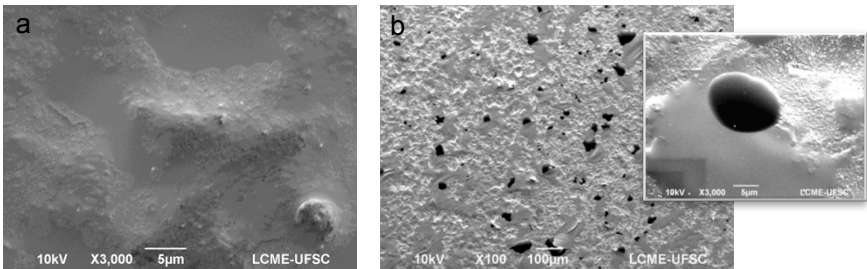
Quanto ao modo de falha, EMAX apresentou 100% de falhas adesivas, independente do grupo experimental (C; C/S, C/S+; S; S+) e do tempo de teste (24h ou após termociclagem). Para VITA, foram observadas 100% de falhas coesivas em cerâmica para os grupos onde o condicionamento ácido foi realizado em teste 24h (C; C/S e C/S+). Já para os grupos S e S+, 100% das falhas foram adesivas. Após a termociclagem, a porcentagem de falhas coesivas reduziu para os grupos C e C/S; e permaneceu de 100% para o grupo C/S+. A Tabela 6 demonstra o modo de falha de cada grupo, antes e após termociclagem.

**Tabela 6-** Incidência do tipo de falha em porcentagem (%) após o teste de cisalhamento.

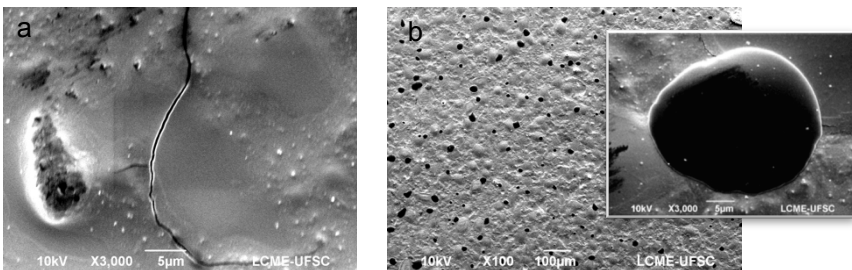
Aplicação do silano	Tipo de falha			
	IPS e.max CAD Adesiva	CAD Coesiva	Vitablocs Mark II Adesiva	Vitablocs Mark II Coesiva
C	100	0	0	100
C/S	100	0	0	100
C/S+	100	0	0	100
S	100	0	100	0
S+	100	0	100	0
C Termociclagem	100	0	25	75
C/S Termociclagem	100	0	75	25
C/S+ Termociclagem	100	0	0	100



**Fig 4-** MEV de um espécime do grupo C (3000 x).

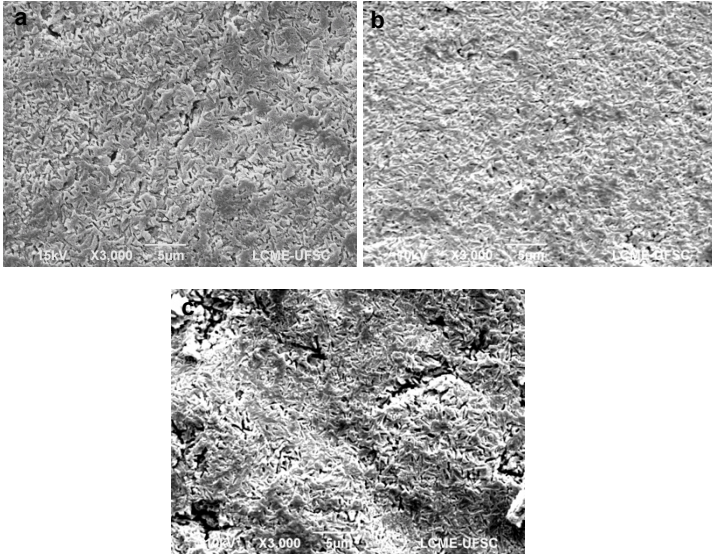


**Fig 5-** MEV de um espécime do grupo C/S (a) (3000 x) e um espécime do grupo C/S+, com pontos escuros que demonstraram picos de Si (b) (aumento de 100 x e detalhe em 3000 x).



**Fig 6-** MEV de um espécime do grupo S (a) (aumento de 500 x) e um espécime do grupo S+, com pontos escuros que demonstraram picos de Si (b) (aumento de 100 x e detalhe em 3000 x).





**Fig 7-** MEV de um espécime do grupo C (a) após termociclagem (aumento de 3000 x); espécime do grupo C/S (b) após termociclagem (aumento de 3000 x); espécime do grupo C/S+ (c) após termociclagem (aumento de 3000 x).

## Discussão

O teste de microtração (MTBS) é geralmente preferido para avaliar a interface adesiva, devido ao fato de proporcionar distribuição uniforme do estresse sobre a área de adesão,<sup>20</sup> limitando a possibilidade de falhas coesivas no substrato.<sup>21</sup> Outros métodos (cisalhamento, microcisalhamento e tração) também podem ser utilizados para determinar, *in vitro*, a resistência de união entre agente cimentante e cerâmica. Nenhum desses testes é aceito como um método universal ainda, e cada um deles apresenta suas vantagens e desvantagens. Alguns aspectos devem ser considerados quando um método de teste é selecionado, tal como a sensibilidade da técnica (por exemplo, o MTBS pode apresentar

alto índice de falhas prematuras,<sup>22</sup> e pode ser afetado pela velocidade de corte,<sup>23</sup> formato do espécime e fragilidade do substrato)<sup>24,25</sup> e a magnitude da resistência de união a ser investigada (forte adesão tende a gerar mais falhas coesivas, o que exige testes específicos). De um ponto de vista prático, o teste SBS é considerado uma técnica de baixa sensibilidade, uma vez que evita as etapas de seccionamento que pode introduzir microtrincas em substratos frágeis.<sup>24,25</sup> Da comparação entre os testes de cisalhamento e microtração, alguns autores concluíram que o teste de cisalhamento é mais adequado.<sup>26-28</sup> Baseado na discussão acima, a maior razão para a escolha do teste de SBS, nesta pesquisa, foi para evitar danos e formação de trincas e defeitos que poderiam influenciar na distribuição do estresse na interface adesiva. Enquanto o teste de SBS provou ser apropriado quando EMAX foi utilizado como substrato (100 % de falha adesiva), o mesmo teste (SBS) proporcionou alta porcentagem de falhas coesivas com VITA nos grupos onde o condicionamento com AF foi efetivado. Esse resultado normalmente significa que o substrato foi avaliado ao invés da interface adesiva. Contudo, vale ressaltar que, quando os resultados são observados (Figura 1), fica claro que a mesma tendência de resistência de união adesiva é observada tanto para EMAX quanto para VITA. Existe uma evidência clara de que o uso do silano sozinho resultou em consequências similares para ambos os materiais (baixa resistência de união 4-6 MPa e 100 % de falha adesiva), que está em suporte com o presente método e dados.

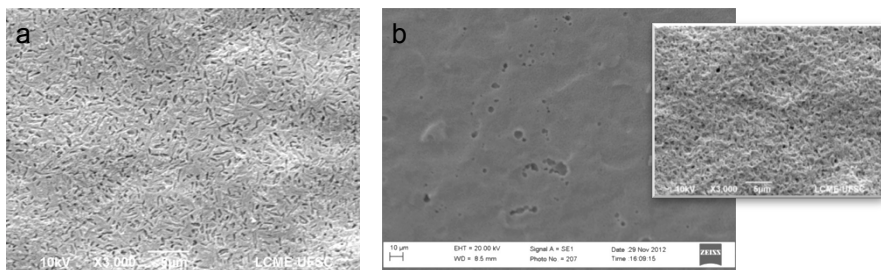
O comportamento da interface adesiva no decorrer do tempo pode ser avaliado pela termociclagem, onde nesse caso o papel principal não é necessariamente reproduzir o estresse térmico presente no meio bucal. Devido à diferença de coeficientes de expansão térmica entre resina composta e cerâmica, a termociclagem também induz um fenômeno de fadiga mecânica e degradação hidrolítica que aceleram o

processo de envelhecimento resultante de diversos processos *in vivo*. O número de ciclos, temperatura e tempo de imersão diferem consideravelmente entre pesquisas (300 a 1,000.000 ciclos; temperaturas de 0 a 67 °C; tempo de imersão de 15s a 120 s). De acordo com Gale e Darvell (1999),<sup>29</sup> 10,000 ciclos correlacionam-se com cerca de um ano de funcionamento clínico. O protocolo proposto para termociclagem neste estudo foi de 20,000 ciclos e o objetivo principal foi simular a carga termomecânica. Somente os grupos C, C/S e C/S+ foram submetidos à termociclagem baseado nos valores elevados de SBS após 24 h de armazenamento em água destilada. O uso do silano sozinho (S e S+) resultou não somente em valores de resistência de união baixa em 24 h, mas também em falhas pré-teste. Portanto, foi decidido não realizar a termociclagem em grupos onde o silano foi utilizado sozinho.

A simulação do envelhecimento pode afetar significativamente os valores de SBS de diferentes maneiras. Para o grupo C, independente da cerâmica, os valores não foram significativamente diferentes antes e após o envelhecimento, o que está de acordo com os achados de Roulet, Söderholm, Longmate (1995),<sup>9</sup> que não encontraram diferença na resistência de união resina-cerâmica após 12 meses de armazenamento em água. Isso reafirma a importância da microrretenção de superfície criada pelo condicionamento ácido, que é capaz de aumentar a área de contato, molhabilidade e energia da superfície cerâmica.<sup>30,31</sup> Além de criar intertravamento mecânico para o agente cimentante. Outro fator que deve ser levado em consideração é a degradação da resina composta, que é material dependente.<sup>32,33</sup> O agente compósito desempenha um papel importante na resistência de união final da cerâmica.<sup>34</sup> No presente estudo, a resina hidrofóbica utilizada (Optibond FL, no. 2) apresenta 48 % de partículas de carga e foi associado a uma resina composta (Z100) com alta porcentagem de carga. Isso pode explicar a alta resistência à fadiga termomecânica induzida

e hidrólise, mesmo após 20,000 ciclos. O uso de uma resina composta como agente cimentante é recomendado devido à melhoria nas propriedades físico-mecânica, estabilidade de cor e tempo de trabalho quando comparado a cimentos duais ou resina *flow*.<sup>36</sup> A espessura da linha de cimentação, que normalmente é considerada uma limitação, pode ser compensada pelo pré-aquecimento da resina composta.<sup>36-42</sup>

Neste estudo, o condicionamento com AF foi realizado com gel 5 % durante 20 s para EMAX e 60 s para VITA. Esse protocolo foi baseado em estudos prévios que mostraram que o condicionamento pode prejudicar a cerâmica devido à formação de microporosidades e microtrincas.<sup>9,43</sup> Para confirmar esses achados um teste piloto, realizado pelos presentes autores, comparou duas concentrações do AF: 10 % e 5 % em EMAX, seguido de aplicação do silano e jato de ar quente. Os resultados revelaram diferença significativa nos valores de SBS: 17 MPa com 10 % HF vs. 21 MPa com 5 % HF ( $p < .01$ ). As imagens de MEV (Fig. 8) mostram claramente a diferença que as duas concentrações de AF (5 e 10 %) proporcionam a superfície cerâmica. A concentração de 10 % provocou aumento da porosidade da superfície cerâmica, o que poderia justificar a diminuição significativa nos valores de resistência de união adesiva ao SBS. Para os clínicos, isso salienta a importância de saber não somente o nome do produto, mas também os detalhes sobre composição e concentração. O AF é mais comumente utilizado na concentração de 10 % para facetas de porcelana<sup>13</sup> e isso poderia levar clínicos a utilizarem o mesmo gel para todos os tipos de cerâmicas.



**Fig 8-** MEV de um espécime condicionado com ácido fluorídrico 5% (a) (aumento de 3000x); espécime após condicionamento ácido com ácido fluorídrico a 10% (b) (aumento de 1000x e 3000x no detalhe).

Quando o EMAX foi utilizado, o grupo C apresentou estabilidade nos valores de SBS após envelhecimento, entretanto, ainda foi significativamente inferior aos do grupo C/S+. Isso enfatiza o efeito sinérgico entre condicionamento ácido e silano na superfície cerâmica. Essa diferença foi menos óbvia para VITA, talvez pelo fato das falhas coesivas mascarem os dados (nesse caso a resistência de união excede a resistência coesiva da cerâmica). Para ambas cerâmicas EMAX e VITA grupo C/S apresentou resistência de união SBS mais baixa após termociclagem (15 MPa e 19 MPa, respectivamente). O contato constante com a água pode induzir hidrólise da união siloxana ( $-Si-O-Si-$ ) e acelerar a degradação do agente de união.<sup>45</sup> O dano hidrolítico está relacionado à proporção de união siloxana dentro da camada condensada de silano e da quantidade de união siloxana entre a monocamada e a superfície cerâmica. Como a camada mais externa do grupo C/S não foi removida pela água quente, essa instável ligação contendo pequenos oligômeros pode explicar a fraca união entre cerâmica e resina composta após o envelhecimento. Esses achados estão em contraste com alguns estudos prévios, que não observaram diferença na resistência de união entre espécimes termociclados e não termociclados.<sup>45</sup> Uma possível explicação para essa diferença

pode ser devido aos diferentes protocolos de termociclagem, que pode variar em 1 h e 5,000 ciclos vs. 20,000 ciclos, como realizado no presente estudo.

Independente da cerâmica, o maior valor de SBS obtido, após termociclagem, foi com o tratamento realizado no grupo C/S+. A aplicação potencializada do silano, como definida por Hooshmand et al.<sup>4</sup> objetiva saturar a superfície do substrato com silano (aplicação relativamente longa de 60 s), assegurando a união siloxana na monocamada (dois tratamentos de calor consecutivos, sendo um antes da água quente e um após) e eliminando as camadas externas de oligômeros frouxos (água fervente). Parece, de acordo com os resultados obtidos, que a aplicação potencializada do silano não tem um efeito tangível após 24 h. Contudo, os resultados pós-envelhecimento vão em favor da técnica. No tratamento C/S, o silano é aplicado por 20 s com o objetivo de prevenir a formação da camada de oligômeros frouxos, entretanto, isso pode não ter sido suficiente para criar uma monocamada densa capaz de suportar o processo de envelhecimento.

O banho em água fervente na técnica de aplicação potencializada do silano (C/S+) requer cuidado especial para evitar algum possível choque térmico em restaurações finas tais como facetas. Se não houver estresse residual interno (do processo de queima), a cerâmica não deve sofrer esse processo térmico. Condicionamento com AF, contudo, enfraquece significativamente a cerâmica<sup>46</sup> e pesquisas futuras devem explorar a propensão de trincas de porcelanas finas sujeitas a estresse térmico durante o banho em água fervente do silano, embora nenhuma trinca tenha sido observada nas fatias de 2 mm de espessura utilizadas na presente pesquisa. Outro parâmetro a ser explorado seria a diferença entre os tipos de cerâmicas, as cerâmicas manualmente confeccionadas, provavelmente

apresentam diferente estresse residual da queima e, portanto diferentes riscos de apresentar trincas.

Outra hipótese pode ser o fato de que a reação de condensação do silano continua com o tempo e pode ser mais resistente ao efeito de longos períodos de exposição à água, promovendo a estabilidade da camada interna do silano.

Com base nos resultados do presente estudo, a pesquisa original de Stangel et al. (1987)<sup>7</sup> ainda é válida e não deve-se recomendar a omissão da etapa de condicionamento com AF. Afirmações sobre o potencial risco de injúria da AF à saúde, quando não é manuseado devidamente é limitada hoje em dia devido à forma de apresentação em gel do ácido que permite aplicação mais precisa do produto. Além da toxicidade, o AF promove a formação de sais de sílica fluoretada insolúveis que pode influenciar na resistência de união resina-cerâmica e deve ser removida com banho em ultrassom.<sup>13,14</sup> Tentativas de eliminar a etapa de condicionamento com AF (grupos S e S+) confirmam a contribuição fundamental da retenção micromecânica. Esses resultados parecem estar em contraste com Hooshmand et al. (2002),<sup>4</sup> que encontraram que a aplicação potencializada do silano é capaz de promover durável resistência de união resina-cerâmica. Contudo, o efeito do condicionamento com AF associado à aplicação do silano não foi avaliado, além disso, a limpeza pós-condicionamento foi omitida ou não citada no artigo. Fabianelli et al. (2010)<sup>6</sup> também foram capazes de obter resultados semelhantes de resistência de união com IPS Empress (cerâmica reforçada por leucita) quando combinou o condicionamento com AF/silano seguido de ar quente ou aplicação do silano e ar quente sozinho. Contudo, Della Bona e Van Noort (1998)<sup>47</sup> encontraram que IPS Empress, diferente de EMAX, não é um substrato favorável para ser submetido ao condicionamento com AF. Além disso, a limpeza pós-condicionamento e o processo de envelhecimento não foram

realizados no estudo desenvolvido por Fabianelli et al. (2010).<sup>6</sup> A omissão do processo de envelhecimento pode não revelar a real contribuição do agente silano na resistência de união em longo período *in vivo*.<sup>48</sup>

O modo de falha, analisado por macrofotografia, mostrou 100 % de falha adesiva com EMAX (com todos os grupos). Isso explica a alta resistência coesiva do dissilicato de lítio. Por outro lado, VITA apresentou 100 % de falhas adesivas somente nos grupos onde o condicionamento com AF foi omitido (S e S+). Quando o condicionamento com AF foi aplicado a VITA e o processo de envelhecimento simulado realizado, falhas adesivas ainda foram encontradas exceto para o grupo C/S+, o único grupo neste estudo que apresentou 100 % de falhas coesivas após envelhecimento. Mesmo que isso represente uma fraqueza na metodologia desta pesquisa, ainda vai a favor da aplicação do silano em combinação com o condicionamento com AF.

Os resultados deste estudo estão limitados a um processo *in vitro* e a somente um agente silano. Sabendo que *primer* cerâmico, que incluem não somente o silano, mas também outros monômeros tais como o MDP e estão disponíveis no mercado e podem variar de um para o outro, estudos futuros devem focar nesses materiais, bem como em outros métodos práticos para realização da etapa de banho quente como o uso de um vapor de água.

## **Conclusões**

Para este estudo *in vitro*, pôde ser concluído que o método de aplicação do silano e o envelhecimento simulado afetaram significativamente os valores de SBS para feldspática e dissilicato de lítio. A combinação do condicionamento ácido com AF (incluindo a limpeza pós-condicionamento) e o jato de ar quente sobre a superfície silanizada provaram superioridade à



aplicação de um método sozinho. O condicionamento com AF como tratamento sozinho promoveu resultados superiores comparados à aplicação do silano sozinho. Além disso, os resultados revelaram que o método de aplicação potencializada do silano (água fervente) foi significativo para manter os altos valores de resistência de união resina-cerâmica CAD/CAM após envelhecimento simulado.

## Referências

- 1 Jardel V, Degrange M, Picard B, Derrien G. Surface energy of etched ceramic. *Int J Prosthodont.* 1999 Sep-Oct;12(5):415-8.
- 2 Nagayassu MP, Shintome LK, Uemura ES, Araújo JE. Effect of surface treatment on the shear bond strength of a resin-based cement to porcelain. *Braz Dent J.* 2006;17(4):290-5.
- 3 Ho GW, Matinlinna JP. Evaluation of the microtensile bond strength between resin composite and hydrofluoric acid etched ceramic in different storage media. *J Adhes Sci Technol* 2011;25:2671–85.
- 4 Hooshmand T, van Noort R, Keshvad A. Bond durability of the resin-bonded and silane treated ceramic surface. *Dent Mater.* 2002 Mar;18(2):179-88.
- 5 Filho AM, Vieira LC, Araújo E, Monteiro Júnior S. Effect of different ceramic surface treatments on resin microtensile bond strength. *J Prosthodont.* 2004 Mar;13(1):28-35.
- 6 Fabianelli A, Pollington S, Papacchini F, Goracci C, Cantoro A, Ferrari M, van Noort R. The effect of different surface treatments on bond strength between leucite reinforced feldspathic ceramic and composite resin. *J Dent.* 2010 Jan;38(1):39-43.
- 7 Stangel I, Nathanson D, Hsu CS. Shear strength of the composite bond to etched porcelain. *J Dent Res.* 1987 Sep;66(9):1460-5.
- 8 Sorensen JA, Engelman MJ, Torres TJ, Avera SP. Shear bond strength of composite resin to porcelain. *Int J Prosthodont.* 1991 Jan-Feb;4(1):17-23.

- 9 Roulet JF, Söderholm KJ, Longmate J. Effects of treatment and storage conditions on ceramic/composite bond strength. *J Dent Res.* 1995 Jan;74(1):381-7.
- 10 Spohr AM, Sobrinho LC, Consani S, Sinhoreti MA, Knowles JC. Influence of surface conditions and silane agent on the bond of resin to IPS Empress 2 ceramic. *Int J Prosthodont.* 2003 May-Jun;16(3):277-82.
- 11 Meldrum M. Toxicology of hydrogen fluoride in relation to major accident hazards. *Regul Toxicol Pharmacol.* 1999 Oct;30(2 Pt 1):110-6.
- 12 Ozcan M, Allahbeickaraghi A, Dündar M. Possible hazardous effects of hydrofluoric acid and recommendations for treatment approach: a review. *Clin Oral Investig.* 2012 Feb;16(1):15-23.
- 13 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.
- 14 Belli R, Guimarães JC, Filho AM, Vieira LC. Post-etching cleaning and resin/ceramic bonding: microtensile bond strength and EDX analysis. *J Adhes Dent.* 2010 Aug;12(4):295-303.
- 15 Shen C, Oh WS, Williams JR. Effect of post-silanization drying on the bond strength of composite to ceramic. *J Prosthet Dent.* 2004 May;91(5):453-8.
- 16 Monticelli F, Toledano M, Osorio R, Ferrari M. Effect of temperature on the silane coupling agents when bonding core resin to quartz fiber posts. *Dent Mater.* 2006 Nov;22(11):1024-8.
- 17 Papacchini F, Monticelli F, Hasa I, Radovic I, Fabianelli A, Polimeni A, Ferrari M. Effect of air-drying temperature on the effectiveness of silane primers and coupling blends in the repair of a microhybrid resin composite. *J Adhes Dent.* 2007 Aug;9(4):391-7.
- 18 Queiroz JR, Benetti P, Ozcan M, de Oliveira LF, Della Bona A, Takahashi FE, Bottino MA. Surface characterization of feldspathic ceramic using ATR FT-IR and ellipsometry after various silanization protocols. *Dent Mater.* 2012 Feb;28(2):189-96.

- 19 Schrader ME, Radioisotopic studies of bonding at the interface. *J Adhes* 1970;2:202-12. (abstract)
- 20 Pashley DH, Carvalho RM, Sano H, Nakajima M, Yoshiyama M, Shono Y, Fernandes CA, Tay F. The microtensile bond test: a review. *J Adhes Dent*. 1999 Winter;1(4):299-309.
- 21 Sano H, Shono T, Sonoda H, Takatsu T, Ciucchi B, Carvalho R, Pashley DH. Relationship between surface area for adhesion and tensile bond strength--evaluation of a micro-tensile bond test. *Dent Mater*. 1994 Jul;10(4):236-40.
- 22 Perdigão J, Gomes G, Gondo R, Fundingsland JW. In vitro bonding performance of all-in-one adhesives. Part I--microtensile bond strengths. *J Adhes Dent*. 2006 Dec;8(6):367-73.
- 23 Sadek FT, Cury AH, Monticelli F, Ferrari M, Cardoso PE. The influence of the cutting speed on bond strength and integrity of microtensile specimens. *Dent Mater*. 2005 Dec;21(12):1144-9.
- 24 Goracci C, Sadek FT, Monticelli F, Cardoso PE, Ferrari M. Influence of substrate, shape, and thickness on microtensile specimens' structural integrity and their measured bond strengths. *Dent Mater*. 2004 Sep;20(7):643-54.
- 25 Ferrari M, Goracci C, Sadek F, Eduardo P, Cardoso C. Microtensile bond strength tests: scanning electron microscopy evaluation of sample integrity before testing. *Eur J Oral Sci*. 2002 Oct;110(5):385-91.
- 26 Ishikawa A, Shimada Y, Foxton RM, Tagami J. Micro-tensile and micro-shear bond strengths of current self-etch adhesives to enamel and dentin. *Am J Dent*. 2007 Jun;20(3):161-6. (abstract)
- 27 Beloica M, Goracci C, Carvalho CA, Radovic I, Margvelashvili M, Vulicevic ZR, Ferrari M. Microtensile vs microshear bond strength of all-in-one adhesives to unground enamel. *J Adhes Dent*. 2010 Dec;12(6):427-33.
- 28 El Zohairy AA, Saber MH, Abdalla AI, Feilzer AJ. Efficacy of microtensile versus microshear bond testing for evaluation of bond strength of dental adhesive systems to enamel. *Dent Mater*. 2010 Sep;26(9):848-54.
- 29 Gale MS, Darvell BW. Thermal cycling procedures for

laboratory testing of dental restorations. *J Dent.* 1999 Feb;27(2):89-99.

30 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.

31 Della Bona A, Shen C, Anusavice KJ. Work of adhesion of resin on treated lithia disilicate-based ceramic. *Dent Mater.* 2004 May;20(4):338-44.

32 Osorio R, Castillo-de Oyagüe R, Monticelli F, Osorio E, Toledano M. Resistance to bond degradation between dual-cure resin cements and pre-treated sintered CAD-CAM dental ceramics. *Med Oral Patol Oral Cir Bucal.* 2012 Jul 1;17(4):e669-77.

33 Liu Q, Meng X, Yoshida K, Luo X. Bond degradation behavior of self-adhesive cement and conventional resin cements bonded to silanized ceramic. *J Prosthet Dent.* 2011 Mar;105(3):177-84.

34 Peumans M, Hikita K, De Munck J, Van Landuyt K, Poitevin A, Lambrechts P, Van Meerbeek B. Bond durability of composite luting agents to ceramic when exposed to long-term thermocycling. *Oper Dent.* 2007 Jul-Aug;32(4):372-9.

35 Besek M, Mörmann WH, Persi C, Lutz F. [The curing of composites under Cerec inlays]. *Schweiz Monatsschr Zahnmed.* 1995;105(9):1123-8. Abstract.

36 Daronch M, Rueggeberg FA, De Goes MF. Monomer conversion of pre-heated composite. *J Dent Res.* 2005 Jul;84(7):663-7.

37 Daronch M, Rueggeberg FA, De Goes MF, Giudici R. Polymerization kinetics of pre-heated composite. *J Dent Res.* 2006 Jan;85(1):38-43.

38 Wagner WC, Aksu MN, Neme AM, Linger JB, Pink FE, Walker S. Effect of pre-heating resin composite on restoration microleakage. *Oper Dent.* 2008 Jan-Feb;33(1):72-8.

39 Fróes-Salgado NR, Silva LM, Kawano Y, Francci C, Reis A, Loguercio AD. Composite pre-heating: effects on marginal adaptation, degree of conversion and mechanical properties.

Dent Mater. 2010 Sep;26(9):908-14.

40 Lucey S, Lynch CD, Ray NJ, Burke FM, Hannigan A. Effect of pre-heating on the viscosity and microhardness of a resin composite. J Oral Rehabil. 2010 Apr;37(4):278-82.

41 Mundim FM, Garcia Lda F, Cruvinel DR, Lima FA, Bachmann L, Pires-de-Souza F de C. Color stability, opacity and degree of conversion of pre-heated composites. J Dent. 2011 Jul;39 Suppl 1:e25-9.

42 Deb S, Di Silvio L, Mackler HE, Millar BJ. Pre-warming of dental composites. Dent Mater. 2011 Apr;27(4):e51-9.

43 Yen TW, Blackman RB, Baez RJ. Effect of acid etching on the flexural strength of a feldspathic porcelain and a castable glass ceramic. J Prosthet Dent. 1993 Sep;70(3):224-33.

44 [www.gelest.com](http://www.gelest.com) Novembro, 2011 às 14:00h.

45 Newburg R, Pameijer CH. Composite resins bonded to porcelain with silane solution. J Am Dent Assoc. 1978 Feb;96(2):288-91.

46 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.

47 Della Bona A, van Noort R. Ceramic surface preparations for resin bonding. Am J Dent. 1998 Dec;11(6):276-80.

48 Pratt RC, Burgess JO, Schwartz RS, Smith JH. Evaluation of bond strength of six porcelain repair systems. J Prosthet Dent. 1989 Jul;62(1):11-3.

Artigo III

## **Efeito do método de aplicação do silano na resistência de união resina-cerâmica**

### **Resumo**

Objetivo: Avaliar o efeito do método de aplicação do silano na resistência de união (SBS) resina-cerâmica. Material e método: Dez fatias de 2 mm de espessura de cerâmica de dissilicato de lítio (IPS e.max CAD, Ivoclar Vivadent) foram cristalizadas, incluídas em resina acrílica e polidas em papel de lixa SiC # 400 e # 600. A superfície de cada bloco foi limpa e alocada aleatoriamente em 5 grupos; C/S: condicionamento com ácido fluorídrico (AF) seguido de aplicação do silano (20 s), jato de ar e ar quente (20 s); C/S2: condicionamento com AF, seguido de duas aplicações consecutivas do silano (20 s + 20 s) com jato de ar e ar quente (20 s) entre as aplicações; C/S3: condicionamento com AF, seguido de três aplicações consecutivas do silano (20 s + 20 s + 20 s) com jato de ar e ar quente (20 s) entre as aplicações; C/S+: condicionamento com AF seguido de aplicação do silano por 60 s, jato de ar e ar quente (20 s), banho em água fervente (15 s) e jato de ar quente (20 s); C/S+s: condicionamento com AF, seguido de aplicação do silano por 60 s, jato de ar e ar quente (20 s), aplicação do com vapor de água (10 s), seguido de jato de ar quente (20 s). Cilindros de resina composta (n=12/grupo) (Z100, 3M ESPE) foram confeccionados sobre superfície cerâmica após aplicação da resina hidrofóbica (Optibond FL adesivo, Kerr). O teste SBS foi realizado após 24 h de armazenamento em água destilada. Resultados: As médias dos valores de resistência de união formam significativamente diferentes: C/S (21.06 MPa) > C/S2 (14.10 MPa) = C/S3 (15.74 MPa) = C/S+ (15.93 MPa) = C/S+s (14.11 MPa). Conclusões: A reaplicação do silano reduz a resistência de união em teste imediato (24 h).

**Palavras-Chave:** Ácido fosfórico; Cerâmica; Silanos.

## Introdução

Adesão de cerâmica à base de sílica implica em dois principais processos: mecânico e químico.<sup>1-3</sup> O condicionamento com ácido fluorídrico (AF) é capaz de remover seletivamente a fase vítrea da cerâmica criando retenções micromecânicas na superfície condicionada.<sup>4</sup> A adesão química é obtida pelo agente silano, um monômero bi-funcional que pode ligar dois substratos de origens diferentes, orgânico e inorgânico.<sup>5</sup> Alguns fatores podem influenciar a eficiência do silano tal como o tipo e a quantidade de grupos siloxanos saturados na superfície da cerâmica. Quando o agente silano é aplicado na cerâmica, múltiplas camadas são formadas.<sup>6</sup> Próximo ao substrato, o silano é mais uniforme (monocamada) e é capaz de promover união covalente (*chemisorptions*). A camada do meio apresenta uma mistura de oligômeros frouxos (*physisorption*), mas também apresenta algumas ligações covalentes de oligômeros.<sup>6,7</sup> A camada mais externa é caracterizada por oligômeros pequenos e frouxos, que representa uma interface de adesão fraca. Para ter acesso a camada mais interna (monocamada), alguns procedimentos têm sido propostos, incluindo o jato de ar quente para consolidar o processo de condensação (união covalente)<sup>8-11</sup> e banho em água fervente,<sup>6</sup> para remover a camada fraca (*physisorbed*). Além da aplicação potencializada, por meio de ar quente e banho em água fervente, o tempo em que o silano é ativado na superfície da cerâmica (60 s) é necessário para que haja saturação de grupos siloxanos e também para promover uma rede tridimensional densa de silano com união covalente. A principal questão está relacionada ao método para atingir os 60s de aplicação do silano. Portanto, foi proposto nesta pesquisa foi avaliar esses diferentes protocolos de aplicação e seu efeito na resistência de união resina-cerâmica. A hipótese nula testada foi de que nenhuma diferença seria encontrada nos diferentes métodos de aplicação do silano.



## Material e Método

Dez fatias de 2 mm de espessura de cerâmica de dissilicato de lítio (EMAX; IPS e.max CAD, Ivoclar Vivadent, AG, Schann, Liechtenstein) foram obtidas pelo seccionamento de blocos de CAD/CAM com disco diamantado sobre refrigeração (Isomet, Buehler, Lake Bluff, IL, EUA). As fatias foram cristalizadas em forno (Austromat 624; DEKEMA Dental-Keramiköfen GmgH, Freilassing, Alemanha) seguindo as instruções do fabricante. Todas as fatias foram incluídas em resina acrílica e polidas em lixa de papel de SiC # 400 e # 600 sob refrigeração. As superfícies de todas as fatias foram limpas em banho de ultrassom com água destilada por 5 min. Cinco métodos de tratamento de superfície foram aplicados: C/S – condicionamento ácido com AF a 5 % (IPS Ceramic Etching Gel, Ivoclar Vivadent) por 20 s, lavado por 60 s com jato de ar/água, seguido de limpeza pós-condicionamento com banho de ultrassom por 2 min e aplicação do silano com pincel (Silane, Ultradent, South Jordan, Utah) por 20 s, jato de ar por 20 s e ar quente por 20 s a 60 °C (com secador de cabelo a 10 cm de distância da superfície); C/S2 – condicionamento com AF como descrito acima, seguido de duas aplicações do silano (20 s + 20 s), entre as aplicações o silano recebeu jato de ar por 20 s e ar quente por 20 s; C/S3 – condicionamento com AF como descrito acima, seguido de aplicação do silano por três vezes (20 s + 20 s + 20 s) com jato de ar (20 s) e ar quente (20 s) entre as três aplicações do silano; C/S+ – condicionamento com AF como descrito acima, seguido de aplicação do silano por 60 s, jato de ar (20 s) e ar quente (20 s), banho em água fervente por 15 s seguido de mais 20 s de jato de ar quente; C/S+s – mesmo como descrito para C/S+, entretanto o vapor de água por 10 s foi utilizado no lugar da água fervente.

A resina hidrofóbica (Optibond FL, Kerr Corp, Orange, CA, EUA) foi aplicado na cerâmica, e a resina composta Z100

(3M ESPE) foi inserida em um molde cilíndrico em incrementos de aproximadamente 1,8 mm cada, utilizando para isso um pequeno condensador de resina. Cada incremento foi fotopolimerizado por 20 s (Valo, Ultradent) a  $1000 \text{ mW/cm}^2$ . Seis cilindros de resina composta (diâmetro: 2.4mm) foram confeccionados em cada fatia cerâmica, resultando em 12 espécimes por grupos. Os espécimes foram armazenados em água destilada por 24h e posteriormente submetidos ao teste SBS (Shear Bond Tester; Bisco Inc., Schaumburg, IL) com uma carga rampante de 43.8 kgf/min. O modo de falha foi analisado com macrofotografias. O modo de falha, adesivo (fratura que envolve a interface adesivo-resina composta ou; a interface adesivo-cerâmica), misto (fratura que envolve ambos os substratos) e coesivo fratura que envolva apenas um dos substratos).

Amostras extras, de cada grupo, foram realizadas para análise em MEV.

A média de resistência de união e o desvio-padrão foram calculados para todos os grupos. A análise estatística foi realizada utilizando análise de variância ANOVA 1 Fator. O teste Tukey HSD foi utilizado para comparação *post hoc* pareada. O nível de significância adotado para todas as análises foi  $\leq 0.05$  ( $p < 0.05$ ) (Tabela 1).

## Resultados

Os valores das médias de todos os grupos estão presentes na Tabela 2. O grupo C/S apresentou valores de SBS significativamente maiores comparados aos outros grupos (21.06 MPa). Nenhuma diferença estatística foi observada entre os grupos C/S2, C/S3, C/S+ e C/S+s (14.10 - 15.93 MPa).

A análise em MEV demonstrou para os grupos C/S, C/S2 e C/S3 (Figuras 1 a, b e c), uma superfície lisa recoberta pelo

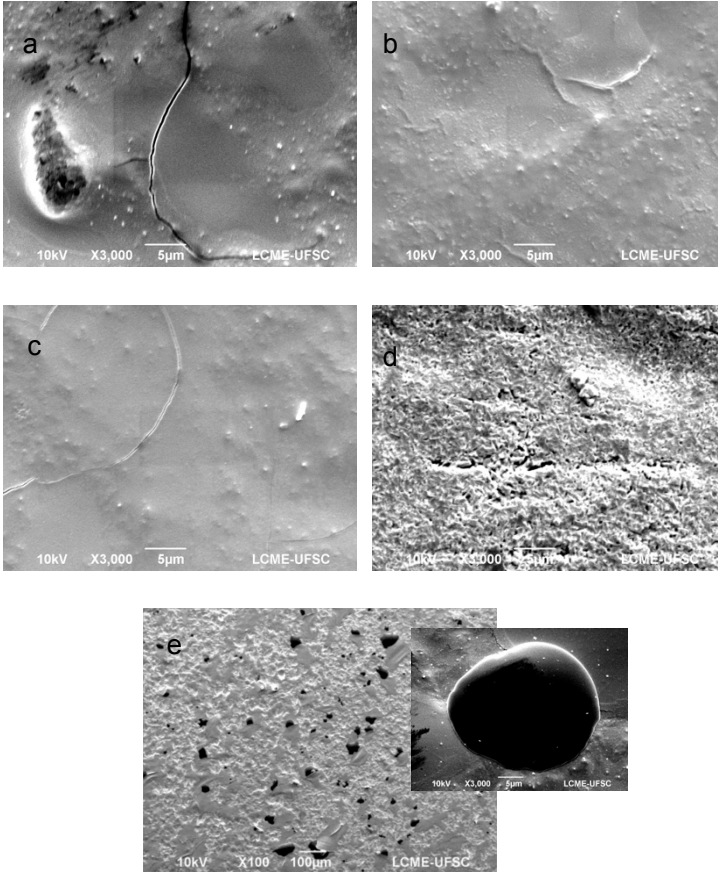
silano. Para o grupo C/Ss+ (Figura 1 d), foi observado uma superfície irregular, com superfícies onde o silano foi removido, pelo vapor de água. Para o grupo C/S+ (Figura 1 e), foi observado pontos escurecidos, identificados como Si, pela análise em EDX. Para todos os grupos (C/S; C/S2; C/S3; C/S+ e C/Ss+) o modo de falha analisado foi 100% adesiva.

**Tabela 1- ANOVA 1 Fator para os grupos experimentais.**

Fonte	DF	SS	MS	F	Prob.>F	Omega quadrado
Grupos	4	391,58	97,89	9,26	0,00	0,36
Dentro dos grupos	55	581,14	10,57			
Total	59	972,72				

**Tabela 2- Média e desvio padrão dos dados de resistência de união ao cisalhamento (MPa) dos grupos experimentais.**

Grupos	Média(DP)
C/S	21,06 (4,06)a
C/S2	14,10 (3,95)b
C/S3	15,74 (2,72)b
C/S+	15,93 (2,53)b
C/S+s	14,11 (2,64)b



**Fig 1-** MEV dos grupos experimentais (a-C/S; b- C/S2; c- C/S3; d- C/S+) aumento de 3,000x. Para e-C/S+s, aumento de 100x e figura em destaque 3000x.

## Discussão

A hipótese nula foi rejeitada, uma vez que, a resistência de união por SBS foi significativamente mais alta para o grupo C/S comparado aos outros grupos.

O silano é um monômero bi-funcional que permite a ligação entre dois substratos de origem diferentes, orgânico e inorgânico.<sup>5</sup> Apesar do silano apresentar uma composição semelhante dentre as inúmeras marcas comerciais disponíveis, as instruções de sua aplicação variam de acordo com o fabricante. O tempo de aplicação pode variar de 5 s a 1 min e, em alguns casos o fabricante indica a aplicação de duas camadas do silano.

Nesta pesquisa, a reaplicação do silano não mostrou ser eficiente, talvez devido a sobressaturação do substrato cerâmico. Uma hipótese é de que mais oligômeros frouxos na camada intermediária e externa do silano tenham sido formados, enfraquecendo assim a resistência de união dos grupos de reaplicação do silano. O banho com água fervente têm sido proposto como método de expor a monocamada e eliminar as camadas mais externas.<sup>6,7</sup> neste estudo, foi também sugerido o uso de um vapor de água no lugar da água fervente. Os resultados demonstraram que o vapor e água também pode ser utilizado como método para remover as camadas mais externas formadas pela aplicação do silano.

Nesta pesquisa, o teste de SBS foi realizado após o armazenamento em água por um período de 24 h, futuras pesquisas devem focar seus estudos na reaplicação do silano a longo prazo e seu efeito na resistência de união.

## **Conclusão**

A reaplicação do silano e o método de aplicação potencializada do silano (tanto com água fervente quanto com vapor de água), podem influenciar negativamente a resistência de união resina-cerâmica em teste imediato (24 h).

## Referências

- 1 Jardel V, Degrange M, Picard B, Derrien G. Surface energy of etched ceramic. *Int J Prosthodont*. 1999 Sep-Oct;12(5):415-8.
- 2 Nagayassu MP, Shintome LK, Uemura ES, Araújo JE. Effect of surface treatment on the shear bond strength of a resin-based cement to porcelain. *Braz Dent J*. 2006;17(4):290-5.
- 3 Ho GW, Matinlinna JP. Evaluation of the microtensile bond strength between resin composite and hydrofluoric acid etched ceramic in different storage media. *J Adhes Sci Technol* 2011;25:2671–85.
- 4 Della Bona A, van Noort R. Ceramic surface preparations for resin bonding. *Am J Dent*. 1998 Dec;11(6):276-80.
- 5 Roulet JF, Söderholm KJ, Longmate J. Effects of treatment and storage conditions on ceramic/composite bond strength. *J Dent Res*. 1995 Jan;74(1):381-7.
- 6 Hooshmand T, van Noort R, Keshvad A. Bond durability of the resin-bonded and silane treated ceramic surface. *Dent Mater*. 2002 Mar;18(2):179-88.
- 7 Queiroz JR, Benetti P, Ozcan M, de Oliveira LF, Della Bona A, Takahashi FE, Bottino MA. Surface characterization of feldspathic ceramic using ATR FT-IR and ellipsometry after various silanization protocols. *Dent Mater*. 2012 Feb;28(2):189-96. Epub 2011 Oct 27.
- 8 Papacchini F, Monticelli F, Hasa I, Radovic I, Fabianelli A, Polimeni A, Ferrari M. Effect of air-drying temperature on the effectiveness of silane primers and coupling blends in the repair of a microhybrid resin composite. *J Adhes Dent*. 2007 Aug;9(4):391-7.
- 9 Fabianelli A, Pollington S, Papacchini F, Goracci C, Cantoro A, Ferrari M, van Noort R. The effect of different surface treatments on bond strength between leucite reinforced feldspathic ceramic and composite resin. *J Dent*. 2010 Jan;38(1):39-43.

10 Shen C, Oh WS, Williams JR. Effect of post-silanization drying on the bond strength of composite to ceramic. *J Prosthet Dent.* 2004 May;91(5):453-8.

11 Monticelli F, Toledano M, Osorio R, Ferrari M. Effect of temperature on the silane coupling agents when bonding core resin to quartz fiber posts. *Dent Mater.* 2006 Nov;22(11):1024-8.

Artigo IV



# **Efeito da aplicação de uma resina hidrofóbica na resistência de união à restauração resina-cerâmica**

## **Resumo**

Objetivo: Avaliar o efeito da não aplicação de uma resina hidrofóbica na resistência de união à restauração cerâmica associada a diferentes compósitos. Material e Método: Quarenta fatias de IPS e.max CAD (Ivoclar Vivadent) foram sinterizadas e aleatoriamente alocadas em 5 grupos: C: condicionamento com ácido fluorídrico (AF); C/S: condicionamento com AF seguido da aplicação do silano por 20 s e jato de ar quente (20 s); C/S+: condicionamento com AF seguido da aplicação do silano por 60 s, jato de ar quente (20 s) e água fervendo (15 s); S: aplicação do silano por 20 s e jato de ar quente (20 s) S+: aplicação do silano por 60 s, jato de ar quente (20 s) e água fervendo (15 s). Uma resina hidrofóbica (AD; Optibond FL frasco #2) foi aplicado em metade dos espécimes de cada grupo. Os cilindros para o teste de cisalhamento foram confeccionados com resina composta (RC) ou resina *flow* (FL) e testados após 24 h de armazenamento em água destilada. Resultados: Os grupos CS e CS+, com AD/FL e CS com AD/RC, apresentaram os maiores valores de SBS (22,05; 18,91 e 21,06 MPa respectivamente). O valor mais baixo de resistência de união foi observado quando o silano foi aplicado sozinho, independente da aplicação da resina hidrofóbica, ou do material cimentante (0,65 - 5,55 MPa). Quando o AD não foi aplicado, a resina *flow* apresentou maior resistência de união, comparada à resina composta, nos grupos CS e CS+. Conclusão: O uso de uma resina hidrofóbica em cerâmicas condicionadas e silanizadas é importante para obter alto valor de resistência de união ao cisalhamento, principalmente quando uma resina composta é utilizada.

**Palavras-Chave:** Adesivos; Resinas Compostas, Silanos.

## Introdução

A adesão a cerâmicas à base de sílica é obtida pelo condicionamento com ácido fluorídrico (AF), com o objetivo de criar retenções micromecânicas (pela dissolução seletiva da fase vítrea)<sup>1</sup> e também pela silanização (por meio de um agente químico).<sup>2,3</sup> Para eliminar água, solventes e subprodutos do silano, é necessário um jato de ar quente, permitindo uma completa reação de condensação.<sup>4-7</sup> Contudo, após a aplicação do silano são formadas múltiplas camadas na superfície da cerâmica, incluindo uma camada de oligômeros frouxos (*physisorbed e chemisorbed* regiões de oligômeros) que pode ser facilmente hidrolisada. Caso essa camada não seja removida, ela pode afetar negativamente a durabilidade da adesão. Sabendo disso, Hooshmand et al. (2002)<sup>8</sup> propuseram a remoção das camadas externas do silano com a aplicação de banho em água fervendo seguido de jato de ar quente.

Em relação aos procedimentos de cimentação, o cimento resinoso pode ser aplicado diretamente à superfície da cerâmica condicionada e silanizada. Alguns clínicos evitam a aplicação do sistema adesivo na cerâmica, pelo fato da espessura poder alterar a adaptação e selamento da restauração. O objetivo da aplicação do sistema adesivo, seria a infiltração nas microrretenções criadas pelo condicionamento com AF. A não realização dessa etapa pode afetar os valores de resistência de união adesiva.<sup>9,10</sup> Outro fator importante é a escolha do agente cimentante, que parece influenciar não somente na resistência de união adesiva, mas também no processo de degradação.<sup>11,12</sup> A resina composta utilizada como material restaurador pode apresentar diversas vantagens sobre o cimento resinoso tais como resistência à degradação e estabilidade de cor<sup>13-20</sup> e também pode atuar como um material de reparo durante a cimentação em casos onde houverem pequenas trincas na

margem.<sup>21</sup> Contudo, a viscosidade da resina composta é maior comparada a do cimento resinoso, devido ao alto conteúdo de carga e por isso, talvez não fosse capaz de penetrar nas microrretenções da cerâmica condicionada.

O objetivo desta pesquisa foi avaliar o efeito da aplicação de uma camada de resina hidrofóbica antes do posicionamento da restauração cerâmica com diferentes agentes cimentantes, resina composta ou resina *flow*. A primeira hipótese nula testada foi de que a aplicação ou não da resina hidrofóbica não afeta a resistência de união. A segunda hipótese nula testada foi de que o agente cimentante não faz diferença na resistência de união.

## **Material e Método**

Quarenta fatias (14 x 16 x 2 mm) de cerâmica de dissilicato de lítio (EMAX; IPS e.max CAD, Ivoclar Vivadent, AG, Schann, Liechtenstein) foram obtidas pelo seccionamento de blocos CAD/CAM com disco diamantado, em baixa velocidade e sob refrigeração (Isomet, Buehler, Lake Bluff, IL, EUA). As fatias foram cristalizadas em forno para cerâmica (Austromat 624; DEKEMA Dental-Keramiköfen GmgH, Freilassing, Alemanha) seguindo as orientações do fabricante. Todas as fatias foram incluídas em resina acrílica (Palapress; Heraeus Kulzer, Hanau, Alemanha) e polidas com lixa de papel de SiC # 400 e # 600 sob refrigeração. A superfície de todas as fatias foram limpas em banho de ultrassom com água destilada por 5 min. Cinco métodos de tratamento de superfície foram aplicados: C – condicionamento com AF a 5 % (IPS Ceramic Etching Gel, Ivoclar Vivadent) por 20 s, limpeza com jato de ar/água por 60 s seguido de limpeza pós-condicionamento com banho de ultrassom por 2 min; C/S – condicionamento com AF a 5 % como descrito acima, aplicação do silano (Silane, Ultradent, South

Jordan, Utah) por 20 s jato de ar por 20 s, jato de ar quente 60 °C (com secador de cabelo a uma distância de 10 cm), por 20 s; C/S+ – condicionamento com AF a 5 % como descrito acima, aplicação do silano por 60 s, jato de ar por 20 s, jato de ar quente por 20 s a 60 °C, banho em água fervente por 15 s e mais 20 s de jato de ar quente; S – nenhum condicionamento ácido, aplicação do silano por 20 s seguido de jato de ar por 20 s e jato de ar quente por 20 s a 60 °C ou S+ – nenhum condicionamento ácido, aplicação do silano por 60s, jato de ar por 20 s, jato de ar quente a 60 °C por 20 s, banho em água fervente por 15 s e mais 20 s de jato de ar quente.

Os espécimes foram posicionados em um dispositivo contendo um molde de teflon (Ultradent Jig) com uma área de adesão de 0.04448 cm<sup>2</sup>. Metade de cada grupo recebeu uma camada de resina hidrofóbica (Optibond FL frasco #2), sem a fotoativação prévia e, na outra metade nenhuma camada de resina hidrofóbica foi aplicado. Os cilindros foram confeccionados com resina composta (Z100 cor A2, 3M ESPE), inserindo dois incrementos de aproximadamente 1,8mm cada, ou com resina *flow* (Filtek Supreme Ultra cor A2, 3M ESPE). A fotopolimerização foi realizada por 20 s/incremento (Valo, Ultradent) a 1000 mW/cm<sup>2</sup>. Seis cilindros foram confeccionados em cada fatia cerâmica, resultando em 12 cilindros por grupo. O teste foi realizado após 24 h de armazenamento em água destilada. Todos os espécimes foram submetidos ao teste de cisalhamento - SBS (Shear Bond Tester; Bisco Inc., Schaumburg, IL) com uma carga rampante de 43.8/kgf por minuto. O modo de falha foi analisado por macrofotografias (Nikon D60 e lente Sigma 105 mm). O modo de falha, adesivo (fratura que envolve a interface adesivo-resina composta ou; a interface adesivo-cerâmica), misto (fratura que envolve ambos os substratos) e coesivo fratura que envolva apenas um dos substratos).

A média de resistência de união e desvio padrão foi calculada para todos os grupos. A análise estatística foi realizada ANOVA 2 Fatores. O teste Tukey HSD foi utilizado para analisar as médias de cada grupo. O nível de significância adotado foi de  $\leq 0.05$  ( $p < 0.05$ ) (Tabela 1).

Amostras adicionais de cada grupo foram confeccionadas e seccionadas na transversal para análise da interface em MEV.

## Resultados

Todas as médias de SBS estão presentes na Tabela 2. Os maiores valores de SBS foram obtidos nos grupos C/S e C/S+ com aplicação da resina hidrofóbica, com a resina *flow* e para o grupo C/S quando a resina composta foi utilizada como agente cimentante. Os menores valores foram observados nos grupos S e S+, independente da aplicação ou não da resina hidrofóbica e do agente cimentante. Não houve diferença estatística significativa entre os grupos C, C/S e C/S+, quando a camada adesiva não foi aplicada, independente do agente cimentante utilizado. A comparação entre a aplicação ou não da resina hidrofóbica mostrou diminuição significativa dos valores de SBS para os grupos C/S e C/S+, enquanto que para C não houve diferença significativa.

As amostras analisadas em MEV, demonstraram uma continuidade de superfície, quando a resina hidrofóbica foi previamente aplicada, independente do agente cimentante utilizado, resina composta ou flow (Figuras 1 a e 2 a). Quando a resina hidrofóbica não foi utilizada, foi observado uma descontinuidade, entre agente cimentante e cerâmica, sendo mais discrepante para resina composta (Figura 1 b e 2 b).

O modo de falha foi 100% para todos os grupos experimentais, independente da aplicação do sistema adesivo e do agente cimentante utilizado.

Tabela 1- ANOVA 2 Fatores para os grupos experimentais.

Fonte	DF	SS	MS	F	PROB>F	Omega quadrado
Entre tratamentos	9	9877,959	1097,551	94,160	0,000	0,734
Entre Resina Composta e Resina Flow	1	242,225	20,781	20,781	0,000	0,017
Interação	9	626,287	5,970	5,970	0,000	0,039
Dentre grupos	220	2564,362				
Total	239	13310,833				

Tabela 2- Diferentes letras minúsculas na mesma coluna apresentam diferença estatística. Diferentes letras maiúsculas na mesma linha apresentam diferença estatística.

Tratamentos	Resina Composta	Resina Flow
C	15,15bA	13,13bA
C/S	21,06aB	18,91aB
C/S+	15,93bC	22,05aD
S	4,32dE	4,85dE
S+	3,92dF	5,55dF
C (Sem adesivo)	11,79bcG	11,04bG
C/S (Sem adesivo)	10,88bcH	17,22bcI
C/S+(Sem adesivo)	10,13cJ	17,01bcK
S(Sem adesivo)	0,65dL	3,31dL
S+(Sem adesivo)	1,53dM	2,41dM

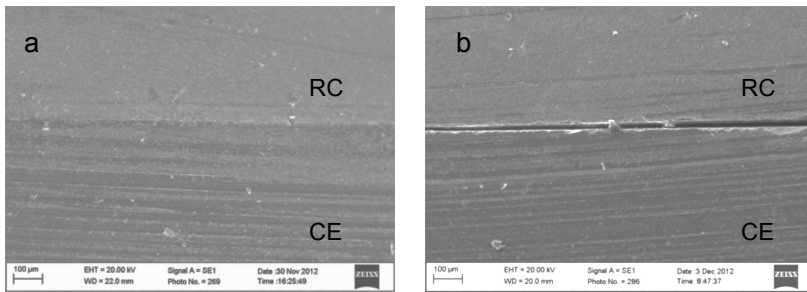


Fig 1- MEV de uma seção transversal da área de cimentação do grupo C/S. Interface de resina composta - RC (Z100, 3M ESPE), no topo, e cerâmica - CE, na base, com a aplicação de uma camada adesiva (aumento de 200x) (a) e sem a aplicação da resina hidrofóbica (b).

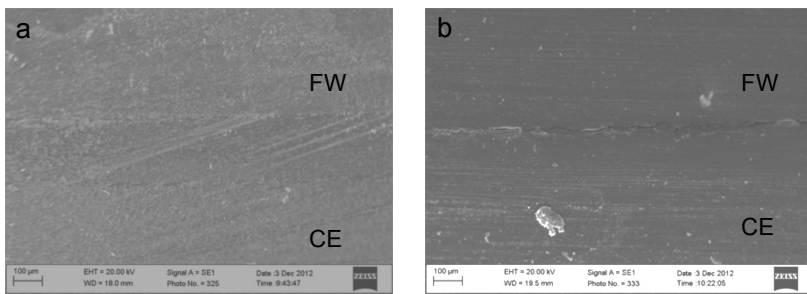


Fig 2- MEV de uma seção transversal da área de cimentação do grupo C/S. Interface de resina *flow* – FW (Filtek Supreme Ultra, 3M ESPE), no topo, e cerâmica - CE, na base, com a aplicação de uma camada adesiva (aumento de 200x) (a) e sem a aplicação da resina hidrofóbica (b).

## Discussão

As duas hipóteses nulas foram rejeitadas uma vez que a aplicação da resina hidrofóbica e o tipo de agente cimentante influenciaram na resistência de união SBS. Os resultados mostraram que o condicionamento ácido sozinho promoveu semelhantes valores de resistência de união SBS, com ou sem a aplicação da resina hidrofóbica, o que pode ser possível devido

ao embricamento criado entre a resina hidrofóbica e/ou o agente cimentante e as microrretenções da cerâmica condicionada.<sup>22</sup> Apesar de apresentar valores de resistência de união aceitáveis, a associação entre o tratamento mecânico, por meio do condicionamento ácido e o tratamento químico, por meio da aplicação do silano, demonstrou ser importante para a obtenção de maiores valores de resistência de união adesiva entre cerâmica e agente cimentante.

A aplicação de uma resina hidrofóbica proporcionou maior infiltração nas irregularidades da superfície cerâmica condicionada corroborando com os achados de Naves et al. (2010) (Figuras 1a; 2b).<sup>9</sup> Por outro lado, Passos et al. (2008),<sup>10</sup> não obtiveram melhores resultados com a aplicação do sistema adesivo previamente a aplicação do agente cimentante, talvez essa divergência de resultados pode ser devido aos diferentes materiais utilizados para a pesquisa. Nesse contexto, a resina hidrofóbica parece ser indispensável para promover melhor molhabilidade na superfície cerâmica condicionada e silanizada, além de infiltrar nas microrretenções, garantindo um embricamento adesivo.<sup>9,22</sup> A omissão dessa etapa gera insuficiente penetração do agente cimentante nos microporos e conseqüente diminuição da resistência de união adesiva (Fig 1b; 2b).<sup>23</sup> Os espaços que não foram preenchidos podem agir como uma área de concentração de estresse quando submetidas à carga mecânica, uma vez que a resina hidrofóbica age como um amortecedor.<sup>24</sup>

Os baixos valores de resistência de união obtida com silano sozinho, independente do agente cimentante e da camada adesiva, podem ser explicados pela ausência de retenções na superfície, mostrando que o tratamento químico sozinho não foi suficiente para obter alta resistência de união SBS. Em relação ao agente cimentante, a similaridade dos valores de resistência entre resina composta e resina *flow* pode ser explicado pelo fato



desta pesquisa não ter utilizado nenhuma carga durante a aplicação do agente cimentante. A aplicação de uma carga poderia promover maior penetração da resina nas retenções promovidas pelo condicionamento.

Este estudo foi restrito a alguns materiais e não avaliou a resistência de união a longo tempo, dessa forma, são sugeridos mais estudos que foquem os diferentes agentes cimentantes e sua degradação com o tempo.

## **Conclusão**

O uso de uma resina hidrofóbica em cerâmicas condicionadas e silanizadas é importante para obter alto valor de resistência de união por cisalhamento, principalmente quando uma resina composta é utilizada.

## **Referências**

- 1 Della Bona A, van Noort R. Ceramic surface preparations for resin bonding. *Am J Dent.* 1998 Dec;11(6):276-80.
- 2 Roulet JF, Söderholm KJ, Longmate J. Effects of treatment and storage conditions on ceramic/composite bond strength. *J Dent Res.* 1995 Jan;74(1):381-7.
- 3 Jardel V, Degrange M, Picard B, Derrien G. Surface energy of etched ceramic. *Int J Prosthodont.* 1999 Sep-Oct;12(5):415-8.
- 4 Monticelli F, Toledano M, Osorio R, Ferrari M. Effect of temperature on the silane coupling agents when bonding core resin to quartz fiber posts. *Dent Mater.* 2006 Nov;22(11):1024-8.
- 5 Shen C, Oh WS, Williams JR. Effect of post-silanization drying on the bond strength of composite to ceramic. *J Prosthet Dent.* 2004 May;91(5):453-8.

- 6 Fabianelli A, Pollington S, Papacchini F, Goracci C, Cantoro A, Ferrari M, van Noort R. The effect of different surface treatments on bond strength between leucite reinforced feldspathic ceramic and composite resin. *J Dent*. 2010 Jan;38(1):39-43.
- 7 Filho AM, Vieira LC, Araújo E, Monteiro Júnior S. Effect of different ceramic surface treatments on resin microtensile bond strength. *J Prosthodont*. 2004 Mar;13(1):28-35.
- 8 Hooshmand T, van Noort R, Keshvad A. Bond durability of the resin-bonded and silane treated ceramic surface. *Dent Mater*. 2002 Mar;18(2):179-88.
- 9 Naves LZ, Soares CJ, Moraes RR, Gonçalves LS, Sinhoreti MA, Correr Sobrinho L. Surface/interface morphology and bond strength to glass ceramic etched for different periods. *Oper Dent*. 2010 Jul-Aug;35(4):420-7.
- 10 Passos SP, Valandro LF, Amaral R, Ozcan M, Bottino MA, Kimpara ET. Does adhesive resin application contribute to resin bond durability on etched and silanized feldspathic ceramic? *J Adhes Dent*. 2008 Dec;10(6):455-60.
- 11 Osorio R, Castillo-de Oyagüe R, Monticelli F, Osorio E, Toledano M. Resistance to bond degradation between dual-cure resin cements and pre-treated sintered CAD-CAM dental ceramics. *Med Oral Patol Oral Cir Bucal*. 2012 Jul 1;17(4):e669-77.
- 12 Liu Q, Meng X, Yoshida K, Luo X. Bond degradation behavior of self-adhesive cement and conventional resin cements bonded to silanized ceramic. *J Prosthet Dent*. 2011 Mar;105(3):177-84.
- 13 Besek M, Mörmann WH, Persi C, Lutz F. [The curing of composites under Cerec inlays]. *Schweiz Monatsschr Zahnmed*. 1995;105(9):1123-8. Abstract.
- 14 Daronch M, Rueggeberg FA, De Goes MF. Monomer conversion of pre-heated composite. *J Dent Res*. 2005 Jul;84(7):663-7.
- 15 Daronch M, Rueggeberg FA, De Goes MF, Giudici R. Polymerization kinetics of pre-heated composite. *J Dent Res*. 2006 Jan;85(1):38-43.

- 16 Wagner WC, Aksu MN, Neme AM, Linger JB, Pink FE, Walker S. Effect of pre-heating resin composite on restoration microleakage. *Oper Dent*. 2008 Jan-Feb;33(1):72-8.
- 17 Fróes-Salgado NR, Silva LM, Kawano Y, Francci C, Reis A, Loguercio AD. Composite pre-heating: effects on marginal adaptation, degree of conversion and mechanical properties. *Dent Mater*. 2010 Sep;26(9):908-14.
- 18 Lucey S, Lynch CD, Ray NJ, Burke FM, Hannigan A. Effect of pre-heating on the viscosity and microhardness of a resin composite. *J Oral Rehabil*. 2010 Apr;37(4):278-82.
- 19 Mundim FM, Garcia Lda F, Cruvinel DR, Lima FA, Bachmann L, Pires-de-Souza F de C. Color stability, opacity and degree of conversion of pre-heated composites. *J Dent*. 2011 Jul;39 Suppl 1:e25-9.
- 20 Deb S, Di Silvio L, Mackler HE, Millar BJ. Pre-warming of dental composites. *Dent Mater*. 2011 Apr;27(4):e51-9.
- 21 Lohbauer U, Zinelis S, Rahiotis C, Petschelt A, Eliades G. The effect of resin composite pre-heating on monomer conversion and polymerization shrinkage. *Dent Mater*. 2009 Apr;25(4):514-9.
- 22 Peumans M, Van Meerbeek B, Yoshida Y, Lambrechts P, Vanherle G. Porcelain veneers bonded to tooth structure: an ultra-morphological FE-SEM examination of the adhesive interface. *Dent Mater*. 1999 Mar;15(2):105-19.
- 23 Mecholsky JJ Jr. Fractography: determining the sites of fracture initiation. *Dent Mater*. 1995 Mar;11(2):113-6.
- 24 Lastumäki TM, Lassila LV, Vallittu PK. The semi-interpenetrating polymer network matrix of fiber-reinforced composite and its effect on the surface adhesive properties. *J Mater Sci Mater Med*. 2003 Sep;14(9):803-9.

## **Conclusões Gerais**

A limpeza pós-condicionamento ácido, em banho de ultrassom em água destilada, permite obter alta resistência de união entre resina composta e cerâmica a base de dissilicato de lítio. A aplicação potencializada do silano melhora a resistência de união por cisalhamento após o envelhecimento simulado. A reaplicação do silano, parece ser relevante na resistência de união resina-cerâmica. A aplicação de uma resina hidrofóbica na superfície cerâmica condicionada e silanizada aumenta a resistência de união, independente do agente cimentante.

## ANEXO I

Dados obtidos com o teste de cisalhamento.

Artigo I.

<b>Grupos</b>	<b>C</b>	<b>C/S</b>	<b>C/S+</b>
Água	20,86	10,19	11,13
	15,72	9,81	8,88
	16,27	13,27	12,35
	15,98	11,02	10,85
	16,18	13,01	9,17
	17,77	19,17	14,02
	24,69	15,72	11,69
	17,77	15,21	15,34
	16,76	12,90	13,27
	9,48	16,18	11,40
	15,43	19,84	10,01
	16,10	14,32	16,55
Ultrassom	14,86	25,62	16,56
	12,43	23,57	17,02
	14,55	25,62	12,35
	13,47	29,46	17,48
	19,91	20,39	13,01
	15,05	17,57	11,60
	18,74	18,98	18,23
	9,64	17,40	17,57
	18,81	18,32	19,82
	21,61	20,39	14,86
	11,05	16,73	17,31
	11,69	18,61	15,35
Ácido	12,81	11,69	21,03

fosfórico	16,56	8,82	16,54
	12,06	12,26	8,51
	14,77	11,77	13,47
	15,06	9,48	13,23
	11,02	11,77	10,76
	13,56	13,93	12,81
	19,84	17,20	13,93
	13,23	17,02	18,52
	11,13	8,05	11,05
	12,81	9,48	15,43
	15,15	12,44	14,86
Steam	13,65	6,68	10,38
	18,69	9,26	13,00
	19,87	10,85	12,81
	13,93	12,72	15,90
	11,51	12,63	11,60
	14,68	13,18	13,84
	19,18	10,19	22,44
	11,06	17,48	21,13
	14,33	17,40	20,28
	11,13	14,40	14,31
	13,93	8,14	23,19
14,48	17,01	16,09	

## Artigo II.

Antes da termociclagem:

<b>Grupos</b>	<b>EMAX</b>	<b>VITA</b>
C	14,86	18,98
	12,43	19,61
	14,55	25,36
	13,47	17,57
	19,91	19,73

	15,05	22,06
	18,74	26,28
	9,64	14,48
	18,81	14,86
	21,61	9,72
	11,05	19,45
	11,69	29,64
C/S	25,62	25,91
	23,57	23,28
	25,62	28,33
	29,46	20,66
	20,39	15,81
	17,57	20,20
	18,98	30,21
	17,40	23,86
	18,32	23,48
	20,39	29,83
	16,73	19,36
	18,61	30,29
C/S+	16,56	24,23
	17,02	20,86
	12,35	19,73
	17,48	23,86
	13,01	20,86
	11,60	21,89
	18,23	28,07
	17,57	20,86
	19,82	19,82
	14,86	18,43
	17,31	18,90
	15,35	14,02
S	5,80	6,09
	6,55	5,25
	11,40	5,95
	0,00	6,17
	0,00	4,39
	0,00	6,17
	3,75	9,55

	4,76	4,21
	3,92	3,84
	5,73	10,38
	3,75	4,39
	6,17	4,59
S+	0,00	6,26
	1,41	2,89
	5,51	5,25
	1,12	7,21
	5,89	5,71
	5,71	8,33
	8,60	5,42
	4,30	4,41
	3,92	4,67
	4,41	6,35
	4,01	6,92
	2,16	4,87

Após termociclagem:

Grupos	EMAX	VITA
C	11,24	16,84
	14,10	15,90
	10,67	21,98
	13,76	19,45
	7,50	18,90
	12,52	20,95
	17,48	29,54
	13,38	18,81
	11,24	17,66
	19,18	34,70
	18,43	28,24
	14,86	24,47
C/S	18,43	22,07
	13,88	16,32
	14,22	20,28
	16,93	18,52
	16,10	13,25



	11,68	24,69
	15,15	21,98
	14,86	9,17
	15,43	21,78
	17,48	18,15
	12,35	16,93
	13,23	25,13
C/S+	33,07	26,08
	20,28	31,51
	16,84	26,83
	22,62	24,69
	19,53	23,75
	13,55	29,17
	19,27	15,61
	28,07	20,86
	19,60	29,74
	25,44	23,19
	17,11	27,32
	16,54	18,50

## Artigo III.

<b>Grupos</b>	<b>Resina composta</b>	<b>Resina composta com adesivo</b>	<b>Resina flow</b>	<b>Resina flow com adesivo</b>
<b>C</b>	8,89	14,86	8,33	19,18
	9,17	12,43	8,97	20,56
	10,19	14,55	6,09	15,52
	12,72	13,47	6,72	15,90
	17,31	19,91	11,88	12,44
	13,18	15,05	9,81	8,82
	11,88	18,74	13,01	14,22
	8,97	9,64	10,56	14,10
	11,88	18,81	14,68	13,01
	13,65	21,61	11,88	5,14

	11,05 12,63	11,05 11,69	19,36 11,22	8,97 9,72
C/S	16,93 8,89 8,33 8,33 15,35 18,98 7,47 7,21 9,81 10,63 9,37 9,26	25,62 23,57 25,62 29,46 20,39 17,57 18,98 17,40 18,32 20,39 16,73 18,61	15,06 19,56 17,86 13,65 12,35 21,89 20,84 18,52 18,61 16,47 17,86 13,93	21,70 27,56 22,36 16,10 16,65 13,47 19,45 19,62 22,44 24,25 9,17 14,11
C/S+	14,40 9,17 15,06 14,49 10,10 5,25 11,05 5,60 9,72 9,64 6,46 10,67	16,56 17,02 12,35 17,48 13,01 11,60 18,23 17,57 19,82 14,86 17,31 15,35	24,78 7,21 10,19 20,48 22,16 11,88 10,56 18,23 13,76 23,48 25,07 16,36	26,48 27,03 26,46 16,27 26,83 21,52 24,87 18,06 22,91 15,24 12,63 26,28
S	0,00 0,00 3,00 0,66 3,09 1,04 0,00 0,00 0,00 0,00 0,00 0,00	5,80 6,55 11,40 0,00 0,00 0,00 3,75 4,76 3,92 5,73 3,75 6,17	0,75 2,62 2,71 1,59 1,87 2,89 4,21 4,41 4,01 5,25 5,34 4,12	5,07 6,26 4,59 4,41 3,92 5,51 6,61 5,80 4,76 3,75 3,92 3,55

S+	0,00	0,00	3,84	5,14
	1,50	1,41	4,87	4,96
	2,25	5,51	4,30	5,05
	6,35	1,12	1,96	5,14
	0,00	5,89	0,75	7,47
	3,37	5,71	4,59	5,25
	0,00	8,60	0,00	5,05
	0,46	4,30	2,34	4,96
	0,75	3,92	0,44	4,67
	0,37	4,41	1,96	5,62
	0,46	4,01	0,84	6,72
	0,55	2,16	3,09	6,55

## Artigo IV.

<b>Grupos</b>	<b>SBS, MPa</b>
C/S	25,62
	23,57
	25,62
	29,46
	20,39
	17,57
	18,98
	17,40
	18,32
	20,39
	16,73
	18,61
C/S2	17,20
	5,89
	7,01
	14,33
	12,81
	16,73
	15,24
12,63	

	16,47 18,06 16,27 16,54
C/S3	11,77 14,95 19,07 18,74 12,26 20,28 17,68 14,86 13,23 16,10 14,97 14,99
C/S+	16,56 17,02 12,35 17,48 13,01 11,60 18,23 17,57 19,82 14,86 17,31 15,35
C/S+s	17,68 16,32 15,61 13,01 13,45 16,32 12,90 11,24 15,24 9,04

	11,69
	16,84

## APÊNDICE I

Quadro I Materiais utilizados na pesquisa e suas respectivas composições e lotes

<b>Materiais</b>	<b>Fabricante</b>	<b>Composição</b>	<b>LOTE</b>
Ácido Fosfórico 35%	Ultradent Product Inc.	Ácido fosfórico 32-38%; Cobalto azul espinélio aluminato <1 e Cobalto azul espinélio zinco <1	B65X4
Ácido Fluorídrico 5%	Ivoclar Vivadent	Ácido Fluorídrico (aprox. 5%)	R05669
Filtek Supreme Ultra	3M ESPE	Cerâmica tratada por silano 50-60%; Dimethacrilato 15-25%; (BISGMA) 5-10%; Sílica tratada com silano 5-10%; (TEGDMA) 5-10%; (YbF3) <5%; Dióxido de Titânio 0.5%	N336626
IPS e.max CAD	Ivoclar Vivadent	SiO <sub>2</sub> , Li <sub>2</sub> O, K <sub>2</sub> O, MgO, Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> e outros óxidos.	R28294
Optibond FL	Kerr Corp.	Monômeros de metacrilato 50-50%; Dimetacrilato 5-10%;	3756920

		Trifluoreto de Itérbio 12-17%	
Silano	Ultradent	MPS 5-15%; Álcool isopropil 92% e ácido acético <1	B5D25
Vitablocs Mark II	Vita Zahnfabrik	Mistura de cristais de feldspática em matrix vítrea 30%	11850
Z100	3M ESPE	Cerâmica tratada por silano 80-90%; (TEGDMA) 1-10%; (BISGMA) 1-10% e 2- Benzotriazolil-4- methilphenol <1.	N323783

## ANEXO II

### Post-etching cleaning influences the resin shear bond strength to CAD/CAM lithium-disilicate ceramics

Abstract:

**Statement of problem/ Background.** The hydrofluoric acid (HF) etching promotes selective dissolution of the glassy phase in silica-based ceramic. However, the etching generates insoluble silica-fluoride salts that contaminate the surface and negatively affect the resin bond. **Objectives.** The aim of this study was evaluate the shear bond strength (SBS) of composite resin to CAD/CAM lithium-disilicate ceramics after different post-etching cleaning and silane treatments. **Materials and methods.** Twenty-five 2mm-thick slices (14x16mm) of IPS e.max CAD were fired for crystallization, embedded in acrylic resin, polished with 400 and 600-grit SiC paper and cleaned in ultrasonic bath. Each specimen was etched with 5% HF for 20s, rinsed for 60s followed by surface cleaning (four possible treatments) and silanization. The four cleaning methods were: AW - air/water spray; UB - ultrasonic bath 2min.; PA - 37% phosphoric acid 30s; and ST - steam cleaning 10s. The cleaned surface received: E-no silane treatment; E/S - silane application for 20s, air drying for 20s and hot drying (60 °C) for 20s; E/S+



- silane application for 60 s, air drying for 20 s, hot air drying (60 °C) for 20 s, rinsing with boiling water for 15 s and hot air drying for more 20 s. Cylinders of composite resin (n=12) (Z100, 3M-ESPE) were bonded with adhesive resin (Optibond FL adhesive, Kerr). SBS testing (Shear Bond Tester; Bisco Inc.) with a ramp load of 43.8 kgf/min was carried out after 24 h of storage in water. **Results.** According to two-way ANOVA (cleaning method and silane application method) and Bonferroni-corrected post hoc tests ( $p < 0.05$ ), the SBS was influenced significantly by the post-etching cleaning, UB yielding the highest SBS (21MPa when combined with a silane) other post-etching cleaning (WS; PA and ST) showed lower SBS values (12-17MPa, independent of the silane technique). The type of silane application was not significantly different. **Conclusions.** Etching lithium disilicate CAD/CAM ceramics following by ultrasonic bath cleaning and regular application of a silane (20s application and 20s heat drying) is recommended.

**Clinical relevance.** Post-etching cleaning, use of a silane and heat drying can potentially increase the resin SBS of lithium disilicate CAD/CAM restoration.

## Introduction

Bonding to silica-based ceramic requires micro mechanical (hydrofluoric-acid, HF-etching) and chemical (silane) coupling.

<sup>1,2,3,4</sup> The HF-etching provides dissolution of glassy and/or crystalline phase<sup>5</sup> forming tetrafluorosilane which further reacts with HF to form a soluble hydrofluorosilicic acid that dissolve glassy matrix. As a consequence a micro-retentive high energy surface is obtained.<sup>6</sup> On the other side a coupling molecules  $\gamma$ -methacryloxypropyl trimethoxysilane, also called organofunctional silane works like a bridge with two different reactive functional groups. The silane molecule can chemically bond to the hydrolyzed silicon dioxide at the ceramic surface (-Si-O-Si- siloxane bond) and methacrylate group that can copolymerize with the adhesive resin.<sup>3,4</sup> Silane coupling agents allow improved resin wettability of the etched ceramic surface and provide a covalent bond both with methacrylate groups in the resin and the ceramic surface. The stability and effectiveness of this adhesion can be enhanced by heat treatment<sup>3,7-10</sup> or optimized silane application.<sup>11,12</sup> Optimal silane application implies elimination of water, alcohol and other solvents, complete condensation reaction to form the siloxane bond (heat treatment) and elimination of excess silane

oligomers to obtain a monolayer of silane (hot water rinsing).<sup>3,11-13</sup>

HF-etching is known to leave residual salts of silica fluoride that precipitate<sup>14-16</sup> and can be identified as a white deposit onto the etched ceramic surface. Leaving such debris could negatively influence the resin bond strength.<sup>17,18</sup> Several cleaning methods to remove those debris have been described such as ultrasonic cleaning in distilled water, in 95% alcohol or acetone.<sup>15,17,19</sup> Some authors indicate the association between brushing the surface with phosphoric acid and immersion in the ultrasonic bath to remove the crystalline debris from the etched surface.<sup>17</sup> It is agreed that the resistance of the resin-ceramic adhesion zone is controlled primarily by microstructure and surface treatment of the ceramic.<sup>5,18,20</sup> Each new material or product must therefore be studied individually to define the optimal bonding protocol. Lithium-disilicate ceramics are among those new materials that have been marketed with great success and deserve special attention to develop the limited knowledge database regarding its optimal resin bonding technique.

The purpose of this study was to evaluate the influence of different post-etching cleaning and silane application techniques on the resin shear bond strength (SBS) to CAD/CAM ceramics (IPS e.max CAD). The first null-

hypothesis tested was that there is no difference between the post-etching cleaning techniques investigated. The second null-hypothesis tested was that the silane treatment has no significant influence on the bond strength to composite resin for lithium disilicate CAD/CAM ceramics.

## **Materials and methods**

Twenty-five slices (14x16x2mm) of IPS e.max CAD (EMAX; Ivoclar Vivadent, AG, Schann, Liechtenstein, Germany) were obtained by sectioning CAD/CAM blocks with a slow-speed diamond water-cooled saw (Isomet, Buehler, Lake Bluff, IL, USA). The slices were crystalized in a ceramic furnace (Austromat 624; DEKEMA Dental-Keramiköfen GmgH, Freilassing, Germany) following the manufacturer's instructions. The slices were embedded in an acrylic resin positioning base (Palapress; Heraeus Kulzer, Hanau, Germany) and polished with 400- and 600-grit silicon carbide paper under water cooling. The surfaces of all slices were then cleaned in an ultrasonic bath in distilled water during 5 min. All specimens were HF-etched (IPS Ceramic Etching Gel, Ivoclar Vivadent) for 20s, rinsed for 60s with air/water spray followed by post-etching cleaning and silanization. Four different post-

etching cleaning methods were compared: AW – no post-etching cleaning; UB – immersion in ultrasonic bath in distilled water for 2 min; PA – application of phosphoric acid (37%) for 30 s followed by rinsing with water; or ST – steam cleaning (AX-SCA Dental *Steam Cleaner*) for 10 s. For each post-etching cleaning method, three silane application methods were used: E - no silane treatment; E/S - silane (Silane, Ultradent, South Jordan, Utah, USA) applied for 20 s and air dried for 20s, hot dried at 60°C for 20s; or E/S+ - silane applied for 60s, air dried for 20s and hot air dried 60 °C for another 20s (with hair dryer at 10cm-distance), rinsed with boiling water for 15s and hot air dried again for 20s.

The conditioned ceramic slices were placed in a positioning device and a teflon mold (Ultradent Jig) containing a bonding area  $0.04448 \text{ cm}^2$  was used to build composite resin cylinders. First, the adhesive system (Optibond FL, Kerr Corp, Orange, California, USA) was applied to the ceramic, then the restorative composite resin Z100 (3M-ESPE) was inserted into the mold in two increments of approximately 1.8 mm each using a small condensing spatula. Each increment was light polymerized for 20s (Valo, Ultradent) at  $1000 \text{ mW/cm}^2$ . Six resin cylinders (diameter: 2.4mm) were built onto each ceramic slice (length: 15mm, width: 4mm, thickness: 2 mm), 3.5mm apart, resulting in 12 specimens per group. After 24h stored in

distilled water, samples were submitted to SBS testing (Shear Bond Tester; Bisco Inc., Schaumburg, IL) with a ramp load of 43.8-kg-force per minute. The failure mode was assessed by macrophotography (Nikon D60 and Sigma Lens 105mm).

### **Statistic analyzes**

The Kolmogorov-Smirnov test was applied in all data to verify the normality ( $p=.200$ ). The mean bond strength and standard deviation were calculated for all groups. Statistical analysis was performed using a two-way analysis of variance (ANOVA), in which post-etching cleaning and silane application methods served as independent factors. The Bonferroni post hoc test was used for equal variances to test the average values of all groups. The significance level adopted in all analyses was  $\leq 0.05$  ( $p < 0.05$ ) (MedCalc Software for Windows version 12.3.0, Mariakerke, Belgium).

### **Results**

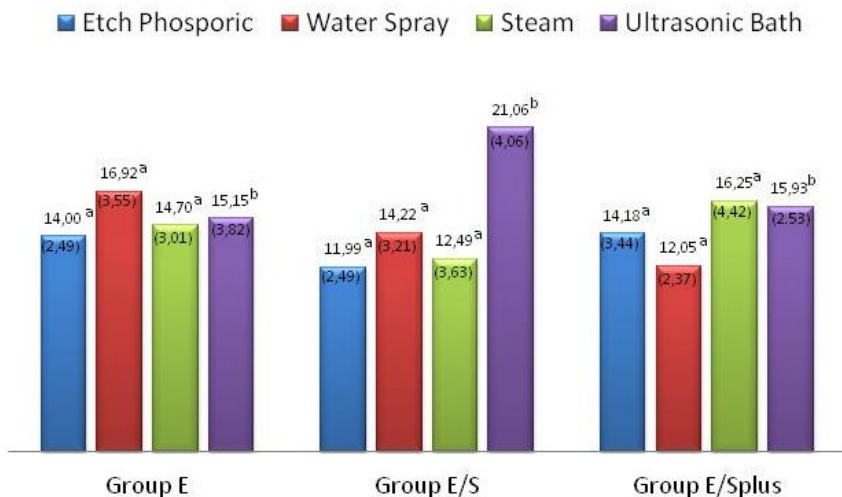
According to two-way ANOVA and Bonferroni post hoc ( $p < 0.05$ ) (Table 1), the SBS was influenced significantly by the type of post-etching cleaning, UB yielding the highest SBS (21MPa when combined with a silane). Other post-etching

cleaning methods (WS; PA and ST) showed lower SBS values (12-17MPa, independent of the silane technique). The type of silane application was not significantly different. The factorial interaction was significant, showing that the effectiveness of the cleaning method was influenced by the silane application technique. The failure mode was always adhesive, leaving a clean ceramic surface (Fig. 1).

**Table 1-** Tow-way ANOVA for experimental groups.

Source	DF	Sum of square	Mean square	F	p*
Groups	2	318.5	4,18	0.37	0.689
Post-etching cleaning	3	8.3	106.19	9.46	<0.001
GroupsxPost-etching cleaning	6	83.58	11.21	7.45	<0.001
*p <0.05 indicates statistically significant differences.					

## Mean SBS values in MPa(SD)



## Discussion

The results of this study lead to the rejection of the first null-hypothesis, since post-etching cleaning methods had an influence on the SBS of lithium disilicate ceramics. The second null hypothesis was accepted because of the similarity of the SBS values between the different silane application techniques.

The bonding strength between resin luting agents and ceramic can be measured in vitro using several methods (shear, micro-shear, tensile and microtensile). The principle of those tests is to apply a load that creates stress in the adhesive



interface until adhesive failure is observed. However, none of these tests are accepted as a universal method and each of them have their own advantages and limitations. In this regard, the microtensile bond strength (MTBS) test is usually preferred because it generates uniform stress distribution across the adhesive interface,<sup>21</sup> limiting the possibility of cohesive failure in the substrate.<sup>22</sup> In spite of those advantages, MTBS is a technique-sensitive method, it can present a high frequency of premature failures,<sup>23</sup> it can be affected by cutting speed,<sup>24</sup> shape of the sample<sup>25</sup> and the brittleness of the substrate.<sup>24,25</sup> On the other hand, the SBS test is considered the most common and practical bond test as it avoids the specimen sectioning and trimming steps that can introduce early micro-cracking of brittle substrates.<sup>24-26</sup> As a result, some authors concluded that a shear approach was more appropriate compared to a microtensile approach.<sup>27,28</sup> In this study the SBS was selected since the substrate was strong enough to prevent cohesive failures. This finding was confirmed by preliminary pilot tests as well as by the results themselves since clean adhesive failures were observed. Strengthened ceramic substrates such as zirconia and lithium-disilicate can be deemed appropriate for testing resin bond strength using SBS tests.

It is accepted that conditioning of lithium disilicate by HF-etching requires a shorter etching time and HF

concentration (20s, 5%HF) possibly because of the reduced crystal size and also because excessive etching might cause a weakening of the ceramic substrate. This was confirmed by pilot tests using 10%HF, even for 20s only, which causes the bond to decrease significantly from 21MPa (20s, 5%HF) to 16.7MPa (20s, 10%HF). Dissolution of the vitreous phase creates 5-20 $\mu$ m-deep micro-retentions,<sup>18,21,29,30</sup> that can be resin-infiltrated.<sup>18</sup> Micromechanical retention generated by HF-etching seems to be the main mechanism for bonding to lithium disilicate ceramics.<sup>3</sup> Additional use of silane did not seem to bring any benefit unless ultrasonic post-etching cleaning was used. The side effect of HF-etching is the formation of insoluble residual salts that precipitate and obliterate microretentions,<sup>14-16,18</sup> which may significantly influence the bond strength values<sup>14,18</sup> confirming the need of post-etching cleaning.<sup>17,18</sup> Most authors<sup>15,17,18</sup> support the post-etching protocol used in this study (ultrasonic distilled water bath for 2 min.) to provide effective residue elimination.<sup>15,17,18</sup> One study failed to demonstrate the effectiveness of post-etching ultrasonic cleaning<sup>19</sup> but this can be explained by the fact that specimens were placed in the ultrasonic bath for 20 min., which may have caused the weakening or disaggregation of the etched porcelain. In another study,<sup>17</sup> post-etching cleaning led to a 100% increase in MTBS (24MPa without cleaning vs.

50MPa with cleaning).<sup>17</sup> In the present study, the maximum gain from post-etching cleaning was only 30% (from 14MPa up to 21MPa). This could be explained by the small amount of residue observed in the etched surface in lithium disilicate ceramic,<sup>18</sup> possibly due the reduced vitreous content<sup>5,32</sup> and the reduced time for etching. The others post-etching cleaning techniques used in this study (air/water spray, phosphoric acid or steam) performed similarly and did not improve or reduce bond strength, which is in agreement with Swift, Walls and McCabe.<sup>33</sup>

The use of the silane coupling agent induces the encapsulation of the etched protruding crystals<sup>23</sup> and will enable the continuity between the organic and inorganic phases.<sup>4</sup> According to Hooshmand et al.<sup>11</sup> and Queiroz et al.,<sup>12</sup> application of silane induces the formation of a complex interphase with several distinctive layers. Closest to the substrate is the monolayer of coupling silane, the only one necessary for optimal bonding. It is usually covered by two consecutive layers of oligomers, a first layer which can be hydrolyzed only by hot water and a second layer of loosely bound oligomers that can be removed by water at room temperature. Those two outer layers appear to weaken the interphase because of their sensitivity to hydrothermal attacks. The monolayer appears to be chemically reacted (silonxane

covalent bond) and can resist hydrothermal attacks. Heat-drying the silane appears to consolidate the three regions by facilitating and stabilizing the siloxane bond. Combining heat drying and hot water rinsing has been advocated by Hooshmand et al.<sup>11</sup> and presented as the optimal silane application technique. The present study did not confirm those results because the optimal silane application was used (E/S+) and did not yield improved bond strength. One possible explanation is the fact that in group E/S, the silane was applied only for 20s. (compared to 60s in other studies) which may have been too short for the development of the weak outer oligomer layers. The systematic use of heat drying may also have resulted in the consolidation of the silane layers, which could have masked the effect of hot water rinsing.

Even though there seemed to be have been synergetic effect of post-etching cleaning and the simplified silane application (E/S group), further studies should determine the optimal silane application time that would provide sufficient amount of molecules to saturate the surface of the ceramic (allowing all exposed silica from the substrate to form a siloxane bond) and simultaneously prevent the formation of the excess loosely bound silane layers. Application time vary excessively in the IFUs of most popular products: 5 seconds suggested for Ceramic Primer (3M), 30 seconds suggested

(Bis-silane (BISCO), 60 seconds for Monobond S (Ivoclar-Vivadent) and Silane (Ultradent). The temperature for drying is also demonstrating extreme variability both in time and range, 15s to 2 min., from room temperature to over 100 degrees Celsius. This calls for guidelines to standardize and define the best practical approach (hair dryer, toaster oven, etc.).

One limitation of this study was that only one CAD/CAM ceramic was tested. Further research should be carried out to include pressable and stackable porcelain as well as other CAD/CAM ceramics.

## **Conclusion**

With the limitation of this study, it was possible to conclude that etching lithium disilicate CAD/CAM ceramics following by ultrasonic cleaning in distilled water and application of a silane (20s application time and min. 20s heat drying at 60°C with hair dryer) is recommended.

## **References**

---

<sup>1</sup>Nagayassu MP, Shintome LK, Uemura ES, Araujo JEJ. Effect of surface treatment on the shear bond strength of a resin-based cement to porcelain. *Braz Dent J* 2006;17:290-5.

---

<sup>2</sup>Ho GW, Matinlinna JP. Evaluation of the microtensile bond strength between resin composite and hydrofluoric acid etched ceramic in different storage media. *J Adhes Sci Technol* 2011;25:2671–85

<sup>3</sup>Roulet JF, Söderholm KJ, Longmate J. Effects of treatment and storage conditions on ceramic/composite bond strength. *J Dent Res* 1995;74:381-7.

<sup>4</sup>Jardel V, Degrange M, Picard B, Derrien G. Surface energy of etched ceramic. *Int J Prosthodont* 1999;12:415-8.

<sup>5</sup>Della Bona A, Van Noort R. Ceramic surface preparations for resin bonding. *Am J Dent*. 1998 Dec;11(6):276-80.

<sup>6</sup> Della Bona A. Adesão às cerâmicas: evidências científicas para o uso clínico São Paulo: Artes Médicas, 1<sup>a</sup> Edição, 2009.

<sup>7</sup> Monticelli F, Toledano M, Osorio R, Ferrari M. Effect of temperature on the silane coupling agents when bonding core resin to quartz fiber posts. *Dent Mater*. 2006 Nov;22(11):1024-8.

<sup>8</sup> Shen C, Oh WS, Williams JR. Effect of post-silanization drying on the bond strength of composite to ceramic. *J Prosthet Dent*. 2004 May;91(5):453-8.

<sup>9</sup> Fabianelli A, Pollington S, Papacchini F, Goracci C, Cantoro A, Ferrari M, van Noort R. The effect of different surface

---

treatments on bond strength between leucite reinforced feldspathic ceramic and composite resin. *J Dent.* 2010 Jan;38(1):39-43.

<sup>110</sup> Filho AM, Vieira LC, Araújo E, Monteiro Júnior S. Effect of different ceramic surface treatments on resin microtensile bond strength. *J Prosthodont.* 2004 Mar;13(1):28-35.

<sup>11</sup> Hooshmand T, van Noort R, Keshvad A. Bond durability of the resin-bonded and silane treated ceramic surface. *Dent Mater.* 2002 Mar;18(2):179-88.

<sup>12</sup> Queiroz JR, Benetti P, Ozcan M, de Oliveira LF, Della Bona A, Takahashi FE, Bottino MA. Surface characterization of feldspathic ceramic using ATR FT-IR and ellipsometry after various silanization protocols. *Dent Mater.* 2012 Feb;28(2):189-96.

<sup>13</sup> Plueddemann EP. Silane coupling agent NewYork: Plenum; 1991. p. 31–54.

<sup>14</sup> Bailey LF, Bennett RJ. DICOR surface treatments for enhanced bonding. *J Dent Res.* 1988 Jun;67(6):925-31.

<sup>15</sup> Peumans M, Van Meerbeek B, Yoshida Y, Lambrechts P, Vanherle G. Porcelain veneers bonded to tooth structure: an ultra-morphological FE-SEM examination of the adhesive interface. *Dent Mater.* 1999 Mar;15(2):105-19.

<sup>16</sup> Phoenix RD, Shen C. Characterization of treated porcelain

---

surfaces via dynamic contact angle analysis. *Int J Prosthodont.* 1995 Mar-Apr;8(2):187-94.

<sup>17</sup> 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.

<sup>18</sup> Belli R, Guimarães JC, Filho AM, Vieira LC. Post-etching cleaning and resin/ceramic bonding: microtensile bond strength and EDX analysis. *J Adhes Dent.* 2010 Aug;12 (4):295-303.

<sup>19</sup> Aida M, Hayakawa T, Mizukawa K. Adhesion of composite to porcelain with various surface conditions. *J Prosthet Dent.* 1995 May;73(5):464-70.

<sup>20</sup> Jones GE, Boksman L, McConnell RJ. Effect of etching technique on the clinical performance of porcelain veneers. *Quintessence Dent Technol.* 1986 Nov-Dec;10(10):635-7.

<sup>21</sup> Duarte S, Phark J-H, Blatz M, Sadan A. Ceramic Systems: An Ultrastructural Study. *Quintessence Dent Technol.* 2009 23.

<sup>22</sup> Pashley DH, Carvalho RM, Sano H, Nakajima M, Yoshiyama M, Shono Y, Fernandes CA, Tay F. The microtensile bond test: a review. *J Adhes Dent.* 1999 Winter;1(4):299-309.

<sup>23</sup> Sano H, Shono T, Sonoda H, Takatsu T, Ciucchi B, Carvalho R, Pashley DH. Relationship between surface area for adhesion



---

and tensile bond strength-evaluation of a micro-tensile bond test. *Dent Mater.* 1994 Jul;10(4):236-40.

<sup>24</sup> Perdigão J, Gomes G, Gondo R, Fundingsland JW. In vitro bonding performance of all-in-one adhesives. Part I--microtensile bond strengths. *J Adhes Dent.* 2006 Dec;8(6):367-73.

<sup>25</sup> Sadek FT, Cury AH, Monticelli F, Ferrari M, Cardoso PE. The influence of the cutting speed on bond strength and integrity of microtensile specimens. *Dent Mater.* 2005 Dec;21(12):1144-9.

<sup>26</sup> Goracci C, Sadek FT, Monticelli F, Cardoso PE, Ferrari M. Influence of substrate, shape, and thickness on microtensile specimens' structural integrity and their measured bond strengths. *Dent Mater.* 2004 Sep;20(7):643-54.

<sup>27</sup> Ferrari M, Goracci C, Sadek F, Eduardo P, Cardoso C. Microtensile bond strength tests: scanning electron microscopy evaluation of sample integrity before testing. *Eur J Oral Sci.* 2002 Oct;110(5):385-91.

<sup>28</sup> Ishikawa A, Shimada Y, Foxton RM, Tagami J. Micro-tensile and micro-shear bond strengths of current self-etch adhesives to enamel and dentin. *Am J Dent.* 2007 Jun;20(3):161-6.

---

<sup>29</sup> Beloica M, Goracci C, Carvalho CA, Radovic I, Margvelashvili M, Vulicevic ZR, Ferrari M. Microtensile vs microshear bond strength of all-in-one adhesives to unground enamel. *J Adhes Dent.* 2010 Dec;12(6):427-33.

<sup>30</sup> Kiyani VH, Saraceni CH, da Silveira BL, Aranha AC, Eduardo Cda P. The influence of internal surface treatments on tensile bond strength for two ceramic systems. *Oper Dent.* 2007 Sep-Oct;32(5):457-65.

<sup>31</sup> Borges GA, Sophr AM, de Goes MF, Sobrinho LC, Chan DC. Effect of etching and airborne particle abrasion on the microstructure of different dental ceramics. *J Prosthet Dent.* 2003 May;89(5):479-88.

<sup>32</sup> Luo XP, Silikas M, Wilson FHL, Watts DC. AFM and SEM study of the effects etching on IPS-Empress dental ceramic. *Surface Science* 2001; 491:388-394.

<sup>33</sup> Swift B, Walls AW, McCabe JF. Porcelain veneers: the effects of contaminants and cleaning regimens on the bond strength of porcelain to composite. *Br Dent J.* 1995 Sep 23;179(6):203-8.

---

# Optimization of Heat-Dried Silane Application for CAD/CAM Ceramic Resin Bonding

Abstract:

**Statement of problem/ Background.** The adhesion between ceramic and luting resin is the result of a micromechanical (etching) and chemical (silane) interactions. Various surface treatments and silane application techniques have been proposed to optimized the resin-ceramic bond. **Objectives.** Evaluate various combinations of surface treatments and silane application methods and their effect on the resin-ceramic shear bond strength (SBS) before and after simulated aging. **Materials and methods.** Sixteen 2mm-thick slices (approximated 14x16mm) of each material, IPS e.max CAD (Vivadent) and Vitablocs Mark II (VITA), were embedded in acrylic resin and polished with 400 and 600-grit SiC paper. The surface of each block was cleaned in ultrasonic bath and randomly assigned to 5 groups; E: etching with hydrofluoric acid (HF) according to manufacturer instructions, rinsing for 60s, followed by cleaning in ultrasonic bath (2min); E/S: HF-etching, rinsing for 60s, cleaning in ultrasonic bath (2min) followed by silane application for 20s, air drying for 20s and

---

hot drying (60°C) for 20s; E/S+: HF-etching, rinsing for 60s and cleaning in ultrasonic bath (2min), followed by silane application for 60s, air drying for 20s and hot air drying (60°C) for 20s, rinsing with boiling water for 15s and hot air drying for another 20s; S: silane application for 20s followed by air drying for 20s and hot air drying (60°C) for 20s; S+: silane application for 60s followed by air drying, air drying for 20s and hot air drying (60°C) during 20s, rinsing in boiling water during 15s and hot drying (20s). Cylinders of composite resin (n=12) (Z100, 3M-ESPE) were bonded with adhesive resin (Optibond FL adhesive, Kerr). SBS testing with a ramp load of 43.8-kgf/min was carried out after 24h of storage in distilled water or after thermocycling (5–55°C, 20,000 cycles) for groups E; E/S and E/S+. The mode failure was assessed by macro-photography. **Results.** For 24h SBS the two-way ANOVA and Tukey HSD test ( $p<0.05$ ) showed significantly higher mean bond strength with E/S, for both ceramic (IPS e.max CAD 21,06MPa; Vitablocs Mark II 24,27MPa), compared to E and E/S+ (range: 15.50 MPa to 20.96). The use of silane alone showed significantly lower mean bond strength independent of the ceramic (IPS e.max cad 3,92 to 4,32MPa; Vitablocs Mark II 5,69 to 5,91MPa). No significant differences were found between E/S and E/S+ for Vitablocs Mark II. The

---

SBS was negatively affected by simulated aging in E/S group (19MPa vs. 24MPa at baseline for VITA and 16MPa vs. 21MPa at baseline for IPS e.max) and positively in E/S+ (25MPa vs. 19MPa at baseline for VITA and 21MPa vs. 15MPa at baseline for IPS e.max). While the failure mode for IPS e.max CAD was always adhesive, Vitablocs Mark II failed cohesively when etched (unless aged in E and E/S).

**Conclusions.** The association of HF etching (including post-etching cleaning) and a heat-dried silane showed to be significant to obtain a high resin-ceramic SBS; when considering a single treatment, HF-etching proved superior to the use of silane. Furthermore, the results revealed that the optimized silane application (hot rinsing) is not relevant to the immediate (24h) SBS while it enhances the performance of aged specimens. **Clinical relevance.** Optimized silane application (adding the hot water rinsing and hot air drying steps) was important for maintaining a high resin-ceramic CAD/CAM SBS values after aging (20,000 cycles).

## **Introduction**

Bonding to tooth hard tissues enables minimally invasive restorative techniques that do not require mechanical retention principles. This “biomimetic approach” is valid for

---

direct, semi-direct and indirect procedures. In the case of silica-based ceramic inlays/onlays/veneers, a reliable resin bond depends mainly on two mechanisms. First, the hydrofluoric-acid etching (HF-etching) is a mechanical interlocking through microretentions in the ceramic bonding surface. Second, the chemical union promoted by a silane coupling agent allows covalent bonding between two different substrates (organic and inorganic).<sup>1-3</sup>

Despite the obvious function of each of these steps, the real necessity of combining micro-mechanical and chemical bonding have resulted in different conclusions. While some authors revealed that an appropriate silane application is sufficient to obtain a durable resin-ceramic bonding<sup>4-6</sup> others claim that HF-etching is required.<sup>7-10</sup> In fact, there are some valid justifications trying to eliminate the HF-etching step. First HF acid can cause potential injury to health, when it is not properly handled, due to its high toxicity.<sup>11,12</sup> Second, HF-etching generates insoluble silica-fluoride salts at the surface of the ceramic. Those can negatively influence the resin-ceramic bond strength unless they are removed by ultrasonic cleaning.<sup>13,14</sup>

Eliminating the HF-etching step and relying essentially on chemical coupling implies that the most stable and durable

---

siloxane bond be obtained. Hydrolytic degradation can affect the stability of the chemical bond. It has been clearly demonstrated that silane efficiency can be enhanced by heat drying (50°C to 100°C), which eliminates water, solvents and by-products allowing covalent bond, promoting a completed condensation reaction and crosslinking of the silane film.<sup>6,15-18</sup> A further step in the optimization of silane application has been proposed by Hooshmand et al. (2002)<sup>4</sup> in order to isolate the covalently bound silane monolayer at the ceramic surface. In practice, when a silane is applied to a substrate, multiple layers are forming: (1) the outermost coat, that present small oligomers, which consist in weak oligomeric siloxanols, can be removed by organic solvents or water; (2) the middle film consists in a comparable coat as the first one but also presents some siloxane bonds (covalent) between the silane molecules (loosely bound oligomers); this coat can be removed by hot water and finally, (3) the inner coat is the chemically reacted region, the silane monolayer itself, which is more stable and contributes to the bond strength.<sup>19</sup> The optimized silane application aims at the elimination of all loosely bound oligomers by hot water rinsing and hot air drying.

There is a lack of data about the aging of resin-ceramic bonds generated from this optimized silane application method

---

and whether there is a substantial benefit to justify the additional steps. Another concern is the omission HF-etching proposed by some authors as a consequence of the optimized silane application. Hence, in this study, the effect of various combinations of surface treatments, silane application methods and their effect on the resin-ceramic shear bond strength (SBS) before and after aging were investigated. The first null-hypothesis was that there is equal contribution of mechanical interlocking and chemical coupling to the resin-ceramic bond and that the optimized silane coating will not differ from the other groups. Second, simulated aging will not have an influence in the SBS for the various treatments. Third, the ceramic material (feldspathic porcelain vs. lithium disilicate) will not affect the performance of the resin-ceramic bond.

### **Materials and methods**

Sixteen 2mm-thick slices (14x16mm) of IPS e.max CAD (EMAX; Ivoclar Vivadent, AG, Schann, Liechtenstein) and Vitablocs Mark II (VMII; VITA Zahnfabrik GmbH, Bad Säckingen, Germany) were obtained by sectioning CAD/CAM blocks with a slow-speed diamond water-cooled saw (Isomet, Buehler, Lake Bluff, IL, USA). The EMAX slices were crystallized in a ceramic furnace (Austromat 624; DEKEMA



---

Dental-Keramiköfen GmgH, Freilassing, Germany) following the manufacturer's instructions. All the slices were embedded in an acrylic resin positioning base (Palapress; Heraeus Kulzer, Hanau, Germany) and polished with 400- and 600-grit silicon carbide paper under water cooling. The surfaces of all slices were then cleaned in an ultrasonic bath in distilled water during 5 min. Five surface conditioning methods were applied: E - 5% HF-etching (IPS Ceramic Etching Gel, Ivoclar Vivadent) for 20s for EMAX and 60s for VMII, rinsed for 60s with air/water spray followed by post-etching cleaning in ultrasonic bath in distilled water for 2 min; E/S - 5% HF-etching as above, silane (Silane, Ultradent, South Jordan, Utah) applied for 20s and air dried for 20s, hot dried at 60°C for 20s (with hair dryer at 10cm-distance); E/S+ - 5% HF-etching as above, silane applied for 60s, air dried for 20s and hot air dried 60°C for another 20s rinsed with boiling water for 15s and hot air dried again for 20s; S – no etching, silane for 20s and air dried for 20s, hot dried at 60°C for 20s or S+ - no etching, silane applied for 60s, air dried for 20s and hot air dried 60°C for another 20s (with hair dryer at 10cm-distance), rinsed with boiling water for 15s and hot air dried again for 20s (Table 1).

	HF	Clean	Silane 20s	Silane 60s+ hot rinse
E	✓	✓	—	—
E/S	✓	✓	✓	—
E/S+	✓	✓	—	✓
S	—	—	✓	—
S+	—	—	—	✓

Specimens were then placed in a positioning device and a teflon mold (Ultradent Jig) containing a bonding area  $0.04448 \text{ cm}^2$  was used to build composite resin cylinders. First, the adhesive system (Optibond FL, Kerr Corp, Orange, California, USA) was applied to the ceramic, then the restorative composite resin Z100 (3M-ESPE) was inserted into the mold in two increments of approximately 1.8 mm each using a small condensing spatula. Each increment was light polymerized for 20s (Valo, Ultradent) at  $1000 \text{ mW/cm}^2$ . Six resin cylinders (diameter: 2.4mm) were built onto each ceramic slice (length: 15mm, width: 4mm, thickness: 2 mm), 3.5mm apart, resulting in 12 specimens per group. The test was performed after 24h of storage in distilled water. For groups E; E/S and E/S+ additional samples (12/group) were built and

subjected to simulated aging by thermocycling for 20,000 cycles at temperatures alternating between 5°C and 55°C with an dwell time of 30s (Thermocycler, SD Mechatronik GmbH, Feldkirchen-Westerham, Germany) with a transfer time between baths of 15s (Table 2). All samples were submitted to SBS testing (Shear Bond Tester; Bisco Inc., Schaumburg, IL) with a ramp load of 43.8 kg-force per minute. The failure mode was assessed by macro-photography (Nikon D60 and Sigma Lens 105mm and a teleconverter x2).

Silane	IPS e.max CAD		Vitablocs Mark II	
	24h	Aging	24h	Aging
E	✓	✓	✓	✓
E/S	✓	✓	✓	✓
E/S+	✓	✓	✓	✓
S	✓		✓	
S+	✓		✓	

Table 2 - Aging.

The mean bond strength and standard deviation were calculated for all groups. Statistical analysis was performed using multifactorial analyses of variance (ANOVA), in which surface conditioning method; ceramic substrate and aging served as independent factor. The Tukey HSD test was used for equal variances to test the average values of all groups. The

---

significance level adopted in all analyses was  $\leq 0.05$  ( $p < 0.05$ ) (MedCalc Software for Windows version 12.3.0, Mariakerke, Belgium).

## Results

According to the two-way ANOVA (used for comparison of the baseline values of the five surface conditioning treatments before aging), both the ceramic substrate and the surface conditioning method had an influence on the 24 h SBS values. Tukey HSD test ( $p < 0.05$ ) (Table 2) showed that E/S had significantly higher bond strength ( $p < 0.005$ ), for both ceramic (EMAX 21,06MPa; VMII 24,27MPa), compared to E and E/S+ (range: 15.50 MPa to 20.96). The silane application alone (S and S+) resulted in significantly weaker bond strength, independent of the ceramic (EMAX 3,92 to 4,32MPa; VMII 5,69 to 5,91MPa). There were 5 specimens for group S and 3 for group S+ showing pre-test failure, which were considered as 0 MPa in the statistical analyses. No significant differences were found between E/S and E/S+ for VMII ( $p > 0.05$ ).

<b>Table 2-</b> Two-way ANOVA for experimental groups.					
Source	DF	Sum of square	Mean square	F	P*
Ceramic	1	317.786	317.786	25.276	0.000
Silane application	4	6478.144	1619.536	128.816	0.000
Ceramic x Silane application	4	60.490	15.123	1.203	0.314

\*p < 0.05 indicates statistically differences.

Groups S and S+ were not subjected to the aging step because of their poor baseline values and pretest failures. Three-way ANOVA (ceramic substrate, surface conditioning method and aging as factors) confirmed the significant effect of the substrate and the surface conditioning method (Table 3). Tukey HSD tests revealed that VMII remained superior to EMAX after aging ( $p < .001$ ). For surface conditioning, aging did not seem to have an effect on group E (22MPa vs. 21MPa at baseline for VITA and 14MPa vs. 15MPa at baseline for IPS e.max) ( $p = .17$ ). There was a decrease of 22-29% of SBS values due to aging in group E/S (19MPa vs. 24MPa at baseline for VITA and 16MPa vs. 21MPa at baseline for IPS e.max) ( $p = .004$ ). Aging had an opposite effect in E/S+ with a 17-31% increase of SBS values (25MPa vs. 19MPa at baseline for VITA

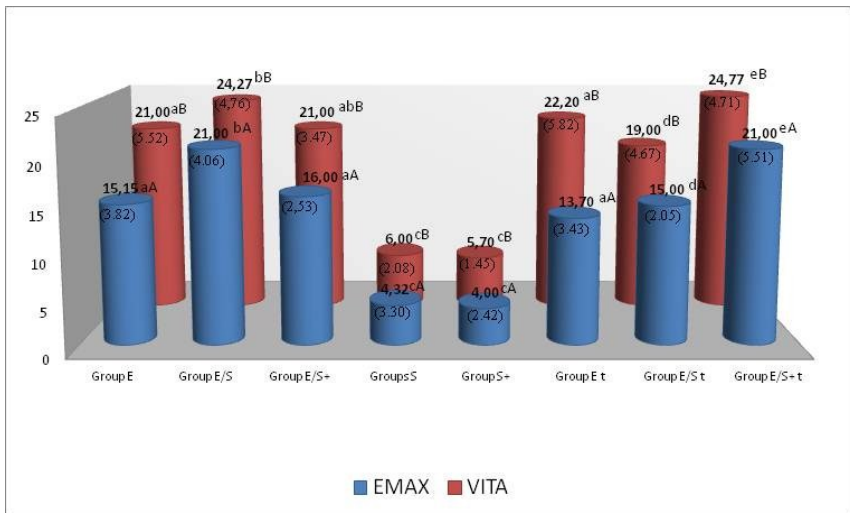
and 21MPa vs. 15MPa at baseline) ( $p=.034$ ). Table 5 presents the means and standard deviations SBS values for each group, before and after thermocycling.

Table 4

Dependent Variable: SBS

Source	Type III Sum of Squares	df	Mean Square	F	Sig.
Corrected Model	1814.090(a)	11	164.917	8.732	.000
Intercept	54250.950	1	54250.950	2872.306	.000
Substrate	859.956	1	859.956	45.530	.000
Aging	2.059	1	2.059	.109	.742
Surface condition	218.722	2	109.361	5.790	.004
Substrate* Aging	12.355	1	12.355	.654	.420
Substrate* Surface Condition	58.213	2	29.106	1.541	.218
Aging * Surface Condition	621.871	2	310.935	16.462	.000
Substrate* Aging * Surface Condition	40.914	2	20.457	1.083	.342
Error	2493.163	132	18.888		
Total	58558.202	144			
Corrected Total	4307.252	143			

a R Squared = .421 (Adjusted R Squared = .373)



While the failure mode for IPS e.max CAD was always adhesive, Vitablocs Mark II failed cohesively when etched (unless aged in E and E/S). Table 6 presents the failure mode for each group, before and after thermocycling.

Table 6

<b>Table 5-</b> Incidence of failure types in percentage (%) after SBS test.				
Silane application	Type of failure			
	Adhesive	EMAX Cohesive	Adhesive	VITA Cohesive
E	100	0	0	100
E/S	100	0	0	100
E/S+	100	0	0	100
S	100	0	100	0
S	100	0	100	0
E thermocycling	100	0	25	75
E/S thermocycling	100	0	75	25
E/S+ thermocycling	100	0	0	100

## Discussion

The microtensile bond strength (MTBS) test is usually preferred to evaluate interfacial adhesives because it generates uniform stress distribution across the bonded interface,<sup>20</sup> limiting the possibility of cohesive failure in the substrate.<sup>21</sup> Several other methods (shear, micro-shear, and tensile) can be used to determine in vitro the bond strength between resin luting agents and ceramics. None of these tests are accepted as a universal method and each of them have their own advantages and limitations. Several aspects must be taken into consideration when selecting a test method, such as the technique sensitivity (e.g. MTBS can present a high frequency of premature failures,<sup>22</sup> and it can be affected by cutting speed,<sup>23</sup> shape of the sample and the brittleness of the



---

substrate)<sup>24,25</sup> and the magnitude of the bond strength being investigated (strong bonds tend to generate more cohesive failures, which calls for specific tests). From a practical standpoint, the SBS test is considered a low technique-sensitive test as it avoids the specimen sectioning and trimming steps that can introduce early micro-cracking of fragile substrates.<sup>24-26</sup> As a result, some authors concluded that a shear approach was more appropriate compared to a microtensile approach.<sup>27-29</sup> Based on the above description, the main reason for choosing SBS as a test method was to avoid damage and generate cracks and defects that could influence the stress distribution in the bond interface. While it proved to be appropriate when using EMAX as a substrate (100% of adhesive failures), the SBS test generated a high percentage of cohesive failures with VMII when HF etching was used. This would normally mean that the substrate itself was evaluated rather than the bond. However, when looking at the results in figure 1, it is clear that the same trend is observed for both EMAX and VMII. There is a clear evidence that the use of the silane alone resulted in similar consequences for both materials (low SBS of 4-6MPa and 100% adhesive failures), which is in support of the present methods and data.

---

The adhesive performance in the course of time can be evaluated by thermocycling, the role of which is not necessarily to reproduce thermal stresses in the oral environment. Due to coefficient of thermal expansion differences between resins and ceramics, thermocycling also induces a mechanical fatigue phenomenon and hydrolytic degradation that accelerate the aging process resulting from many other factors *in vivo*. The number of cycles, temperatures and dwell time differ considerably between reports (300 to 1,000,000 cycles; temperatures of 0 to 67°C; dwell time of 15s to 120s). According to Gale and Darvell (1999 review)<sup>31</sup>, 10,000 cycles correlate with approximately one year of clinical service. The thermocycling protocol proposed in this study was 20,000 cycles and the primary goal was the simulation of thermally-induced mechanical loading. Only groups E, E/S, and E/S+ were subjected to thermocycling based on their excellent SBS values after 24h storage in distilled water. The use of silane alone (S and S+) not only resulted in poor baseline values at 24 h but also featured the only pre-failure test samples. Therefore it was decided not to proceed with thermocycling with those “silane alone” groups.

The simulation of aging can affect significantly the SBS values in different ways. For group E, independent of the

---

ceramic substrate, the values were not statistically different before and after aging, which is in agreement with Roulet, Söderholm, Longmate (1995),<sup>9</sup> who found no difference in resin-ceramic SBS after 12 months of storage in water. This reaffirms the importance of surface roughness, which is able to increase contact area, wettability and surface energy of the ceramic substrate.<sup>31,32</sup> It also creates mechanical interlocking for the luting agent. Another factor that should be considered is the composite resin degradation, which is material dependent.<sup>33,34</sup> The luting composite plays an important role in the final resin-ceramic bond strength.<sup>35</sup> In the present study the wetting resin (Optibond FL, bottle no. 2) is 48% filled and was associated with a highly-filled restorative composite resin. This can explain the high resistance to thermally-induced mechanical fatigue and hydrolysis even after 20,000 cycles. The use of a restorative composite as a luting composite is recommended because of the improved physic-mechanical properties, color stability and working time when compared to dual-cure or flowable composite resins.<sup>36</sup> Film thickness, which is normally limitation with restorative composites resins, can be resolved using preheating.<sup>37-43</sup>

In this study 5% HF-etching was applied during 20s for EMAX and 60s for VMII. This protocol was based on previous

---

studies showing that overetching can impair the ceramic substrate by producing microporosities and microcracks.<sup>9,44</sup> To confirm this finding a pilot test accomplished by the present authors using EMAX to compare two HF concentrations, 10% HF and 5% HF followed by silane application and hot air drying. The results showed significant difference in SBS values: 17MPa with 10% HF vs. 21MPa with 5% HF ( $p < .01$ ). For the clinician, this definitely stresses out the importance of knowing not only the generic name of a product but also the details about composition and concentration. HF acid is more commonly used as 10% for the porcelain veneer technique,<sup>13</sup> therefore practitioners would be tempted to use the same product for all types of ceramics.

When using EMAX, group E presented a stable SBS values after aging but was still significantly inferior to that of E/S+. This emphasizes the synergetic effect of etching and silane on that specific ceramic. Those differences were much less obvious for VMII possibly because of the cohesive failure mode that may have had a “masking effect” on the data (in this case the bond strength often exceeded the cohesive strength of the ceramic). Both EMAX and VMII E/S groups had significantly lower SBS values after thermocycling (15MPa and 19MPa, respectively). The constant contact with water can

---

induce hydrolysis of the siloxane bond (-Si-O-Si) and accelerate the degradation of the silane coupling agent.<sup>45</sup> The amount of hydrolytic damage is related to the proportion of siloxane bonds within the condensed layers of silane coupling agent and the amount of siloxane bonds between the monolayer and the ceramic surface. Because the outmost condensed layers in E/S were not rinsed, those instable chains with small oligomers could explain the weaker bond between ceramic and composite resin over aging. These findings are in contrast with some previous studies where the aged groups did not differ from the non-aged group in bond strength.<sup>46</sup> The explanation for this difference may lie in the aging period, varying between 1h and 5,000 cycles vs. 20,000 cycles in the present work.

For either ceramics, the best resin SBS after aging was obtained through the E/S+ treatment. This optimal silane application, as defined by Hooshmand et al.<sup>4</sup> aims at saturating the substrate surface with silane (relatively long application time of 60 s), securing the siloxane bond of the monolayer (two consecutive heat treatment, one before and one after hot rinsing) and eliminating the outmost loosely bond silane layers (hot rinsing). It appears from the results that this optimal application might not have had a tangible effect immediately or at 24h. However, the post-aging results speak in favor of that

---

technique. In the E/S treatment, the silane was applied only for 20 s in order to prevent the formation of the loosely bound oligomer layers but this might not have been sufficient to create a dense monolayer able to withstand the aging process. Rinsing with boiling water in the optimal application technique (E/S+) requires special care to avoid thermal shock to thin ceramic restorations such as porcelain veneers. If no internal residual stresses (from the firing process) are present, the ceramic should not suffer from the thermal stress. HF etching, however, significantly weakens the ceramic<sup>47</sup> and further research should explore the crack propensity of thin etched porcelain subjected to thermal stresses during the rinsing of the silane, even though no cracks were observed in the 2-mm thick specimens of this study. Another parameter to explore would be the difference between CAD/CAM and hand layered ceramics, which may have different residual stresses from firing and therefore different risk of thermally-induced cracking.

An hypothesis can be the fact that the silane condensation reaction continues with time and can be more resistant to the effect of long time water exposure, proving the stability of the inner silane layer.

---

Based on the results of the present study, the original works of Stangel et al. (1987)<sup>7</sup> still hold true and it cannot be recommended to omit HF-etching from the conditioning steps. Claims about HF potential injury to health when not properly handled are limited today because of the gel forms that limit the production of fumes and allow precise placement without splashing. However, HF generates insoluble silica-fluoride salts that can influence the resin-ceramic bond strength and must be removed by post-etching ultrasonic cleaning.<sup>13,14</sup> Failed attempts to eliminate the HF-etching step (Groups S and S+) confirm the fundamental contribution of the micromechanical bond. Those results may seem to be in contrast with Hooshmand et al. (2002),<sup>4</sup> who found that the optimal silane application was capable to provide a durable resin-ceramic tensile bond. However, the effect of HF-etching associated with a silane was not evaluated and HF-etching was not following by post-etching cleaning. Fabianelli et al. (2010)<sup>6</sup> were able to obtain similar bond strength to IPS Empress when combining HF-etching/ heat-dried silane or when using the heat-dried silane alone. However, it is know from Della Bona and Van Noort (1998)<sup>48</sup> that IPS Empress, unlike IPS e.max, is not a favorable substrate for HF etching. In addition, no post-etching cleaning and no aging process were carried out by

---

Fabianelli et al. (2010).<sup>6</sup> Omission of simulated aging probably offer figures that misrepresent the actual contribution of silane coupling agents to the long-term in vivo bond strengths.<sup>49</sup>

The failure mode, analyzed by macrophotography, showed 100% of adhesive failure with EMAX (all groups). This accounts for the high cohesive strength of the lithium disilicate substrate. On the other hand, VMII displayed 100% adhesive failure only in groups where the HF-etching was omitted (S and S+). When HF-etching was applied to VMII and aging was simulated adhesive failures were still found except for E/S+, the only group in this study with 100% cohesive failure after aging. Even though this represents a weakness in the experimental method, it still speaks in favor of the optimal silane application in combination to HF etching.

The results from this study are limited to an in vitro set-up and only one silane coupling agent. Knowing that ceramic primers including not only silane but also other monomers such as MDP are available on the market and can vary from one another, further research should focus on those materials, as well as other practical methods for the hot rinsing step such as the use of steam cleaning.

## **Conclusion**



---

From this in-vitro study, it can be concluded that the silane application method and the simulated aging affected significantly the SBS values for both feldspathic porcelain and lithium disilicate ceramic. The combination of HF etching (including post-etching cleaning) and heat-dried silane coupling proved superior to the use of a single conditioning method. HF-etching as a single treatment proved superior compared to the heat-dried silane coupling alone. Furthermore, the results showed that the optimal silane application (hot water rinsing) was significant in maintaining a high resin-ceramic CAD/CAM SBS values after simulated aging (20,000 cycles equivalent to 2 years of service).

## **References**

- <sup>1</sup> Jardel V, Degrange M, Picard B, Derrien G. Surface energy of etched ceramic. *Int J Prosthodont*. 1999 Sep-Oct;12(5):415-8.
- <sup>2</sup> Nagayassu MP, Shintome LK, Uemura ES, Araújo JE. Effect of surface treatment on the shear bond strength of a resin-based cement to porcelain. *Braz Dent J*. 2006;17(4):290-5.
- <sup>3</sup> Ho GW, Matinlinna JP. Evaluation of the microtensile bond strength between resin composite and hydrofluoric acid etched

---

ceramic in different storage media. *J Adhes Sci Technol* 2011;25:2671–85.

<sup>4</sup> Hooshmand T, van Noort R, Keshvad A. Bond durability of the resin-bonded and silane treated ceramic surface. *Dent Mater*. 2002 Mar;18(2):179-88.

<sup>5</sup> Filho AM, Vieira LC, Araújo E, Monteiro Júnior S. Effect of different ceramic surface treatments on resin microtensile bond strength. *J Prosthodont*. 2004 Mar;13(1):28-35.

<sup>6</sup> Fabianelli A, Pollington S, Papacchini F, Goracci C, Cantoro A, Ferrari M, van Noort R. The effect of different surface treatments on bond strength between leucite reinforced feldspathic ceramic and composite resin. *J Dent*. 2010 Jan;38(1):39-43.

<sup>7</sup> Stangel I, Nathanson D, Hsu CS. Shear strength of the composite bond to etched porcelain. *J Dent Res*. 1987 Sep;66(9):1460-5.

<sup>8</sup> Sorensen JA, Engelman MJ, Torres TJ, Avera SP. Shear bond strength of composite resin to porcelain. *Int J Prosthodont*. 1991 Jan-Feb;4(1):17-23.

<sup>9</sup> Roulet JF, Söderholm KJ, Longmate J. Effects of treatment and storage conditions on ceramic/composite bond strength. *J Dent Res*. 1995 Jan;74(1):381-7.

- 
- <sup>10</sup> Spohr AM, Sobrinho LC, Consani S, Sinhoreti MA, Knowles JC. Influence of surface conditions and silane agent on the bond of resin to IPS Empress 2 ceramic. *Int J Prosthodont.* 2003 May-Jun;16(3):277-82.
- <sup>11</sup> Meldrum M. Toxicology of hydrogen fluoride in relation to major accident hazards. *Regul Toxicol Pharmacol.* 1999 Oct;30(2 Pt 1):110-6.
- <sup>12</sup> Ozcan M, Allahbeickaraghi A, Dündar M. Possible hazardous effects of hydrofluoric acid and recommendations for treatment approach: a review. *Clin Oral Investig.* 2012 Feb;16(1):15-23.
- <sup>13</sup> 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.
- <sup>14</sup> Belli R, Guimarães JC, Filho AM, Vieira LC. Post-etching cleaning and resin/ceramic bonding: microtensile bond strength and EDX analysis. *J Adhes Dent.* 2010 Aug;12(4):295-303.
- <sup>15</sup> Shen C, Oh WS, Williams JR. Effect of post-silanization drying on the bond strength of composite to ceramic. *J Prosthet Dent.* 2004 May;91(5):453-8.
- <sup>16</sup> Monticelli F, Toledano M, Osorio R, Ferrari M. Effect of temperature on the silane coupling agents when bonding core

---

resin to quartz fiber posts. *Dent Mater.* 2006 Nov;22(11):1024-8.

<sup>17</sup> Papacchini F, Monticelli F, Hasa I, Radovic I, Fabianelli A, Polimeni A, Ferrari M. Effect of air-drying temperature on the effectiveness of silane primers and coupling blends in the repair of a microhybrid resin composite. *J Adhes Dent.* 2007 Aug;9(4):391-7.

<sup>18</sup> Queiroz JR, Benetti P, Ozcan M, de Oliveira LF, Della Bona A, Takahashi FE, Bottino MA. Surface characterization of feldspathic ceramic using ATR FT-IR and ellipsometry after various silanization protocols. *Dent Mater.* 2012 Feb;28(2):189-96.

<sup>19</sup> Schrader ME, Radioisotopic studies of bonding at the interface. *J Adhes* 1970;2:202-12. (abstract)

<sup>20</sup> Pashley DH, Carvalho RM, Sano H, Nakajima M, Yoshiyama M, Shono Y, Fernandes CA, Tay F. The microtensile bond test: a review. *J Adhes Dent.* 1999 Winter;1(4):299-309.

<sup>21</sup> Sano H, Shono T, Sonoda H, Takatsu T, Ciucchi B, Carvalho R, Pashley DH. Relationship between surface area for adhesion and tensile bond strength--evaluation of a micro-tensile bond test. *Dent Mater.* 1994 Jul;10(4):236-40.

<sup>22</sup> Perdigão J, Gomes G, Gondo R, Fundingsland JW. In vitro

---

bonding performance of all-in-one adhesives. Part I--microtensile bond strengths. *J Adhes Dent.* 2006 Dec;8(6):367-73.

<sup>23</sup> Sadek FT, Cury AH, Monticelli F, Ferrari M, Cardoso PE. The influence of the cutting speed on bond strength and integrity of microtensile specimens. *Dent Mater.* 2005 Dec;21(12):1144-9.

<sup>24</sup> Goracci C, Sadek FT, Monticelli F, Cardoso PE, Ferrari M. Influence of substrate, shape, and thickness on microtensile specimens' structural integrity and their measured bond strengths. *Dent Mater.* 2004 Sep;20(7):643-54.

<sup>25</sup> Sadek FT, Cury AH, Monticelli F, Ferrari M, Cardoso PE. The influence of the cutting speed on bond strength and integrity of microtensile specimens. *Dent Mater.* 2005 Dec;21(12):1144-9.

<sup>26</sup> Ferrari M, Goracci C, Sadek F, Eduardo P, Cardoso C. Microtensile bond strength tests: scanning electron microscopy evaluation of sample integrity before testing. *Eur J Oral Sci.* 2002 Oct;110(5):385-91.

<sup>27</sup> Ishikawa A, Shimada Y, Foxton RM, Tagami J. Microtensile and micro-shear bond strengths of current self-etch adhesives to enamel and dentin. *Am J Dent.* 2007 Jun;20(3):161-6. (abstrat)

- 
- <sup>28</sup> Beloica M, Goracci C, Carvalho CA, Radovic I, Margvelashvili M, Vulicevic ZR, Ferrari M. Microtensile vs microshear bond strength of all-in-one adhesives to unground enamel. *J Adhes Dent*. 2010 Dec;12(6):427-33.
- <sup>29</sup> El Zohairy AA, Saber MH, Abdalla AI, Feilzer AJ. Efficacy of microtensile versus microshear bond testing for evaluation of bond strength of dental adhesive systems to enamel. *Dent Mater*. 2010 Sep;26(9):848-54.
- <sup>30</sup> Gale MS, Darvell BW. Thermal cycling procedures for laboratory testing of dental restorations. *J Dent*. 1999 Feb;27(2):89-99.
- <sup>31</sup> 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.
- <sup>32</sup> Della Bona A, Shen C, Anusavice KJ. Work of adhesion of resin on treated lithia disilicate-based ceramic. *Dent Mater*. 2004 May;20(4):338-44.
- <sup>33</sup> Osorio R, Castillo-de Oyagüe R, Monticelli F, Osorio E, Toledano M. Resistance to bond degradation between dual-cure resin cements and pre-treated sintered CAD-CAM dental ceramics. *Med Oral Patol Oral Cir Bucal*. 2012 Jul 1;17(4):e669-77.
- <sup>34</sup> Liu Q, Meng X, Yoshida K, Luo X. Bond degradation

---

behavior of self-adhesive cement and conventional resin cements bonded to silanized ceramic. *J Prosthet Dent.* 2011 Mar;105(3):177-84.

<sup>35</sup>Peumans M, Hikita K, De Munck J, Van Landuyt K, Poitevin A, Lambrechts P, Van Meerbeek B. Bond durability of composite luting agents to ceramic when exposed to long-term thermocycling. *Oper Dent.* 2007 Jul-Aug;32(4):372-9.

<sup>36</sup>Besek M, Mörmann WH, Persi C, Lutz F. [The curing of composites under Cerec inlays]. *Schweiz Monatsschr Zahnmed.* 1995;105(9):1123-8. Abstract.

<sup>37</sup>Daronch M, Rueggeberg FA, De Goes MF. Monomer conversion of pre-heated composite. *J Dent Res.* 2005 Jul;84(7):663-7.

<sup>38</sup>Daronch M, Rueggeberg FA, De Goes MF, Giudici R. Polymerization kinetics of pre-heated composite. *J Dent Res.* 2006 Jan;85(1):38-43.

<sup>39</sup>Wagner WC, Aksu MN, Neme AM, Linger JB, Pink FE, Walker S. Effect of pre-heating resin composite on restoration microleakage. *Oper Dent.* 2008 Jan-Feb;33(1):72-8.

<sup>40</sup>Frões-Salgado NR, Silva LM, Kawano Y, Francci C, Reis A, Loguercio AD. Composite pre-heating: effects on marginal adaptation, degree of conversion and mechanical properties. *Dent Mater.* 2010 Sep;26(9):908-14.

- 
- <sup>41</sup> Lucey S, Lynch CD, Ray NJ, Burke FM, Hannigan A. Effect of pre-heating on the viscosity and microhardness of a resin composite. *J Oral Rehabil.* 2010 Apr;37(4):278-82.
- <sup>42</sup> Mundim FM, Garcia Lda F, Cruvinel DR, Lima FA, Bachmann L, Pires-de-Souza F de C. Color stability, opacity and degree of conversion of pre-heated composites. *J Dent.* 2011 Jul;39 Suppl 1:e25-9.
- <sup>43</sup> Deb S, Di Silvio L, Mackler HE, Millar BJ. Pre-warming of dental composites. *Dent Mater.* 2011 Apr;27(4):e51-9.
- <sup>44</sup> Yen TW, Blackman RB, Baez RJ. Effect of acid etching on the flexural strength of a feldspathic porcelain and a castable glass ceramic. *J Prosthet Dent.* 1993 Sep;70(3):224-33.
- <sup>45</sup> [www.gelest.com](http://www.gelest.com) Novembro, 2011 às 14:00h.
- <sup>46</sup> Newburg R, Pameijer CH. Composite resins bonded to porcelain with silane solution. *J Am Dent Assoc.* 1978 Feb;96(2):288-91.
- <sup>47</sup> 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.
- <sup>48</sup> Della Bona A, van Noort R. Ceramic surface preparations for resin bonding. *Am J Dent.* 1998 Dec;11(6):276-80.
- <sup>49</sup> Pratt RC, Burgess JO, Schwartz RS, Smith JH. Evaluation of



---

bond strength of six porcelain repair systems. J Prosthet Dent.  
1989 Jul;62(1):11-3.

---

## Resin bonding of CAD/CAM lithium disilicate restorations with different composite resin with and without wetting resin

Abstract:

**Objectives.** Assess the effect of applying a low viscosity resin before placing ceramic restoration with different luting agent.

**Materials and methods.** Twenty slices from IPS e.max CAD (Ivoclar Vivadent) were fired and assigned to 5 groups; E: hydrofluoric acid (HF); E/S: HF-etching + silane (20s); E/S+: HF-etching + silane (60s); S: silane (20s); S+: silane (60s). Half of each group received adhesive (Optibond FL bottle #2), and the other half no adhesive. The cylinders for SBS test were built with composite resin or flowable and tested after 24h.

**Results.** Groups ES and ES+, with flowable+adhesive and ES with composite resin+adhesive, showed the highest SBS values (22.05, 18.91 and 21.06MPa respectively), followed by group E with or without adhesive, for both luting agent. The lowest bond strength was observed when the silane was applied alone, independent of the adhesive coat and luting agent (0.65-5.55MPa). When the adhesive was omitted, flowable presented high bond strength compared to composite resin in groups ES and ES+. **Conclusions.** The low viscosity resin in the etched

---

and silanized ceramic surface is important to obtain high SBS values.

## **Introduction**

A reliable bonding to ceramic restoration can be obtained by the association of factors as well as ceramic topography and chemical adhesion.<sup>1-3</sup> Regarding the surface characteristic, the silica-based ceramic can be easily modified by the hydrofluoric-acid etching (HF) which is able to create micro-mechanical retention by the selective dissolution of the glassy phase.<sup>1</sup> The further step is the silanization that takes care of the chemical adhesion between two different composition of materials (ceramic and resin) that need to be linked.<sup>2,3</sup> When silane agent coupling is enforced, multiple layers are forming in the ceramic surface, among these layers there are two (physiosorbed and chemisorbed region) that consists in loosely bound oligomers thus that can be easily hydrolyzed and affect negatively the restoration durability. Therefore, it is necessary to remove these outermost layers by hot air drying and rinsing with hot water.<sup>4-8</sup>

The luting step is followed mostly by the directly application of the resin cement in the inner etched and silanized ceramic surface. Some clinicians avoid the previous

---

adhesive coat wondering about the thickness that it can promote and results in a bad adaptation of the restoration. However, it is questionable the ability of the luting agent to fill in all the micrometric spaces created by the HF-etching. The aim of applying a low-viscosity material is to create an interlocking that affects the resin-ceramic bond,<sup>9,10</sup> but these effects still warrant investigation. Another important fact is the choice of the luting agent material that seems to be imperative regarding not only about bond strength but also degradation process.<sup>11,12</sup> Composite resin used as a luting agent can present some advantages over resin cement as well as degradation resistance, color stability<sup>13-20</sup> and can also works like a reparable material during the luting in cases of little cracks in the margins.<sup>21</sup> However, the viscosity of the composite resin is higher compared to resin cement, because of the percentage of fillers and probably it is not ably to penetrated in the micro retentions of the etched ceramic. The purpose of this study was to assess the effect of applying adhesive coat before placing ceramic restoration with different luting agent, composite resin or flowable. The first null-hypothesis tested was that the treatments do not affect the bond strength. The second null-hypothesis was that the luting agent do not makes difference in the bond strength.

## **Materials and methods**

Twenty slices (14x16x2mm) of IPS e.max CAD (EMAX; Ivoclar Vivadent, AG, Schann, Liechtenstein) were obtained by sectioning CAD/CAM blocks with a slow-speed diamond water-cooled saw (Isomet, Buehler, Lake Bluff, IL, USA). The slices were crystalized in a ceramic furnace (Austromat 624; DEKEMA Dental-Keramiköfen GmgH, Freilassing, Germany) following the manufacturer's instructions. All the slices were embedded in an acrylic resin positioning base (Palapress; Heraeus Kulzer, Hanau, Germany) and polished with 400- and 600-grit silicon carbide paper under water cooling. The surfaces of all slices were then cleaned in an ultrasonic bath in distilled water during 5 min. Five surface conditioning methods were applied: E - 5% HF-etching (IPS Ceramic Etching Gel, Ivoclar Vivadent) for 20s, rinsing with air/water spray for 60s followed by post-etching cleaning in ultrasonic bath in distilled water for 2 min; E/S - 5% HF-etching as above, silane (Silane, Ultradent, South Jordan, Utah) applied for 20s and air dried for 20s, hot dried at 60°C for 20s; E/S+ - 5% HF-etching as above, silane applied for 60s, air dried for 20s and hot air dried 60°C for 20s (with hair dryer at

---

10cm-distance), rinsed with boiling water for 15s and hot air dried for another 20s; S – no etching, silane for 20s followed by air dried for 20s, hot dried at 60°C for 20s or S+ - no etching, silane applied for 60s, air dried for 20s and hot air dried 60°C for 20s, rinsed with boiling water for 15s and hot air dried another for 20s.

Specimens were then placed in a positioning device and a teflon mold (Ultradent Jig) containing a bonding area  $0.04448 \text{ cm}^2$  was used. Half of each group received adhesive resin coating (Optibond FL bottle #2) and the other half no adhesive was applied. The cylinders for SBS test were built with composite resin (Z100, 3M-ESPE) inserted into the mold in two increments of approximately 1.8 mm each, using a small condensing spatula or flowable composite (Filtek Supreme Ultra, 3M ESPE) and light polymerized for 20s (Valo, Ultradent) at  $1000 \text{ mW/cm}^2$ . Six resin cylinders (diameter: 2.4mm) were built onto each ceramic slice (length: 15mm, width: 4mm, thickness: 2 mm), 3.5mm apart, resulting in 12 specimens per group. The test was performed after 24h of storage in distilled water. All samples were submitted to SBS testing (Shear Bond Tester; Bisco Inc., Schaumburg, IL) with a ramp load of 43.8-kg-force per minute. The failure mode was

---

assessed by macro-photography (Nikon D60 and Sigma Lens 105mm and a teleconverter x2, Vivitar).

The mean bond strength and standard deviation were calculated for all groups. Statistical analysis was performed using multifactorial analyses of variance Two-way ANOVA. The Tukey HSD test was used to test the average values of all groups. The significance level adopted in all analyses was  $\leq 0.05$  ( $p < 0.05$ ) (Table 1).

## **Results**

All SBS means are presented in Table 2. The comparison between groups when composite resin was used as a luting agent showed higher SBS values for ES with adhesive, followed by E = ES+ with and without adhesive. The omission of adhesive coat provoked no statistically difference between E, ES and ES+. However the comparison among adhesive and no adhesive showed a significant decrease in bond strength for ES and ES+, while for E the values were not statistically different. When flowable was used as a luting agent the highest SBS value were obtained with ES and ES+ with adhesive, followed by E. When the adhesive layer was not applied E, ES and ES+ showed no statistically difference. The lowest SBS

---

values were obtained with S and S+ independent of the adhesive layer and the luting agent. The comparison between the luting agents, revealed that for groups ES+ with adhesive, ES and ES+ without adhesive flowable was statistically higher than composite resin.

SOURCE	DF	SS	MS	F	PROB>F	Omega Squared
Among Treatments	9	9877.959	1097.551	94.160	0.000	0.734
Among Composite resin and Flowable	1	242.225	242.225	20.781	0.000	0.017
Interaction	9	626.287	69.587	5.970	0.000	0.039
Within Groups	220	2564.362	11.656			
Total	239	13310.833	55.694			



Treatments	Composite Resin	Flowable	Composite Resine + Flowable Means
E	15,15bA	13,13bA	14,14b
E/S	21,06aB	18,91aB	19,98a
E/S+	15,93bC	22,05aD	18,99a
S	4,32dE	4,85dE	4,58d
S+	3,92dF	5,55dF	4,73d
E (no adhesive)	11,79bcG	11,04bcG	11,42bc
E/S (no adhesive)	10,88bcH	17,22bcI	14,05bc
E/S+ (no adhesive)	10,13cJ	17,01bcK	13,59bc
S (no adhesive)	0,65dL	3,31dL	1,98d
S+ (no adhesive)	1,53dM	2,41dM	1,98d

Table 2- Different lower letter in the same column are statistically different. Different upper letter in the same line are statistically different.

## Discussion

The first null-hypothesis tested was rejected since the treatments affect the SBS values. The second null-hypothesis was partially rejected, as the luting agent had statistically influence on bond strength in groups ES+ with adhesive, ES and ES+ without adhesive. The reason that etching alone promoted similar bond strength can be explained by the micromechanical interlocking created by the luting agent or adhesive coat.<sup>22</sup> However, the association between the

---

mechanical and chemical ceramic treatment reaffirms to be important to reach high bond strength. Application of the unfilled resin over silane also provides better infiltration to the irregularities created on etched surfaces.<sup>9</sup> In the other hand, Passos et al.<sup>10</sup> did not found better results applying the adhesive coat before the luting agent, perhaps this difference in results may be due to the different materials used for research. The low viscosity resin seems to be indispensable to promote better wettability in the etched and silanized ceramic surface, infiltrate in the micrometric spaces and ensuring the ceramic bond strength by micromechanical interlocking.<sup>9,22</sup> The omission of this step probably generated an insufficient penetration of the luting agent in the micro porosity and consequently decreases the ceramic mechanical strength.<sup>23</sup> The empty spaces left can be an area of concentrated stress when laying under mechanical loading, since the adhesive layer work like a damper.<sup>24</sup> The lower bond strength obtained by silane alone, independent of the adhesive layer and the luting agent, can be explained by the absence of retention in the ceramic surface, showing that the chemical step alone is not sufficient to obtain high bond strength. Regarding the luting agent, the similarity in bond strength between resin composite and flowable could be explained by the fact that in this research the

---

author did not used a load during the luting agent application. A load during the luting could promote a better penetration of the resin into the ceramic retention. This study is restricted to some materials and did not evaluated the longevity of the SBS, thus more studies are suggested to compare the luting agent degradation in the course of time.

### **Conclusion**

When the low viscosity resin is applied in an etched and silanized ceramic surface, the luting agent seems not to make difference in resin-ceramic bond strength (SBS).

### **References**

- <sup>1</sup> Della Bona A, van Noort R. Ceramic surface preparations for resin bonding. *Am J Dent.* 1998 Dec;11(6):276-80.
- <sup>2</sup> Roulet JF, Söderholm KJ, Longmate J. Effects of treatment and storage conditions on ceramic/composite bond strength. *J Dent Res.* 1995 Jan;74(1):381-7.
- <sup>3</sup> Jardel V, Degrange M, Picard B, Derrien G. Surface energy of etched ceramic. *Int J Prosthodont.* 1999 Sep-Oct;12(5):415-8.
- <sup>4</sup> Monticelli F, Toledano M, Osorio R, Ferrari M. Effect of temperature on the silane coupling agents when bonding core

---

resin to quartz fiber posts. *Dent Mater.* 2006 Nov;22(11):1024-8.

<sup>5</sup> Shen C, Oh WS, Williams JR. Effect of post-silanization drying on the bond strength of composite to ceramic. *J Prosthet Dent.* 2004 May;91(5):453-8.

<sup>6</sup> Fabianelli A, Pollington S, Papacchini F, Goracci C, Cantoro A, Ferrari M, van Noort R. The effect of different surface treatments on bond strength between leucite reinforced feldspathic ceramic and composite resin. *J Dent.* 2010 Jan;38(1):39-43.

<sup>7</sup> Filho AM, Vieira LC, Araújo E, Monteiro Júnior S. Effect of different ceramic surface treatments on resin microtensile bond strength. *J Prosthodont.* 2004 Mar;13(1):28-35.

<sup>8</sup> Hooshmand T, van Noort R, Keshvad A. Bond durability of the resin-bonded and silane treated ceramic surface. *Dent Mater.* 2002 Mar;18(2):179-88.

<sup>9</sup> Naves LZ, Soares CJ, Moraes RR, Gonçalves LS, Sinhoreti MA, Correr Sobrinho L. Surface/interface morphology and bond strength to glass ceramic etched for different periods. *Oper Dent.* 2010 Jul-Aug;35(4):420-7.

<sup>10</sup> Passos SP, Valandro LF, Amaral R, Ozcan M, Bottino MA, Kimpara ET. Does adhesive resin application contribute to resin bond durability on etched and silanized feldspathic

---

ceramic? *J Adhes Dent.* 2008 Dec;10(6):455-60.

<sup>11</sup> Osorio R, Castillo-de Oyagüe R, Monticelli F, Osorio E, Toledano M. Resistance to bond degradation between dual-cure resin cements and pre-treated sintered CAD-CAM dental ceramics. *Med Oral Patol Oral Cir Bucal.* 2012 Jul 1;17(4):e669-77.

<sup>12</sup> Liu Q, Meng X, Yoshida K, Luo X. Bond degradation behavior of self-adhesive cement and conventional resin cements bonded to silanized ceramic. *J Prosthet Dent.* 2011 Mar;105(3):177-84.

<sup>13</sup> Besek M, Mörmann WH, Persi C, Lutz F. [The curing of composites under Cerec inlays]. *Schweiz Monatsschr Zahnmed.* 1995;105(9):1123-8. Abstract.

<sup>14</sup> Daronch M, Rueggeberg FA, De Goes MF. Monomer conversion of pre-heated composite. *J Dent Res.* 2005 Jul;84(7):663-7.

<sup>15</sup> Daronch M, Rueggeberg FA, De Goes MF, Giudici R. Polymerization kinetics of pre-heated composite. *J Dent Res.* 2006 Jan;85(1):38-43.

<sup>16</sup> Wagner WC, Aksu MN, Neme AM, Linger JB, Pink FE, Walker S. Effect of pre-heating resin composite on restoration microleakage. *Oper Dent.* 2008 Jan-Feb;33(1):72-8.

<sup>17</sup> Fróes-Salgado NR, Silva LM, Kawano Y, Francci C, Reis A,

---

Loguercio AD. Composite pre-heating: effects on marginal adaptation, degree of conversion and mechanical properties. *Dent Mater.* 2010 Sep;26(9):908-14.

<sup>18</sup> Lucey S, Lynch CD, Ray NJ, Burke FM, Hannigan A. Effect of pre-heating on the viscosity and microhardness of a resin composite. *J Oral Rehabil.* 2010 Apr;37(4):278-82.

<sup>19</sup> Mundim FM, Garcia Lda F, Cruvinel DR, Lima FA, Bachmann L, Pires-de-Souza F de C. Color stability, opacity and degree of conversion of pre-heated composites. *J Dent.* 2011 Jul;39 Suppl 1:e25-9.

<sup>20</sup> Deb S, Di Silvio L, Mackler HE, Millar BJ. Pre-warming of dental composites. *Dent Mater.* 2011 Apr;27(4):e51-9.

<sup>21</sup> Lohbauer U, Zinelis S, Rahiotis C, Petschelt A, Eliades G. The effect of resin composite pre-heating on monomer conversion and polymerization shrinkage. *Dent Mater.* 2009 Apr;25(4):514-9.

<sup>22</sup> Peumans M, Van Meerbeek B, Yoshida Y, Lambrechts P, Vanherle G. Porcelain veneers bonded to tooth structure: an ultra-morphological FE-SEM examination of the adhesive interface. *Dent Mater.* 1999 Mar;15(2):105-19.

<sup>23</sup> Mecholsky JJ Jr. Fractography: determining the sites of fracture initiation. *Dent Mater.* 1995 Mar;11(2):113-6.

---

<sup>24</sup> Lastumäki TM, Lassila LV, Vallittu PK. The semi-interpenetrating polymer network matrix of fiber-reinforced composite and its effect on the surface adhesive properties. *J Mater Sci Mater Med.* 2003 Sep;14(9):803-9.

---

## Silane application method can influence the bond strength to lithium disilicate ceramic

Abstract:

**Objectives.** Evaluate the effect of silane application method on the resin-ceramic shear bond strength (SBS). **Materials and methods.** Ten 2mm-thick slices of IPS e.max CAD (Ivoclar Vivadent), were crystallized and embedded in acrylic resin and polished with 400 and 600-grit SiC paper. The surface of each block was cleaned and randomly assigned to 5 groups; E/S: hydrofluoric acid (HF) followed by silane application (20s), air drying and hot drying; E/S2: same as E/S but applied twice (20s+20s) with air drying and hot during between the applications; E/S3: same as E/S but silane applied 3 times (20s+20s+20s) with air drying and hot drying between the applications; E/S+: HF-etching followed by silane application (60s), air drying and hot air drying, rinsing with boiling water and hot air drying; E/S+s: same as E/S+ but cleaning with steam instead of boiling water. Cylinders of composite resin (n=12/slice) (Z100, 3M-ESPE) were bonded with adhesive resin (Optibond FL adhesive, Kerr) in the ceramic surface. SBS testing was carried out after 24 h of storage in water. **Results.** Bond strength mean values were statistically different: E/S



---

(21.06 MPa) > E/S2 (14.10 MPa) = E/S3 (15.74MPa) = E/S+ (15.93MPa) = E/S+s (14.11MPa). **Conclusions.** Silane re-application reduces the bond strength after 24h testing.

## **Introduction**

Bonding to silica-based ceramic implies two types of processes: mechanical and chemical.<sup>1-3</sup> The hydrofluoric-acid etching (HF) is able to remove selectively the ceramic glassy phase creating micromechanical retentions that can interlock when the low viscosity wetting resin is applied.<sup>4</sup> The chemical bonding is obtained by the silane coupling agent, a bi-functional monomer that can link two different substrates, organic and inorganic.<sup>5</sup> Some factors can influence silane efficiency such as the silane type and the amount of siloxane groups saturating the ceramic surface. When a silane coupling agent is applied to the ceramic surface multiple layers are forming.<sup>6</sup> Close to the substrate, the silane is more uniform (monolayer) and is able to promote a stable covalent bonding (chemisorption). The middle layer presents a mix of loosely bound oligomers (physisorption) but also few covalently bonded oligomers.<sup>6,7</sup> The outmost layer is characterized by small very loose oligomers, which is a weak link in the interface. To access the inner monolayer some procedures have

---

been proposed, including hot drying to consolidate the condensation process (covalent bond)<sup>8-11</sup> and hot water rinsing, to remove the weak physisorbed layer.<sup>6</sup> It seems that 60 seconds of application time is necessary to be able to saturate the ceramic surface and generate a dense three-dimensional network of covalently bound silane. The silane can also be applied in 3 increments of 20 seconds. Therefore, the purpose of this study was to evaluate those different application protocol and the effect on the resin-ceramic bond strength. The null-hypothesis tested was that no difference in bond strength would be found with different silane application methods.

## **Materials and methods**

Ten 2-mm slices (14x16x2mm) of IPS e.max CAD (EMAX; Ivoclar Vivadent, AG, Schann, Liechtenstein) were obtained by sectioning CAD/CAM blocks with a slow-speed diamond water-cooled saw (Isomet, Buehler, Lake Bluff, IL, USA). The slices were crystalized in a ceramic furnace (Austromat 624; DEKEMA Dental-Keramiköfen GmgH, Freilassing, Germany) following the manufacturer's instructions. All the slices were embedded in an acrylic resin positioning base (Palapress; Heraeus Kulzer, Hanau, Germany)

---

and polished with 400- and 600-grit silicon carbide paper under water cooling. The surfaces of all slices were then cleaned in an ultrasonic bath in distilled water during 5 min. Five surface conditioning methods were applied: E/S - 5% HF-etching (IPS Ceramic Etching Gel, Ivoclar Vivadent) for 20s, rinsed for 60s with air/water, followed by silane (Silane, Ultradent, South Jordan, Utah) application for 20s and air dried for 20s, hot dried at 60°C for 20s (with hair dryer at 10cm-distance); E/S2- HF-etching same as above, but the silane was applied two times (20s+20s), between the application the silane was air dried (20s) and hot dried (20s); E/S3- HF-etching same as above, but the silane was applied three times (20s+20s+20s) with air drying and hot drying between the three applications; E/S+ - HF-etching as above, silane applied for 60s, air dried for 20s and hot air dried 60°C for another 20s rinsed with boiling water for 15s and hot air dried again for 20s; E/S+s- same as E/S+, but cleaning with steam instead of boiling water.

The adhesive system (Optibond FL, Kerr Corp, Orange, California, USA) was applied to the ceramic, then the restorative composite resin Z100 (3M-ESPE) was inserted into a cylindrical mold in two increments of approximately 1.8 mm each using a small condensing spatula. Each increment was light polymerized for 20s (Valo, Ultradent) at 1000 mW/cm<sup>2</sup>.

---

Six resin cylinders (diameter: 2.4mm) were built onto each ceramic slice (length: 15mm, width: 4mm, thickness: 2 mm), 3.5mm apart, resulting in 12 specimens per group. All samples were submitted to SBS testing (Shear Bond Tester; Bisco Inc., Schaumburg, IL) with a ramp load of 43.8-kg-force per minute. The failure mode was assessed by macro-photography (Nikon D60 and Sigma Lens 105mm and a teleconverter x2, Vivitar).

The mean bond strength and standard deviation were calculated for all groups. Statistical analysis was performed using multifactorial analyses of variance One-way ANOVA. The Tukey HSD test was used for posthoc pairwise comparisons. The significance level adopted in all analyses was  $\leq 0.05$  ( $p < 0.05$ ) (Table 1).

## **Results**

The mean values for all groups are presented in Table 2. Group E/S presented SBS values significantly higher than all other groups (21.06 MPa). No statistically difference was showed in groups E/S2, E/S3, E/S+ and E/S+s (14.10 - 15.93 MPa).

Table 1-

SOURCE	D.F.	SS	MS	F	PROB.>F	OMEGA SQR.
Groups	4	391.58	97.89	9.26	0.00	0.36
Within	55	581.14	10.57			
Total	59	972.72				

Table 2-

Groups	Means (SD)
E/S	21.06 (4.06)a
E/S2	14.10 (3.95)b
E/S3	15.74 (2.72)b
E/S+	15.93 (2.53)b
E/S+s	14.11 (2.64)b

## Discussion

The null-hypothesis was partially rejected since the resin-ceramic bond strength was statistically higher for E/S compared to the other groups.

The silane re-application did not prove to work probably because it oversaturated the ceramic substrate. Rinsing with boiling water has been proposed to expose the monolayer and remove the outermost coats.<sup>6,7</sup> In this study was

---

also suggested to use steam instead of hot water. The results of bond strength showed that the steam can be also used as a method to eliminate the external layers formed by the silane application.

In this research the SBS test was performed after 24h in water storage, further studies should focus on the silane re-application over time and the effect in resin-ceramic bond strength.

## **Conclusion**

The silane re-application can negatively influence the resin-ceramic bond strength in immediate testing.

## **References**

- <sup>1</sup> Jardel V, Degrange M, Picard B, Derrien G. Surface energy of etched ceramic. *Int J Prosthodont*. 1999 Sep-Oct;12(5):415-8.
- <sup>2</sup> Nagayassu MP, Shintome LK, Uemura ES, Araújo JE. Effect of surface treatment on the shear bond strength of a resin-based cement to porcelain. *Braz Dent J*. 2006;17(4):290-5.
- <sup>3</sup> Ho GW, Matinlinna JP. Evaluation of the microtensile bond strength between resin composite and hydrofluoric acid etched ceramic in different storage media. *J Adhes Sci Technol* 2011;25:2671–85.

- 
- <sup>4</sup> Della Bona A, van Noort R. Ceramic surface preparations for resin bonding. *Am J Dent*. 1998 Dec;11(6):276-80.
- <sup>5</sup> Roulet JF, Söderholm KJ, Longmate J. Effects of treatment and storage conditions on ceramic/composite bond strength. *J Dent Res*. 1995 Jan;74(1):381-7.
- <sup>6</sup> Hooshmand T, van Noort R, Keshvad A. Bond durability of the resin-bonded and silane treated ceramic surface. *Dent Mater*. 2002 Mar;18(2):179-88.
- <sup>8</sup> Queiroz JR, Benetti P, Ozcan M, de Oliveira LF, Della Bona A, Takahashi FE, Bottino MA. Surface characterization of feldspathic ceramic using ATR FT-IR and ellipsometry after various silanization protocols. *Dent Mater*. 2012 Feb;28(2):189-96. Epub 2011 Oct 27.
- <sup>9</sup> Papacchini F, Monticelli F, Hasa I, Radovic I, Fabianelli A, Polimeni A, Ferrari M. Effect of air-drying temperature on the effectiveness of silane primers and coupling blends in the repair of a microhybrid resin composite. *J Adhes Dent*. 2007 Aug;9(4):391-7.
- <sup>10</sup> Fabianelli A, Pollington S, Papacchini F, Goracci C, Cantoro A, Ferrari M, van Noort R. The effect of different surface treatments on bond strength between leucite reinforced feldspathic ceramic and composite resin. *J Dent*. 2010 Jan;38(1):39-43.

---

<sup>11</sup> Shen C, Oh WS, Williams JR. Effect of post-silanization drying on the bond strength of composite to ceramic. *J Prosthet Dent.* 2004 May;91(5):453-8.

<sup>12</sup> Monticelli F, Toledano M, Osorio R, Ferrari M. Effect of temperature on the silane coupling agents when bonding core resin to quartz fiber posts. *Dent Mater.* 2006 Nov;22(11):1024-8.