

**Diogo Pedrollo Lise**

**CIMENTAÇÃO ADESIVA DE MATERIAIS  
CAD/CAM RESINA-CERÂMICA**

Tese submetida ao Programa de Pós-Graduação em Odontologia da Universidade Federal de Santa Catarina para a obtenção do Grau de Doutor em Odontologia.

Orientador: Prof. Dr. Luiz Clovis Cardoso Vieira  
Coorientadores: Prof. Dr. Luiz Narciso Baratieri  
Prof. Dr. Bart Van Meerbeek

Florianópolis  
2015

Ficha de identificação da obra elaborada pelo autor,  
através do Programa de Geração Automática da Biblioteca Universitária da UFSC.

Lise, Diogo Pedrollo  
Cimentação adesiva de materiais CAD/CAM resina-cerâmica /  
Diogo Pedrollo Lise ; orientador, Luiz Clovis Cardoso  
Vieira ; coorientador, Luiz Narciso Baratieri,  
coorientador, Bart Van Meerbeek. - Florianópolis, SC, 2015.  
89 p.

Tese (doutorado) - Universidade Federal de Santa  
Catarina, Centro de Ciências da Saúde. Programa de Pós  
Graduação em Odontologia.

Inclui referências

1. Odontologia. 2. CAD/CAM. 3. Resina-cerâmica. 4.  
Cimentação adesiva. I. Vieira, Luiz Clovis Cardoso. II.  
Baratieri, Luiz Narciso. III. Universidade Federal de  
Santa Catarina. Programa de Pós-Graduação em Odontologia.  
IV. Título.

Diogo Pedrollo Lise

**CIMENTAÇÃO ADESIVA DE MATERIAIS  
CAD/CAM RESINA-CERÂMICA**

Esta Tese foi julgada adequada para obtenção do Título de “Doutor em Dentística Restauradora”, e aprovada em sua forma final pelo Programa de Pós-Graduação em Odontologia – Área de concentração Dentística Restauradora.

Florianópolis, 16 de dezembro de 2015.

---

Prof. Luiz Clovis Cardoso Vieira, Dr.  
Universidade Federal de Santa Catarina  
Orientador

---

Prof. Izabel Cristina S. Almeida, Dr.<sup>a</sup>.  
Universidade Federal de Santa Catarina  
Coordenadora do Curso

**Banca Examinadora:**

---

Prof. Sylvio Monteiro Junior, Dr.  
Universidade Federal de Santa Catarina

---

Prof. Carlos José Soares, Dr.  
Universidade Federal de Uberlândia

---

Prof. Guilherme Carpena Lopes, Dr.  
Universidade Federal de Santa Catarina

---

Prof.<sup>a</sup>. Evelise Machado de Souza, Dr.<sup>a</sup>.  
Universidade Federal do Paraná  
Pontifícia Universidade Católica do Paraná

---

Prof.<sup>a</sup>. Renata Gondo Machado, Dr.<sup>a</sup>.  
Universidade Federal de Santa Catarina

---

Prof.<sup>a</sup>. Jussara Karina Bernardon, Dr.<sup>a</sup>.  
Universidade Federal de Santa Catarina



## AGRADECIMENTOS

Aos meus pais **Roberto Luiz Lise e Tânia Beatriz Pedrollo Lise**, por seu amor incondicional. Sem o apoio de vocês, esta conquista seria impossível. Sou infinitamente grato pela educação que me proporcionaram, que com certeza me trouxe até aqui e sempre me conservará pelo bom caminho. Tenho muito orgulho de ser vosso filho! Este título também pertence à vocês! Te amo pai! Te amo mãe!

À minha querida e linda namorada **Dr<sup>a</sup>. Annelies Van Ende**, por todo amor e apoio, tanto na Bélgica quanto no Brasil. Desde março de 2014, ela me proporcionou momentos incríveis e inesquecíveis. Seu conhecimento e competência contribuíram muito para a realização desta tese. Agradeço todos os dias por ter cruzado o oceano Atlântico e tê-la conhecido. Ik hou heel veel van je en voor altijd! Kusjes!

A **todos os meus familiares (avós, avôs, tios, tias, primos, primas e agregados)**, que sempre foram tão importantes em minha vida pessoal e além disso torcem pelo meu sucesso profissional e me auxiliam de todas as formas possíveis. Amo vocês!

Aos dentistas da família, meus tios, amigos e companheiros de trabalho, **Valdomiro Simoneti e Lenita Lise Simoneti**, o meu muito obrigado por todo suporte que vêm prestando desde sempre. Vocês são minhas referências! Muito obrigado pelo carinho e pelas oportunidades que me proporcionam!

Ao **Prof. Dr. Luiz Clovis Cardoso Vieira**, por ter depositado plena confiança em meu trabalho e apoiado minhas decisões. Este mestre não foi apenas um orientador, e sim um “paizão” durante todo o Doutorado. Jamais esquecerei seu carinho durante estes anos de convivência. Desejo-lhe muita saúde e uma proveitosa aposentaria!

Ao meu coorientador **Prof. Dr. Luiz Narciso Baratieri**, sou muito grato pelas oportunidades que me concedeu, que contribuíram para meu crescimento profissional e pessoal. Sua trajetória vencedora na Odontologia abriu muitas portas e a partir de sua indicação, meu sonho de realizar o estágio na Bélgica se tornou possível. Muito obrigado sempre!

Ao **Prof. Dr. Guilherme Carpena Lopes**, fico muito feliz por hoje tê-lo como mentor e amigo. Agradeço pela sua confiança em minha capacidade e pelas oportunidades de trabalharmos juntos. Para mim, você continua sendo um ótimo exemplo de pesquisador e docente, e espero que nossa parceria continue se fortalecendo!

À querida **Prof.<sup>a</sup>. Dr.<sup>a</sup>. Renata Gondo Machado**, desde os tempos em que foi minha coorientadora de Mestrado, continuou incentivando-me e acreditando no meu trabalho. Muito obrigado por todas as cobranças, os conselhos e o compartilhamento de seu conhecimento!

Ao **Prof. Dr. Sylvio Monteiro Junior**, meu mentor durante o Mestrado. Seu exemplo como docente sempre me motivou a acreditar nesta carreira profissional. Muito obrigado por estes anos de convivência que se transformaram em uma amizade muito agradável e recheada de histórias incríveis! Amplexos!

Ao **Prof. Dr. Carlos José Soares** e a **Prof.<sup>a</sup>. Dr.<sup>a</sup>. Evelise Machado de Souza**, agradeço por aceitarem o convite de fazer parte da banca e disponibilizar seu precioso tempo com a leitura desta tese. Com certeza seus comentários construtivos e opiniões críticas agregarão muito valor a este trabalho. Muito obrigado!

Ao **Prof. Dr. Hamilton Pires Maia**, muito obrigado pelas inúmeras horas de dedicação ao nosso curso de Pós-Graduação. Sua experiência e carinho fizeram com que esta caminhada se tornasse mais suave e divertida! Sentirei muitas saudades do amigo corintiano!

À **Prof.<sup>a</sup>. Dr.<sup>a</sup>. Sheila Cristina Stolf**, o meu muito obrigado pela sua dedicação às atividades do Doutorado. Sua demonstração de profissionalismo e perseverança sempre me motivaram a ser um aluno melhor. E sua amizade sempre tornou nossa convivência muito agradável! Muito obrigado “Prô”!

A todos os **Professores da Dentística, Dr. Cleo Nunes de Sousa, Dr.<sup>a</sup>. Beatriz Barros, Dr. Élio Araújo, Dr. Gilberto Muller Arcari, Dr.<sup>a</sup>. Jussara Karina Bernardon, Dr. Mauro Amaral Caldeira de Andrada**, que sempre foram solícitos e colaboraram com o aperfeiçoamento do ensino no curso de Pós-Graduação, o meu muitíssimo obrigado! Tenho imensa admiração pelo trabalho em equipe que desempenham!

Aos professores do Programa de Pós-Graduação em Odontologia da UFSC, **Dr<sup>a</sup>. Analúcia Gleber Philippi, Dr. Antônio Carlos Cardoso, Dr<sup>a</sup>. Cláudia Angela Masiero Volpato, Dr<sup>a</sup>. Daniela Lemos Carcereri, Dr<sup>a</sup>. Izabel Cristina Santos Almeida, Dr<sup>a</sup>. Mara Cristina Santos Felipe, Dr. Ricardo de Souza Magini, Dr. Wilson Tadeu Felipe**, o reconhecimento pelos ensinamentos e experiências compartilhadas, e pelas diversas situações em que me incentivaram. Desde o curso de graduação colaboram significativamente para minha formação. Com carinho, muito obrigado!

Aos meus queridos colegas de Doutorado, **Carlo Lago, Gustavo Chraim, Gustavo Siedschlag, Marceli Martins, Shizuma Shibata e Vanessa Ruschel**, que foram muito importantes ao fazer parte da minha vida. Foram inúmeros momentos de alegrias e alguns poucos minutos de desavenças, mas a nossa amizade continuou firme e forte! A partir de agora cada um seguirá diferentes caminhos, mas com certeza nossa parceria não termina aqui! Abração meus amigos!

Aos meus queridos amigos **Fernando Adriano, Tiago Rosa, Carla Pereira, Celso Gutiérrez, Ivan Contreras Molina, Carlos Thiesen, Bernardo Passoni**, que sempre estiveram presentes e celebrando os momentos mais felizes, mas também foram compreensivos e acolhedores nas situações delicadas. Nessa vida não tive a oportunidade de ter irmãos de sangue, mas tive o privilégio de escolhê-los... estes irmãos de coração!

À dona **Lea Souza** e à **Ana Maria Frandolozo**, o meu agradecimento pela vossa dedicação à Pós-Graduação da UFSC, pelo respeito e carinho que sempre demonstraram por mim. Muito obrigado!

À **CAPES – Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior**, pelo auxílio financeiro no Brasil e pelo incentivo à pesquisa que possibilitou o estágio na Bélgica – Programa Doutorado Sanduíche no Exterior – Processo n<sup>o</sup>. BEX 13930/13-3.

To my “Biomatters” friends, **Pong Pongprueksa, Stevan Cokic, Xin Li, Ivana Nedeljkovic, Dr<sup>a</sup>. Simone Moretto, Dr. Marcio Vivan Cardoso, Dr<sup>a</sup>. Thaís Suzuki, Dr. Bruno Barreto, Dr. Masanao Inokoshi, Dr<sup>a</sup>. Kumiko Yoshihara, Chéraz Mehiri, Simón Pedano de Piero**, I do not have words to describe the year that I spent with you inside our lab. Your friendship was essential to make the days easier and funnier in Leuven. You were my family abroad and I really hope we can keep in touch and always visit each other! Take care and see you soon guys! Proost!

To my dear, ***Marc Van Ende, Lieve Teuwen, Karel Van Ende, Annelies Weemans, Wolf Van Ende and Vik Van Ende***, being part of your family is a privilege and made my year in Belgium more than special. I hope we can always be close! Ik hou van jullie! Tot straks mijn familie!

To ***Dr. Jan De Munck***, at my first day at the lab I called you “professor” and you said I was wrong. After one year working together, I am sure that you really are a professor to me. And more than that, you became a friend. Thank you for all the funny moments and of course: the statistics! Bedankt mijn vriend!

To ***Prof<sup>a</sup>. Dr<sup>a</sup>. Kirsten Van Landuyt*** and ***Prof. Dr. Paul Lambrechts***, thank you for your support during my stay at Biomat. It was a pleasure to meet you and to learn from you. Dank u professoren!

To ***Prof<sup>a</sup>. Dr<sup>a</sup>. Marleen Peumans***, I can not express my admiration for your professionalism and honesty. The privilege of working with you was priceless. Thank you so much for sharing your knowledge and experience with me! Ik wens je allerbeste! Tot ziens, beste professor!

To ***Prof. Dr. Bart Van Meerbeek***, it was an honor to be part of your family: Biomat. You cannot imagine how important was the year that I followed your work and how much I learned from it. Thank you for accepting the challenge of being my foreign mentor and I hope we can work together again! Dank u wel voor alles, leermeester!

## LISTA DE FIGURAS

### Introdução

- Figura 1:** Restaurações indiretas do tipo *overlay* confeccionadas com tecnologia CAD/CAM (*caso clínico realizado em conjunto com a Prof.<sup>a</sup> Dr.<sup>a</sup> Marleen Peumans – KU Leuven – Bélgica, que gentilmente cedeu as fotografias*).  
.....16
- Figura 2:** Blocos CAD/CAM *resina-cerâmica* Enamic (Vita Zahnfabrik) e Cerasmart (GC).  
.....16
- Figura 3:** Construção (design) auxiliada por computador (CAD) com software SW 4.3 (Cerec 3, Sirona Dental Systems, Bensheim, Alemanha).  
.....18
- Figura 4:** Confeção (usinagem) auxiliada por computador (CAM) na unidade MC XL (Cerec 3, Sirona Dental Systems) e restaurações de *resina-cerâmica* caracterizadas com revestimento fotopolimerizável (Optiglaze, GC).  
.....18
- Figura 5 (a):** Condicionamento com HF da superfície interna das restaurações. **(b):** Jateamento com partículas de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. **(c):** Silanização.  
.....20
- Figura 6 (a):** Cimentação adesiva de restauração indireta *resina-cerâmica* com resina composta micro-híbrida (G-aenial Posterior, GC). **(b):** fotopolimerização.  
.....20

## Artigo I

**Figura 1:** Esquema do método do estudo. Dois tipos de blocos CAD/CAM resina-cerâmica foram seccionados em fatias de 4 mm de espessura e distribuídos de acordo com as condições experimentais, resultando em 2 (material) x 6 (tratamento superficial e silanização) grupos. Microespécimes foram preparados, e testados sob tração até a falha, após três semanas e seis meses de armazenamento. JAT: jateamento com  $\text{Al}_2\text{O}_3$  27  $\mu\text{m}$ ; Si: silano; HF: condicionamento com ácido hidrofúorídrico 5%;  $\text{H}_3\text{PO}_4$ : condicionamento com ácido fosfórico 37%; CAA: cimento resinoso autoadesivo; FLU: resina composta fluida.

.....28

**Figura 2:** Gráfico dos resultados do teste de  $\mu\text{TBS}$ . As caixas representam a distribuição dos dados entre o primeiro e o terceiro quartis. As linhas centrais horizontais e os pontos pretos representam a mediana e a média, respectivamente. Os fios de bigode se estendem até os valores máximos e mínimos observados, com exceção aos valores atípicos que são representados por círculos ( $^\circ$ ). CER: Cerasmart; ENA: Enamic; ST: sem tratamento; JAT: jateamento com  $\text{Al}_2\text{O}_3$  27  $\mu\text{m}$ ; HF: condicionamento com ácido hidrofúorídrico 5%;  $\text{H}_3\text{PO}_4$ : condicionamento com ácido fosfórico 37%; Si: silanização; CAA: cimento resinoso autoadesivo; FLU: resina composta fluida. Diferenças significativas foram baseadas em modelo linear de efeitos mistos com nível de significância de  $p=0,05$ .

.....33

**Figura 3:** Micrografias de MEV das superfícies tratadas. CER: Cerasmart; ENA: Enamic; ST: sem tratamento; JAT: jateamento com  $\text{Al}_2\text{O}_3$  27  $\mu\text{m}$ ; HF: condicionamento com ácido hidrofúorídrico 5%;  $\text{H}_3\text{PO}_4$ : condicionamento com ácido fosfórico 37%. Magnificação original: 5.000x.

.....36

**Figura 4:** Amostras de micrografias de MEV das superfícies fraturadas no teste de  $\mu\text{TBS}$ . CER: Cerasmart; ENA: Enamic; ST: sem tratamento; JAT: jateamento com  $\text{Al}_2\text{O}_3$  27  $\mu\text{m}$ ; HF: condicionamento com ácido hidrofúorídrico 5%;  $\text{H}_3\text{PO}_4$ : condicionamento com ácido fosfórico 37%; Si: silano; FLU: resina composta fluida. Setas brancas: falhas interfaciais envolvendo agente cimentante. Setas pretas: falhas mistas com envolvimento de substrato resina-cerâmica. Observe que ocorreram mais falhas mistas em ENA do que em CER. Magnificação original: 70x.

.....37

## Artigo II

**Figura 1:** Esquema do método do estudo.

.....45

**Figura 2 (a):** Gráficos da irradiância de luz dos fotopolimerizadores sem e com a interposição das fatias de materiais resina-cerâmica. **(b, c, d):** Gráficos representando o grau de conversão (%) após 24 h para cada agente cimentante.

.....49

**Figura 3:** Modelos lineares que ilustram o efeito dos fotopolimerizadores, espessuras e tipo do material resina-cerâmica.

.....49

**Figura 4 (a, b, c):** Grau de conversão após 24 h em função da exposição à radiação transmitida para (a) G-ænial Posterior, (b) G-ænial Universal Flo e (c) G-CEM LinkAce. Observe que para o cimento dual G-CEM LinkAce, nenhuma curva pode ser adaptada aos pontos gráficos. **(d):** Exposição à radiação estimada em função do tipo de material resina-cerâmica, espessura e fotopolimerizador. Foram estimadas espessuras máximas que permitem adequada cura de agentes cimentantes exclusivamente fotoativáveis para combinações de ambos materiais resina-cerâmica com os dois fotopolimerizadores testados.

.....50

## LISTA DE QUADROS

### Artigo I

**Quadro 1:** Materiais utilizados no estudo.  
.....29

**Quadro 2:** Resultados do teste de  $\mu$ TBS.  
.....32

### Artigo II

**Quadro 1:** Materiais utilizados no estudo.  
.....46

## LISTA DE ABREVIATURAS E SÍMBOLOS

°C	Grau <i>Celsius</i>
μTBS	Resistência de união adesiva à microtração
%	Por cento
μm	Micrometro
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Óxido de alumínio
CAD/CAM	Construção auxiliada por computador / Confeccção auxiliada por computador
CER	Cerasmart
DP	Desvio padrão
ENA	Enamic
EUA	Estados Unidos da América
Fig.	Figura
h	Hora
HF	Ácido hidrofúorídrico
H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub>	Ácido fosfórico
Kg	Quilograma
kV	Quilovolts
LED	Diodo emissor de luz
mA/Pa	Miliampère por picoampère
MEV	Microscopia Eletrônica de Varredura
min	Minuto
mm	Milímetro
MPa	Megapascal
mW/cm <sup>2</sup>	Miliwatt/centímetro quadrado
N	Newton
nm	Nanometro
seg	Segundo

## SUMÁRIO

<b>1</b>	<b>INTRODUÇÃO</b> .....	15
<b>2</b>	<b>REFERÊNCIAS DA INTRODUÇÃO</b> .....	21
<b>3</b>	<b>ARTIGOS</b> .....	24
	<b>Artigo I</b> .....	24
	<b>Artigo II</b> .....	41
<b>4</b>	<b>CONCLUSÕES GERAIS</b> .....	58
	<b>ANEXO – Artigos em inglês</b> .....	59

## 1 INTRODUÇÃO

As últimas duas décadas foram marcadas pelo crescente número de restaurações livres de metal confeccionadas com a utilização da tecnologia CAD/CAM (Fig. 1, 3 e 4), diretamente nos consultórios odontológicos e também em laboratórios protéticos<sup>1</sup>. A sua evolução da qualidade de escaneamento intra e extraoral, tempo de fresagem e custo-benefício foi acompanhada pela ampliação da gama de materiais disponíveis<sup>2,3</sup>. Estudos clínicos de longo prazo têm reportado o sucesso de restaurações confeccionadas a partir de blocos CAD/CAM de cerâmicas vítreas<sup>4-6</sup>. Entretanto, ainda é identificado o potencial abrasivo destes materiais em relação à dentição natural antagonista<sup>7</sup> e fraturas das restaurações na região posterior<sup>8</sup>, possivelmente devido à sua natureza friável<sup>9</sup>.

A primeira geração de blocos CAD/CAM à base de polímeros foi representada pelo Paradigm MZ100 (3M ESPE, St. Paul, MN, EUA) lançado em 2000, obtido através da polimerização industrial de uma resina composta (Filtek Z100, 3M ESPE) o que resultaria em maior resistência flexural<sup>10</sup>. Entretanto, este e outros materiais similares foram marcados pelo elevado desgaste superficial, fraturas, perda de polimento e instabilidade de cor<sup>11,12</sup>. Recentemente foram comercialmente disponibilizados novos blocos CAD/CAM (Fig. 2) compostos por uma matriz polimérica e por partículas de carga utilizadas nas cerâmicas vítreas<sup>13</sup>. Estes materiais de composição híbrida podem ser denominados *resina-cerâmica*<sup>13</sup> e têm por objetivo combinar as vantagens das cerâmicas (durabilidade e estabilidade de cor) com as melhores propriedades dos compósitos (propriedades flexurais e baixa abrasividade)<sup>14</sup>. Em recente estudo *in vitro*, alguns destes blocos mostraram taxa de desgaste de superfície similar ou até inferior a uma cerâmica feldspática<sup>15</sup>. Diferentemente das cerâmicas vítreas, as *resina-cerâmicas* não necessitam etapas adicionais após sua fresagem, como a queima para sinterização e o glazeamento<sup>16</sup>, tornando o processo de finalização das restaurações mais ágil e menos oneroso. Tem sido reportado que o polimento de superfície obtido em algumas restaurações do tipo *resina-cerâmica* é comparável ao glazeamento de cerâmicas vítreas<sup>17</sup>, e tem apresentado resultados promissores de resistência ao manchamento após pigmentação simulada<sup>18,19</sup>. Além disso, os blocos de *resina-cerâmica* são fresados em menor tempo e com menor custo<sup>20</sup>, visto que a mesma ponta diamantada do CAM é capaz de usinar 10 vezes mais restaurações se comparada à fresagem de cerâmicas vítreas<sup>10</sup>.



**Figura 1:** Restaurações indiretas do tipo *overlay* confeccionadas com tecnologia CAD/CAM (caso clínico realizado em conjunto com a Prof<sup>a</sup>. Dr<sup>a</sup>. Marleen Peumans – KU Leuven – Bélgica, que gentilmente cedeu as fotografias).



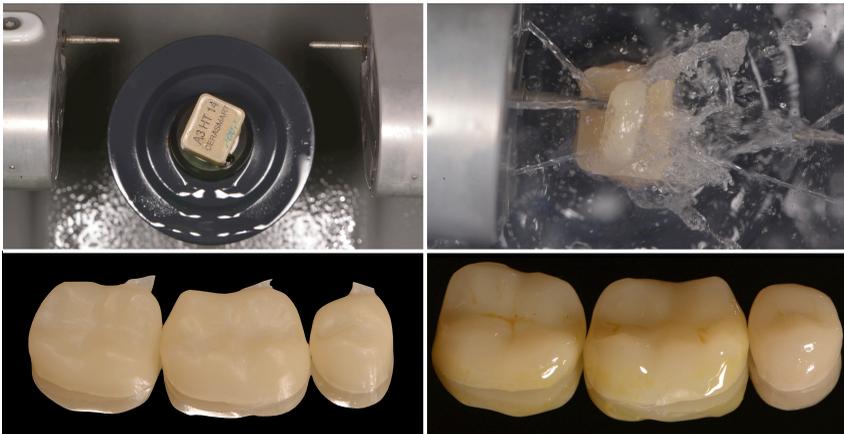
**Figura 2:** Blocos CAD/CAM resina-cerâmica Enamic (Vita Zahnfabrik) e Cerasmart (GC).

Em 2013 o bloco CAD/CAM Enamic (Vita Zahnfabrik, Bad Säckingen, Alemanha) foi introduzido no mercado. Seu conceito foi baseado em uma cerâmica à base de óxidos (In-Ceram, Vita Zahnfabrik) lançada há mais de duas décadas, que consiste em uma estrutura porosa posteriormente infiltrada por vidro fundido<sup>21</sup>. Já a estrutura do novo material *resina-cerâmica* é obtida pela infiltração de um polímero de uretano em uma rede de cerâmica feldspática pré-sinterizada e reforçada por óxidos, que compreende 86% do material em peso. Esta combinação de duas fases (resina-cerâmica) confere um mecanismo de reforço ao material e melhoria das propriedades mecânicas<sup>22</sup>. Em função de um módulo de elasticidade similar à dentina, é esperado um comportamento biomecânico mais semelhante ao dente natural durante a distribuição de estresses da mastigação. Outra característica estimada é o menor desgaste da dentição natural antagonista, pois o material apresenta uma dureza de superfície aproximadamente 3x menor em relação às cerâmicas vítreas<sup>23</sup>. Em recente estudos *in vitro*, alguns blocos *resina-cerâmica* apresentaram desgaste similar<sup>24</sup> ou até mesmo inferior ao esmalte humano<sup>25</sup>.

O bloco CAD/CAM Cerasmart (GC, Tóquio, Japão) foi lançado em 2014 e apresenta uma estrutura semelhante a uma resina composta. Nanopartículas de sílica e vidro de bário compreendem aproximadamente 70% do material em peso e são uniformemente distribuídas em uma matriz polimérica<sup>13</sup>. Durante sua fabricação, os blocos são polimerizados sob elevada pressão e temperatura, o que induz um aumento das ligações cruzadas entre os polímeros e conseqüentemente melhoria das propriedades mecânicas<sup>14</sup>. Awada & Nathanson (2015) reportaram que a resistência flexural de alguns de blocos CAD/CAM *resina-cerâmica* (Cerasmart; Enamic; e Lava Ultimate, 3M ESPE) foi similar ou superior a um bloco de cerâmica reforçada por leucita (IPS Empress CAD, Ivoclar Vivadent) e outro de cerâmica feldspática (Vitablocs Mark II, Vita Zahnfabrik)<sup>13</sup>. Com relação ao módulo de resiliência, que mensura a quantidade de energia que um material absorve até o seu limite elástico (previamente à uma deformação plástica ou fratura), os blocos do tipo *resina-cerâmica* apresentaram resultados significativamente maiores ou no mínimo similares aos blocos de cerâmicas vítreas. Os autores afirmam que a mensuração destes parâmetros prediz o comportamento dinâmico dos materiais sob estresse simulado, e a combinação entre elevada resistência flexural e baixo módulo de elasticidade pode ser traduzida como uma maior capacidade de suportar cargas de uma forma de maneira elástica, ou seja, materiais *resina-cerâmica* são menos friáveis e mais flexíveis. Esta peculiaridade elástica é atribuída ao componente resinoso (ou polimérico), que aproxima o comportamento biomecânico dos materiais híbridos à dentina humana<sup>13</sup>.



**Figura 3:** Construção (design) auxiliada por computador (CAD) com software SW 4.3 (Cerec 3, Sirona Dental Systems, Bensheim, Alemanha).



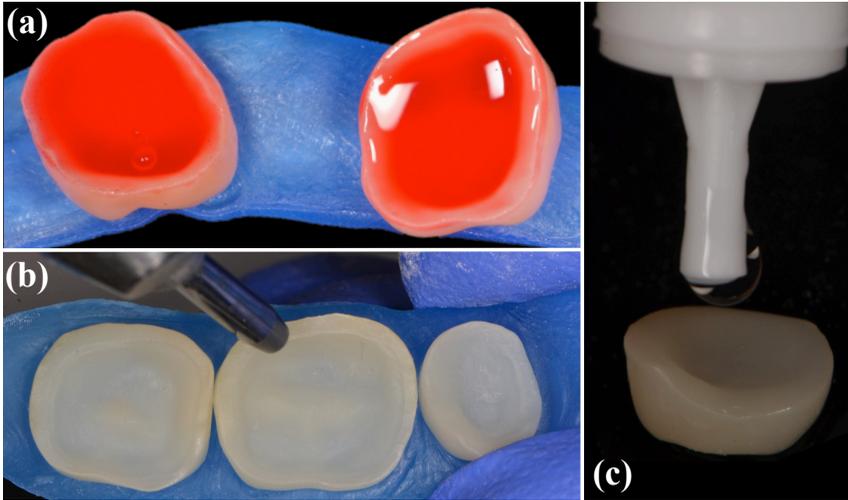
**Figura 4:** Confeção (usinagem) auxiliada por computador (CAM) na unidade MC XL (Cerec 3, Sirona Dental Systems) e restaurações de *resina-cerâmica* caracterizadas com revestimento fotopolimerizável (Optiglaze, GC).

Além de propriedades mecânicas adequadas, outro fator muito importante para a longevidade de uma restauração indireta é a realização de uma cimentação adesiva efetiva, o que é totalmente dependente da composição do material utilizado. As cerâmicas vítreas possuem um protocolo bem definido, visto que são passíveis de condicionamento com ácido hidrófluorídrico (HF) e silanização<sup>26</sup> (Fig. 5a e 5c). O HF dissolve parcialmente a matriz vítrea na superfície cerâmica e cria microporosidades, aumentando a penetração e a retenção micromecânica do agente cimentante. A molécula bifuncional do silano permite a ligação química entre a porção inorgânica da cerâmica e o componente orgânico do agente cimentante resinoso<sup>27</sup>. Para resinas compostas indiretas, o tratamento de superfície indicado é o jateamento da superfície interna da restauração com partículas de óxido de alumínio ( $Al_2O_3$ ) (Fig. 5b) seguido de silanização<sup>28</sup>. O jateamento promove uma abrasão e degradação não seletiva do material, aumentando a rugosidade superficial e o imbricamento mecânico do agente cimentante.

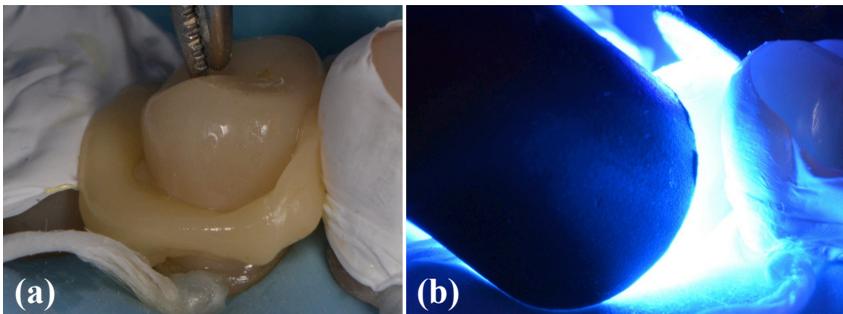
Considerando a composição híbrida dos novos blocos CAD/CAM do tipo *resina-cerâmica*, uma estratégia de cimentação adesiva adequada para esta categoria precisa ser definida, pois até mesmo as orientações dos próprios fabricantes são bem diversas<sup>29</sup>. Até o momento, existe apenas um limitado número de estudos independentes para embasar a escolha de um protocolo, o que torna pertinente sua investigação. Além disso, os estudos existentes não avaliaram os efeitos dos diferentes tratamentos de superfície na adesão a longo prazo<sup>30-32</sup>, ou utilizaram HF com uma concentração maior do que a indicada por alguns fabricantes dos blocos<sup>33</sup>.

Além de um adequado tratamento de superfície das restaurações de *resina-cerâmica*, é necessário investigar a possibilidade de uso de diferentes agentes cimentantes. Cimentos resinosos exclusivamente fotoativáveis, assim como o uso de resina composta ou fluida, têm sido sugeridos para cimentação adesiva<sup>34</sup> (Fig. 6a). Em comparação com os cimentos resinosos duais, os primeiros apresentam algumas vantagens como maior resistência à degradação químico-mecânica, estabilidade de cor, e melhor preenchimento de margens que apresentam pequenas discrepâncias<sup>35</sup>. Entretanto, estes agentes cimentantes sem iniciadores químicos da polimerização, têm sua cura totalmente dependente da passagem luz suficiente através da restauração (Fig. 6b) para obtenção de um grau de conversão polimérica adequado e manutenção das propriedades mecânicas<sup>36</sup>. Por sua vez, a transmissão de luz através do material restaurador depende de sua espessura, opacidade e composição<sup>37,38</sup>, então os materiais de composição híbrida apresentam diversos índices de refração de luz e estariam propensos a um maior espalhamento da luz e menor transmissão<sup>39</sup>. Até o momento,

poucos estudos investigaram a translucidez de blocos CAD/CAM *resina-cerâmica*<sup>40,41</sup> e não existem parâmetros suficientes para indicar uma cimentação adesiva adequada utilizando agentes cimentantes resinosos que necessitem fotoativação.



**Figura 5 (a):** Condicionamento com HF da superfície interna das restaurações. **(b):** Jateamento com partículas de  $Al_2O_3$ . **(c):** Silanização.



**Figura 6 (a):** Cimentação adesiva de restauração indireta *resina-cerâmica* com resina composta micro-híbrida (G-aenial Posterior, GC). **(b):** fotopolimerização.

Diante desses questionamentos, os objetivos deste trabalho foram (1) investigar a efetividade de diferentes protocolos de tratamento de superfície para dois blocos CAD/CAM *resina-cerâmica* (Cerasmart, GC e Enamic, Vita Zahnfabrik), e (2) mensurar a passagem de luz através de diferentes espessuras dos materiais e o grau de conversão de agentes cimentantes.

## 2 REFERÊNCIAS DA INTRODUÇÃO

- 1 Boitelle P, Mawussi B, Tapie L, Fromentin O. A systematic review of CAD/CAM fit restoration evaluations. *J Oral Rehabil* 2014;41(11):853–74.
- 2 Kelly JR, Benetti P. Ceramic materials in dentistry: historical evolution and current practice. *Aust Dent J* 2011;56(Suppl 1):84–96.
- 3 Mörmann WH. The evolution of the CEREC system ABSTRACT. *J Am Dent Assoc* 2006;137:7S – 13S.
- 4 Wittneven JG, Wright RF, Weber HP, Gallucci GO. A systematic review of the clinical performance of CAD/CAM single-tooth restorations. *Int J Prosthodont* 2009;22(5):471–466.
- 5 Layton DM, Clarke M. A systematic review and meta-analysis of the survival of non-feldspathic porcelain veneers over 5 and 10 years. *Int J Prosthodont* 2013;26(2):111–24.
- 6 Otto T, De Nisco S. Computer-Aided Direct Ceramic Restorations: A 10-Year Prospective Clinical Study of Cerec CAD/CAM Inlays and Onlays. *Int J Prosthodont* 2002;15(2):122–8.
- 7 Sripetchdanond J, Leevailoj C. Wear of human enamel opposing monolithic zirconia, glass ceramic, and composite resin: an in vitro study. *J Prosthet Dent* 2014;112(5):1141–50.
- 8 Pieger S, Salman A, Bidra AS. Clinical outcomes of lithium disilicate single crowns and partial fixed dental prostheses: a systematic review. *J Prosthet Dent* 2014;112(1):22–30.
- 9 Quinn GD, Giuseppetti AA, Hoffman KH. Chipping fracture resistance of dental CAD/CAM restorative materials: part I, procedures and results. *Dent Mater* 2015;30(5):1–29.
- 10 Ruse ND, Sadoun MJ. Resin-composite blocks for dental CAD/CAM applications. *J Dent Res* 2014;93(12):1232–4.
- 11 Douglas RD. Color stability of new-generation indirect resins for prosthodontic application. *J Prosthet Dent* 2000;83(2):166–70.
- 12 Vanoorbeek, Vandamme K, Lijnen I, Naert I. Computer-aided designed/computer-assisted manufactured composite resin versus ceramic single-tooth restorations: a 3-year clinical study. *Int J Prosthodont* 2010;23(3):223–30.
- 13 Awada A, Nathanson D. Mechanical properties of resin-ceramic CAD/CAM restorative materials. *J Prosthet Dent* 2015 [Epub ahead of print].
- 14 Lauvahutanon S, Takahashi H, Shiozawa M, Iwasaki N, Asakawa Y, Oki M, et al. Mechanical properties of composite resin blocks for CAD/CAM. *Dent Mater J* 2014;33(5):705–10.

- 15 Lauvahutanon S, Takahashi H, Oki M, Arkornnukit M, Kanehira M, Finger WJ. In vitro evaluation of the wear resistance of composite resin blocks for CAD/CAM. *Dent Mater J* 2015;34(4):495–502.
- 16 Beuer F, Schweiger J, Edelhoff D. Digital dentistry: an overview of recent developments for CAD/CAM generated restorations. *Br Dent J* 2008;204(9):505–11.
- 17 Fasbinder DJ, Neiva GF. Surface Evaluation of Polishing Techniques for New Resilient CAD/CAM Restorative Materials. *J Esthet Restor Dent* 2015 [Epub ahead of print].
- 18 Lawson NC, Burgess JO. Gloss and Stain Resistance of Ceramic-Polymer CAD/CAM Restorative Blocks. *J Esthet Restor Dent* 2015 [Epub ahead of print].
- 19 Acar O, Yilmaz B, Altintas SH, Chandrasekaran I, Johnston WM. Color stainability of CAD/CAM and nanocomposite resin materials. *J Prosthet Dent* 2015 [Epub ahead of print].
- 20 Carvalho AO, Bruzi G, Giannini M, Magne P. Fatigue resistance of CAD/CAM complete crowns with a simplified cementation process. *J Prosthet Dent* 2014;111(4):310–7.
- 21 Coldea A, Swain M V, Thiel N. Mechanical properties of polymer-infiltrated-ceramic-network materials. *Dent Mater* 2013;29(4):419–26.
- 22 Della Bona A, Corazza PH, Zhang Y. Characterization of a polymer-infiltrated ceramic-network material. *Dent Mater* 2014;30(5):564–9.
- 23 Coldea A, Swain M V, Thiel N. In-vitro strength degradation of dental ceramics and novel PICN material by sharp indentation. *J Mech Behav Biomed Mater* 2013;26:34–42.
- 24 Mörmann WH, Stawarczyk B, Ender A, Sener B, Attin T, Mehl A. Wear characteristics of current aesthetic dental restorative CAD/CAM materials: two-body wear, gloss retention, roughness and Martens hardness. *J Mech Behav Biomed Mater* 2013;20:113–25.
- 25 Zhi L, Bortolotto T, Krejci I. Comparative in vitro wear resistance of CAD/CAM composite resin and ceramic materials. *J Prosthet Dent* 2015 [Epub ahead of print].
- 26 Lise DP, Perdigão J, Van Ende A, Zidan O, Lopes GC. Microshear Bond Strength of Resin Cements to Lithium Disilicate Substrates as a Function of Surface Preparation. *Oper Dent* 2015;40(5):524–32.
- 27 Matinlinna JP, Lassila L V., Ozcan M, Yli-Urpo A, Vallittu PK. An introduction to silanes and their clinical applications in dentistry. *Int J Prosthodont* 2004;17(2):155–64.
- 28 Soares CJ, Soares PV, Pereira JC, Fonseca RB. Process of Ceramic and Laboratory-Processed Composite Restorations: A Literature Review. *J Esthet Restor Dent* 2005;17:224–35.

- 29 Spitznagel FA, Horvath SD, Guess PC, Blatz MB. Resin bond to indirect composite and new ceramic/polymer materials: a review of the literature. *J Esthet Restor Dent* 2014;26(6):382–93.
- 30 Elsaka SE. Bond strength of novel CAD / CAM restorative materials to self-adhesive resin cement: The effect of surface treatments. *J Adhes Dent* 2014;16(6):531–40.
- 31 Frankenberger R, Hartmann V, Krech M, Krämer N, Reich S, Braun A, et al. Adhesive luting of new CAD/CAM materials. *Int J Comput Dent* 2015;18(1):9–20.
- 32 Duzyol M, Sagsoz O, Polat Sagsoz N, Akgul N, Yildiz M. The Effect of Surface Treatments on the Bond Strength Between CAD/CAM Blocks and Composite Resin. *J Prosthodont* 2015 [Epub ahead of print].
- 33 Campos F, Almeida CS, Rippe MP, Melo RM de, Valandro LF, Bottino M a. Resin Bonding to a Hybrid Ceramic: Effects of Surface Treatments and Aging. *Oper Dent* 2015 [Epub ahead of print].
- 34 D’Arcangelo C, De Angelis F, Vadini M, D’Amario M. Clinical evaluation on porcelain laminate veneers bonded with light-cured composite: results up to 7 years. *Clin Oral Investig* 2012;16(4):1071–9.
- 35 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;25(4):514–9.
- 36 Meng X, Yoshida K, Atsuta M. Influence of ceramic thickness on mechanical properties and polymer structure of dual-cured resin luting agents. *Dent Mater* 2008;24(5):594–9.
- 37 Archegas LRP, de Menezes Caldas DB, Rached RN, Soares P, Souza EM. Effect of ceramic veneer opacity and exposure time on the polymerization efficiency of resin composite. *Oper Dent* 2012;37(2):38–42.
- 38 Passos SP, Kimpara ET, Bottino M a, Santos GC, Rizkalla AS. Effect of ceramic shade on the degree of conversion of a dual-cure resin cement analyzed by FTIR. *Dent Mater* 2013;29(3):317–23.
- 39 Souza GDE, Braga RR, Cesar PF, Lopes GC. Correlation between clinical performance and degree of conversion of resin cements: a literature review. *J Appl Oral Sci* 2015;23(4):358–68.
- 40 Awad D, Stawarczyk B, Liebermann A, Ilie N. Translucency of esthetic dental restorative CAD/CAM materials and composite resins with respect to thickness and surface roughness. *J Prosthet Dent* 2015;113(6):534–40.
- 41 Stawarczyk B, Liebermann A, Eichberger M, Gu J, Cam CAD. Evaluation of mechanical and optical behavior of current esthetic dental restorative CAD/CAM composites. *J Mech Behav Biomed Mater* 2015;55:1–11.

# Artigo I

## Resistência à microtração de compósito a novos blocos CAD/CAM resina-cerâmica em função do tratamento de superfície e do tempo de armazenamento

Diogo Pedrollo Lise<sup>1,2</sup>, Annelies Van Ende<sup>1</sup>, Jan De Munck<sup>1</sup>, Luiz Clovis Cardoso Vieira<sup>2</sup>, Luiz Narciso Baratieri<sup>2</sup>, Bart Van Meerbeek<sup>1</sup>.

<sup>1</sup> BIOMAT, Departamento de Ciências da Saúde Oral, KU Leuven & Odontologia, UZ Leuven, Leuven, Bélgica.

<sup>2</sup> Departamento de Odontologia, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, Santa Catarina, Brasil.

### Resumo

**Objetivos:** Avaliar o efeito de diferentes tratamentos de superfície e do tempo de armazenamento na resistência de união adesiva à microtração ( $\mu$ TBS) de blocos CAD/CAM do tipo resina-cerâmica.

**Materiais e Métodos:** Dois tipos de blocos CAD/CAM resina-cerâmica (Cerasmart, GC e Enamic, Vita Zahnfabrik) foram seccionados em fatias com 4 mm de espessura, distribuídos em seis grupos e submetidos aos seguintes tratamentos de superfície: Grupo 1: sem tratamento; Grupo 2: jateamento com óxido de alumínio 27  $\mu$ m + silano; Grupo 3: condicionamento com ácido hidrófluorídrico 5% por 60 seg + silano; Grupo 4: condicionamento com ácido fosfórico 37% por 60 seg + silano; Grupo 5: jateamento; Grupo 6: jateamento + silano. Pares de fatias do mesmo material e grupo foram cimentadas umas às outras (n=3 espécimes sanduíches/grupo) utilizando um cimento resinoso dual autoadesivo para os grupos 1 ao 5, e uma resina fluida fotopolimerizável para o grupo 6. Após respectivamente três semanas e 6 meses de armazenamento em cloramina 0,5% à 37°C, os espécimes sanduíches foram seccionados em microespécimes retangulares, desgastados na interface adesiva (forma de ampulheta) e submetidos ao teste de  $\mu$ TBS. Os dados foram estatisticamente analisados por um modelo linear de efeitos mistos considerando como fatores o tipo de *material*, o *tratamento de superfície* e o *tempo de armazenamento*, assim como suas interações de primeiro grau ( $p=0,05$ ).

**Resultados:** Independente do tratamento de superfície e tempo de armazenamento, os dois materiais resina-cerâmica apresentaram valores de  $\mu$ TBS sem diferença estatística. Após 3 semanas, todos os grupos obtiveram valores similares. Depois de 6 meses, os valores de resistência adesiva foram mantidos quando foi realizado o JAT com óxido de alumínio (Grupo

3) ou o condicionamento com HF (Grupo 5), ambos seguidos por silanização. O JAT seguido de silanização e o uso de uma resina fluida como agente cimentante também manteve a  $\mu$ TBS. A ausência de tratamento superficial (Grupo 1), o JAT isolado (Grupo 2) e o condicionamento com  $H_3PO_4$  seguido de silanização (Grupo 6) resultaram em uma diminuição da  $\mu$ TBS.

Conclusões: ambos materiais do tipo resina-cerâmica demonstraram  $\mu$ TBS similar, independente do tratamento de superfície. A criação de uma superfície microrretentiva através do JAT com óxido de alumínio ou condicionamento com HF, seguido de silanização, é necessária para manutenção resistência de união adesiva após 6 meses.

**Palavras-chave:** resistência de união adesiva; microtração; cimento resinoso; cimentação; CAD/CAM

## Introdução

Restaurações indiretas fresadas no próprio consultório e cimentadas na mesma consulta têm se tornado mais comuns devido às melhorias da tecnologia CAD/CAM, considerando uma maior facilidade de uso e melhor custo-benefício. Recentemente, novos tipos de blocos contendo ambas fases polimérica e cerâmica têm sido desenvolvidos e estes materiais híbridos podem ser categorizados como *resina-cerâmica*. Cerasmart (GC, Tóquio, Japão) é composto por nanopartículas cerâmicas (71% em volume) uniformemente distribuídas em uma matriz polimérica, propiciando elevada resistência flexural e módulo de resiliência<sup>1-3</sup>. Enamic (Vita Zahnfabrik, Bad Säckingen, Alemanha) possui uma estrutura cerâmica pré-sinterizada e tridimensionalmente conectada de 86% em volume que é infiltrada por um mistura de polímeros, então redes entrelaçadas de polímeros e cerâmica são formadas<sup>4-6</sup>. A porção polimérica é responsável por tornar o material menos friável em comparação com as cerâmicas clássicas, assim observado em seu maior módulo de Weibull<sup>7,8</sup>.

Para que uma restauração obtenha sucesso clínico, uma adequada adesão é muito importante. Já foi demonstrado que o tratamento de superfície previamente à cimentação pode melhorar a resistência adesiva de restaurações indiretas<sup>9-11</sup>. Retenção micromecânica pode ser obtida por meio do jateamento ou condicionamento ácido, enquanto um agente silano promove adesão química<sup>11</sup>. Diferentes estratégias são indicadas, dependendo das características dos materiais<sup>12</sup>.

Entretanto, é ainda escasso o conhecimento sobre protocolos de cimentação adesiva de novos materiais resina-cerâmica<sup>13-15</sup>. Em estudo

anterior, foi sugerido que a estratégia de cimentação é material-dependente<sup>14</sup>. Portanto, o objetivo deste estudo foi avaliar o efeito de diferentes tratamentos de superfície na resistência de união adesiva de um cimento resinoso autoadesivo a novos blocos CAD/CAM resina-cerâmica. As hipóteses nulas foram que (1) o tipo do material, (2) o tratamento de superfície e (3) o tempo de armazenamento não influenciam na resistência adesiva à microtração ( $\mu$ TBS) de blocos CAD/CAM resina-cerâmica.

## Materiais e Métodos

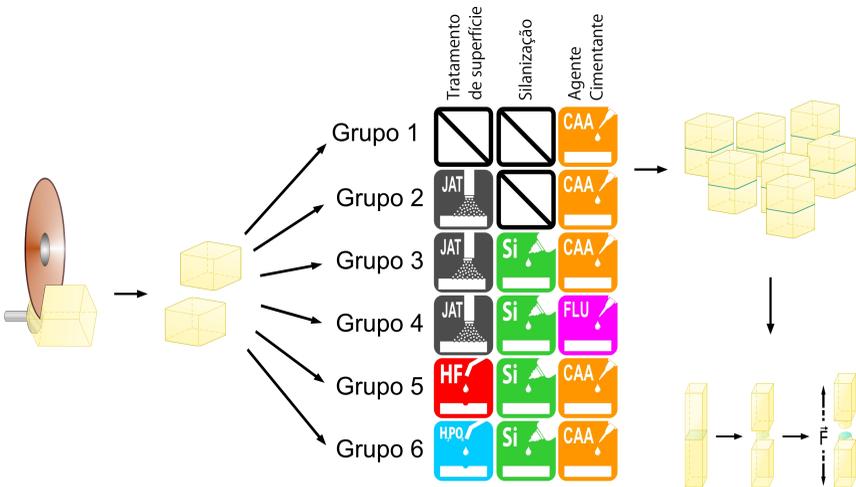
O método está esquematicamente ilustrado na Fig. 1, e os materiais utilizados estão listados no Quadro 1. Dois blocos CAD/CAM resina-cerâmica (Cerasmart, GC; Enamic, Vita Zahnfabrik) com dimensões 12 x 14 x 18 mm foram seccionados utilizando um disco diamantado em fatias de 4 mm de espessura e polidos sob irrigação com lixa de carbetto de silício granulação 600 durante 30 seg. As fatias foram limpas por banho ultrassônico em água destilada durante 5 min para remoção de contaminantes das superfícies. Para cada material, os espécimes foram aleatoriamente distribuídos em seis grupos de acordo com o tratamento de superfície recebido:

Grupo 1	Sem tratamento (ST).
Grupo 2	Jateamento (JAT): a superfície foi jateada com partículas de óxido de alumínio ( $Al_2O_3$ ) 27 $\mu$ m, perpendicularmente à superfície, a uma distância de 10 mm durante 20 seg e com uma pressão de 0,28 MPa. As partículas remanescentes foram removidas através de jato de ar durante 5 seg.
Grupo 3	Jateamento + Silano (JAT/Si): a superfície foi jateada seguido o mesmo protocolo do Grupo 2, e na sequência uma fina camada de silano (Ceramic Primer II, GC) foi aplicada utilizando um micro-aplicador descartável. Após 60 seg, a superfície foi seca com jato de ar.
Grupo 4	Jateamento + Silano (JAT/Si/FLU): o tratamento de superfície e silanização seguiram o mesmo protocolo do Grupo 3, entretanto uma resina composta fluida foi utilizada como agente cimentante na subsequente etapa de cimentação.
Grupo 5	Ácido hidrófluorídrico + Silano (HF/Si): a superfície foi condicionada com ácido hidrófluorídrico a 5% (IPS Ceramic

Etching Gel 5%, Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein) durante 60 seg, e completamente lavada com jato de ar/água durante 60 seg. Então, foi realizado um banho ultrassônico em água destilada durante 5 min e secagem com jato de ar durante 20 seg. O agente silano foi aplicado seguindo o mesmo protocolo do Grupo 3.

Grupo 6

Ácido fosfórico + Silano ( $H_3PO_4/Si$ ): a superfície foi condicionada com ácido fosfórico 37% (Total Etch, Ivoclar Vivadent) durante 60 seg, seguido de lavagem com jato de ar/água durante 60 seg e secagem com jato de ar durante 20 seg. O agente silano foi aplicado seguindo o mesmo protocolo do Grupo 3.



**Figura 1:** Esquema do método do estudo. Dois tipos de blocos CAD/CAM resina-cerâmica foram seccionados em fatias de 4 mm de espessura e distribuídos de acordo com as condições experimentais, resultando em 2 (material) x 6 (tratamento superficial e silanização) grupos. Microespécimes foram preparados, e testados sob tração até a falha, após três semanas e seis meses de armazenamento. JAT: jateamento com  $Al_2O_3$  27  $\mu m$ ; Si: silano; HF: condicionamento com ácido hidrofúorídrico 5%;  $H_3PO_4$ : condicionamento com ácido fosfórico 37%; CAA: cimento resinoso autoadesivo; FLU: resina composta fluida.

**Quadro 1:** Materiais utilizados no estudo.

Materiais		Composição	Lote
Blocos CAD/CAM resina-cerâmica	Cerasmart, GC, Tóquio, Japão	- Nanopartículas (71% peso) de vidro de bário (300 nm) e sílica (20 nm) - Polímeros (29%) de Bis-MEPP, UDMA, DMA	1403101
	Enamic, Vita Zahnfabrik, Bad Säckingen, Alemanha	- Cerâmica feldspática reforçada óxidos (86% peso) - Polímeros (14%) de UDMA e TEGDMA	53570
Agentes cimentantes	G-CEM LinkAce, GC	- Pasta A: UDMA 10-20%, Y-metacriloxipropiltrimetoxisilano > 2.5% - Pasta B: UDMA 25-50%, metacriloxipropiltrimetoxisilano > 2.5-10%, A, $\alpha$ -dimetilbenzilhidroperóxido	1401151
	G-aenial Universal Flo, GC	- Matriz: UDMA, Bis-MEPP, TEGDMA - Carga (69% volume): dióxido de silício e nanopartículas de vidro de estrôncio	1312072
Silano	Ceramic Primer II, GC	90-100% etanol, 1-5% 2,2'-etileno dioxidietil dimetacrilato, 1-5% metacrilóiloxidecil dihidrogênio fosfato, <1% (1-metiletilideno) bis[4,1-phenileneoxy(2-hydroxy-3,1-propanediyl)] bismetacrilato	14011222
Ácido hidrofluorídrico	IPS Ceramic Etching Gel 5%, Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein	Solução aquosa de ácido hidrofluorídrico (< 5%)	S51072
Ácido fosfórico	Total Etch 37%, Ivoclar Vivadent	Ácido fosfórico 37%, água	S29080
Partículas para jateamento	Aluminum oxide 27- $\mu$ m, Danville Materials, San Ramon, EUA	Partículas de óxido de alumínio 27 $\mu$ m	28482

Três pares de fatias de 4 mm (12x14x4mm) do mesmo material resina-cerâmica e que receberam o mesmo tratamento de superfície foram cimentadas umas às outras (3 espécimes sanduíche por grupo) utilizando um cimento resinoso dual autoadesivo (G-CEM LinkAce, GC), exceto para o Grupo 4 (JAT/Si/FLU) em que os pares foram cimentados com uma resina fluida fotopolimerizável (G-aenial Universal Flo, GC). A cimentação foi realizada sob peso constante de 1 Kg durante 10 min em uma prensa. O excesso de agente cimentante foi removido com um micro-aplicador descartável e a linha de cimentação coberta com um gel de glicerina (Liquid Strip, Ivoclar Vivadent) a fim de impedir a formação de uma camada não-polimerizada pela presença do oxigênio. Após os 5 min iniciais, os espécimes sanduíche foram fotopolimerizados em cada uma das faces durante 40 seg utilizando um aparelho de LED (Prima Light, GC) com uma irradiância de  $\pm 1600$  mW/cm<sup>2</sup>. Os espécimes foram armazenados em solução de cloramina a 0,5% à 37°C durante três semanas. Então, foi realizado o seccionamento de cada espécime sanduíche de forma perpendicular à interface adesiva utilizando um disco diamantado montado em aparelho automático de corte sob irrigação (Accutom-50, Struers,

Ballerup, Dinamarca), e foram obtidos até seis microespécimes retangulares (1,7 x 1,7 x 8 mm). Cada microespécime foi desgastado na interface adesiva resultando em espécimes com forma de ampulheta e interface adesiva cilíndrica (1,1±0,1 mm de diâmetro). Este desgaste foi realizado por ponta diamantada cilíndrica de granulação média (650, KaVo, Biberach, Alemanha) montada em turbina de alta rotação e esta por sua vez conectada à aparelho automatizado e controlado por computador (MicroSpecimen Former, University of Iowa, Iowa City, IA, EUA). Em seguida, a área da seção transversal da interface adesiva de cada microespécime foi mensurada em um aparelho modular com eixos X-Y equipado com microscópio óptico e leitor digital (Leitz VRZ-U, Wetzlar, Alemanha), com precisão de 0,001 mm. Metade dos microespécimes foi testada imediatamente e o restante foi armazenado durante 6 meses antes do teste. As extremidades dos microespécimes foram fixadas com adesivo em gel à base de cianocrilato (Model Repair II Blue, Sankin Kogyo, Tochigi, Japão) em dispositivos específicos com entalhes denominados BIOMAT-jig<sup>16</sup>. Os dispositivos foram presos a uma máquina de ensaios universal (Instron 5848 Micro Tester, High Wycombe, Bucks, Reino Unido) e os microespécimes tracionados até o momento da fratura com uma velocidade constante de 1 mm/min, utilizando uma célula de carga de 500 N. Quando se observou falha durante o processo de desgaste da interface adesiva, foi registrada como falha pré-teste (fpt). Os dados do teste de microtração (em Mpa para cada microespécime) foram estatisticamente analisados por um modelo linear de efeitos mistos considerando como fatores o tipo de *material*, o *tratamento de superfície* e o *tempo de armazenamento*, assim como suas interações de primeiro grau. Além disso, os resultados após seis meses de todos os grupos foram comparados com o Grupo 1 (ST) que foi considerado o controle negativo, e Grupo 3 (JAT/Si) que foi selecionado como controle positivo devido à considerável fase polimérica de ambos materiais. Todos os testes foram realizados em software de computador<sup>17</sup> à um nível de significância de  $p=0,05$ .

O modo de falha foi observado por meio de microscopia eletrônica de varredura (MEV) (JSM-6610LV SEM, Jeol, Tóquio, Japão) com magnificação de 70x e as falhas classificadas em “*interfaciais*” (entre o agente cimentante e o material resina-cerâmica e/ou somente no interior do agente cimentante) ou “*mistas*” (envolvendo a interface adesiva e falha coesiva do material resina-cerâmica). Fatias adicionais dos blocos CAD/CAM resina-cerâmica foram preparadas com os mesmos protocolos de tratamento de superfície prévios (ST, JAT, HF e H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>) para análise da morfologia superficial utilizando MEV. Os espécimes foram fixados com fita adesiva de carbono (PELCO Carbon Conductive Tape, Ted Pella Inc.,

Redding, CA, EUA) sobre suportes de alumínio e revestidos com íons metálicos de liga de ouro-paládio em pulverizador (JFC-1300 Autofine Coater, Jeol), com pressão da câmara de 30 mA/Pa e durante 120 seg. As superfícies foram observadas em MEV com voltagem de aceleração de 15 kV e distância de trabalho de 11 mm.

## Resultados

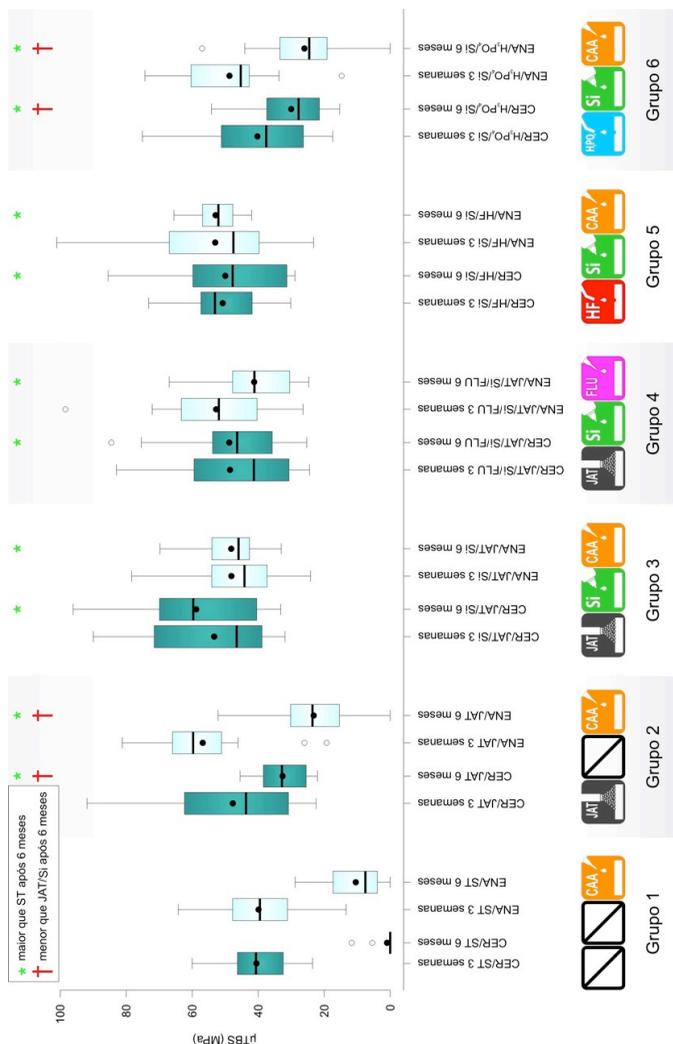
Valores mais baixos de  $\mu$ TBS foram obtidos na ausência de qualquer tratamento de superfície (Quadro 2). Não foi observado efeito significativo do tipo de *material* ( $p=0,97$ ), enquanto houve significância para os fatores *tratamento de superfície* ( $p<0,0001$ ) e *tempo de armazenamento* ( $p<0,0001$ ) foram constatadas. Também foi observada interação significativa entre o *tratamento de superfície* e o *tempo de armazenamento* ( $p<0,0001$ ). Após 3 semanas de armazenamento, não foi observada diferença significativa entre os grupos. Depois de seis meses, qualquer um dos tratamentos de superfície (Grupos 2 ao 6) resultaram em valores de  $\mu$ TBS significativamente maiores quando comparados ao controle negativo (Grupo 1: ST), que não recebeu nenhum tratamento (Fig. 2). Entretanto, quando a silanização foi omitida (Grupo 2: JAT), os resultados foram significativamente menores que o controle positivo (Grupo 3, JAT/Si), que recebeu jateamento e silanização. A substituição do JAT pelo condicionamento com HF (Grupo 5: HF/Si) ou a substituição do cimento resinoso autoadesivo por uma resina fluida (Grupo 4: JAT/Si/FLU) propiciaram resultados sem diferença estatística ao controle positivo (Grupo 3: JAT/Si). Em contraste, a substituição do JAT pelo condicionamento com  $H_3PO_4$  (Grupo 4:  $H_3PO_4$ /Si) não foi suficiente e resultou em redução significativa da  $\mu$ TBS quando comparada ao controle positivo (Grupo 3: JAT/Si).

A análise qualitativa dos tratamentos de superfície em MEV demonstrou que a superfície não tratada de CER (Cerasmart, GC) apresentou uma aparência mais regular em comparação à ENA (Enamic, Vita Zahnfabrik). Enquanto sinais de asperização da superfície puderam ser visualizados para os dois materiais resina-cerâmica após o JAT ou condicionamento com HF (Fig. 3), o condicionamento com  $H_3PO_4$  não resultou em alterações morfológicas visíveis. O JAT criou uma superfície irregular e acidentada em ambos os materiais resina-cerâmica, enquanto o HF produziu poros na superfície de CER devido a dissolução das nanopartículas de sílica e vidro de bário, mas produziu uma aparência acidentada quando da dissolução da rede de cerâmica feldspática de ENA (Figura 3). A análise das falhas demonstrou elevada prevalência de fraturas mistas para ENA em comparação a CER (Quadro 2 e Fig. 4)

**Quadro 2:** Resultados do teste de  $\mu$ TBS.

Grupo	Tratamento de superfície	Silano	Agente Cimentante	Material	3 semanas de armazenamento			6 meses de armazenamento		
					Média (DP)	n/ft	Falhas mistas/interfaciais (%)	Média (DP)	n/ft	Falhas mistas/interfaciais (%)
1	ST	Não	CAA	Cerasmart	40,5 (11,5)	15/0	3/97	0,9 (3,0)	18/16	3/97
				Enamic	40,5 (13,7)	15/0	17/83	10,4 (9,5)	18/3	3/97
2	JAT	Não	CAA	Cerasmart	47,7 (20,2)	17/0	12/88	32,6 (8,1)	17/0	3/97
				Enamic	56,8 (16,3)	16/0	15/85	23,3 (13,8)	18/2	22/78
3	JAT	Sim	CAA	Cerasmart	53,3 (18,2)	16/0	13/88	48,2 (9,6)	17/0	17/83
				Enamic	48,1 (14,9)	17/0	38/62	58,8 (19,7)	18/0	47/53
4	JAT	Sim	FLU	Cerasmart	48,2 (20,5)	18/0	6/94	48,4 (16,9)	17/0	17/83
				Enamic	52,8 (17,8)	17/0	22/78	41,2 (13,2)	13/0	31/69
5	HF	Sim	CAA	Cerasmart	50,8 (11,3)	18/0	14/86	50,0 (18,4)	15/0	17/83
				Enamic	53,0 (21,6)	18/0	33/67	52,9 (7,1)	14/0	44/56
6	H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub>	Sim	CAA	Cerasmart	40,2 (16,4)	17/0	9/91	30,0 (11,2)	18/0	11/89
				Enamic	48,7 (14,8)	16/0	24/76	26,0 (15,6)	14/2	22/78

ST: sem tratamento; JAT: jateamento com Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 27  $\mu$ m; HF: condicionamento com ácido hidrofluorídrico 5%; H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>: condicionamento com ácido fosfórico 37%; CAA: cimento resinoso autoadesivo; FLU: resina composta fluida; DP: desvio padrão; n: número de microespécimes; fpt: falha pré-teste.



**Figura 2:** Gráfico dos resultados do teste de  $\mu$ TBS. As caixas representam a distribuição dos dados entre o primeiro e o terceiro quartis. As linhas centrais horizontais e os pontos pretos representam a mediana e a média, respectivamente. Os fios de bigode se estendem até os valores máximos e mínimos observados, com exceção aos valores atípicos que são representados por círculos (°). CER: Cerasmart; ENA: Enamic; JAT: jateamento com  $Al_2O_3$  27  $\mu m$ ; HF: condicionamento com ácido hidrofluorídrico 5%;  $H_3PO_4$ : condicionamento com ácido fosfórico 37%; Si: silano; CAA: cimento resinoso autoadesivo; FLU: resina composta fluida. Diferenças significativas foram baseadas em modelo linear de efeitos mistos com nível de significância de  $p=0,05$ .

## Discussão

Este estudo *in vitro* investigou o efeito de diferentes tratamentos de superfície na adesão de um cimento autoadesivo dual à dois novos materiais resina-cerâmica após distintos tempos de armazenamento. Apesar das inerentes diferenças nas superfícies (Fig. 3), não foram observadas diferenças significativas na  $\mu$ TBS entre CER e ENA (Quadro 2), então a primeira hipótese nula foi aceita. A análise qualitativa em MEV revelou que a superfície não pré-tratada de ENA é mais irregular que a superfície de CER (Fig. 3), e isto pode explicar o menor número de falhas pré-teste para Grupo 1 (ST) de ENA em comparação ao Grupo 1 (ST) de CER após 6 meses (Quadro 2); entretanto, esta diferença não foi estatisticamente significante ( $p=0,084$ ).

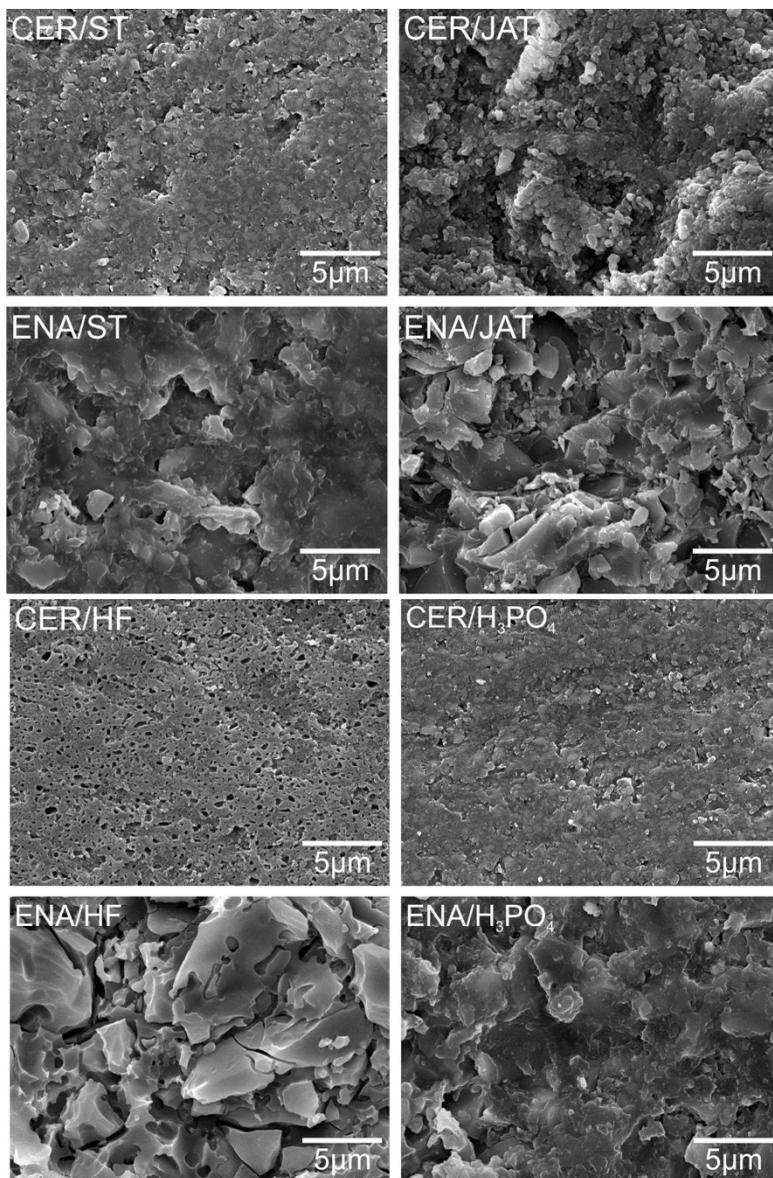
É importante notar que o material CER utilizado neste estudo contém partículas condicionáveis de vidro de bário e baixa dureza<sup>2</sup>, diferentemente de outros materiais resina-cerâmica contendo partículas de zircônia investigados em estudos anteriores<sup>14,15</sup>. Como consequência, CER é mais susceptível à asperização mecânica e condicionamento ácido<sup>18</sup>. É evidente que diferenças entre materiais devem ser interpretadas com cuidado<sup>19</sup> e os achados não podem ser generalizados para todos materiais resina-cerâmica.

Ambos *tratamentos de superfície e tempo de armazenamento* resultaram em efeito significativo  $\mu$ TBS, com interação significativa entre ambos fatores ( $p<0,001$ ); portanto, a segunda e terceira hipóteses nulas foram rejeitadas. No geral, elevados valores de  $\mu$ TBS foram observados apenas após três semanas de armazenamento (Quadro 2). As diferenças entre os tratamentos de superfície apenas se manifestaram após o período de armazenamento mais longo, o que afetou a  $\mu$ TBS dependendo do tratamento de superfície. Os menores valores de  $\mu$ TBS foram obtidos na ausência de qualquer tratamento de superfície (Grupo 1: ST), que ficou evidente após seis meses de armazenamento. Após este período, qualquer tratamento de superfície resultou em maior  $\mu$ TBS em comparação com o controle negativo ST (Fig. 2). Entretanto, quando comparado ao Grupo 3 (JAT/Si), determinado como controle positivo, o jateamento isolado (Grupo 2: JAT) resultou em  $\mu$ TBS significativamente inferior (Fig. 2). Isto demonstra que a silanização é um passo crucial para a manutenção da  $\mu$ TBS, o que também já foi previamente demonstrado para cerâmicas convencionais<sup>20,21</sup> e resinas indiretas<sup>22,23</sup>. Apesar da presença de polímeros nos dois materiais resina-cerâmica, seus conteúdos inorgânicos permanecem relativamente altos, então a ligação química extra promovida pelo silano entre os componentes inorgânicos e os polímeros do agente cimentante aumentou a  $\mu$ TBS<sup>24</sup>. Entretanto, a asperização mecânica

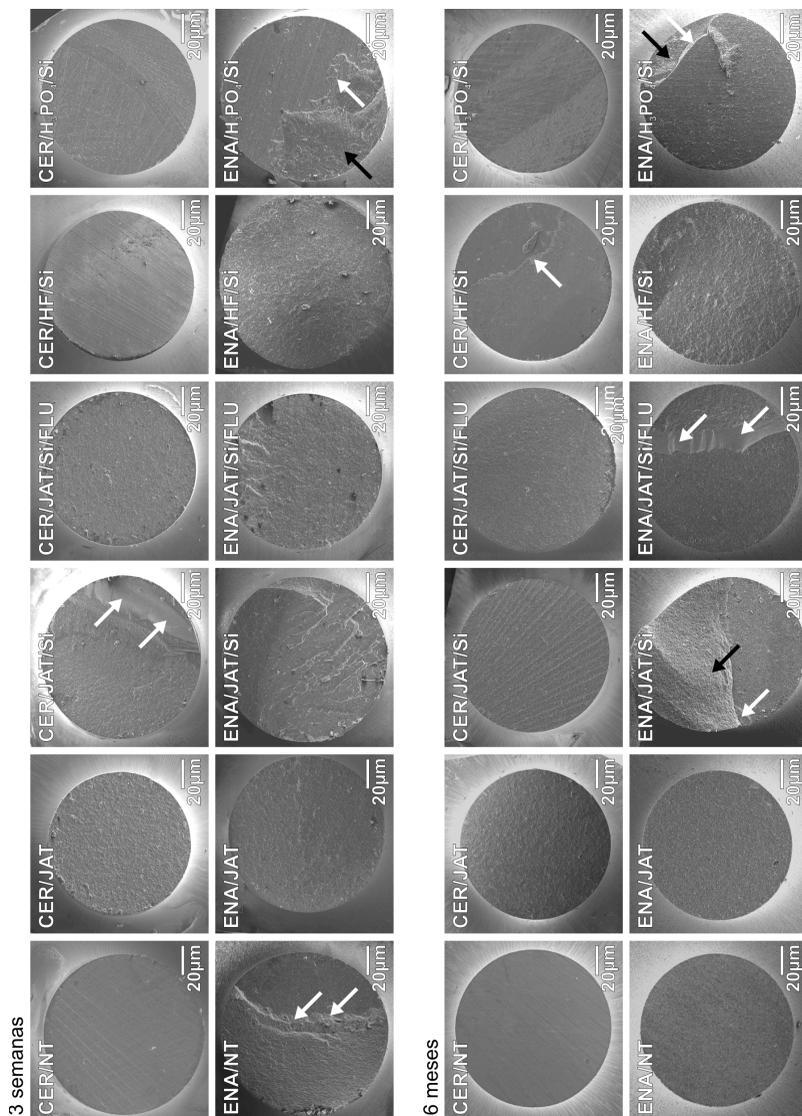
também é necessária; no Grupo 6 ( $H_3PO_4/Si$ ), o  $H_3PO_4$  não foi forte o suficiente para criar irregularidades visíveis nas superfícies e mesmo com a silanização, baixos valores de  $\mu TBS$  foram obtidos em comparação ao controle positivo Grupo 3 (JAT/Si). Resultados similares foram encontrados para cerâmicas vítreas<sup>11,25</sup>, resinas compostas<sup>26</sup> e cerâmicas infiltradas por polímero<sup>27</sup>. A rugosidade das superfícies condicionadas com  $H_3PO_4$  foi similar à superfície que não recebeu tratamento, contudo o efeito é apenas de limpeza<sup>18,27</sup>. O  $H_3PO_4$  deve ser preferido ao HF para reparo intraoral, devido à periculosidade de uso do último<sup>28</sup>; entretanto, de acordo com nossos resultados, pode ser concluído que a adesão a longo prazo pode estar comprometida na ausência de suficiente retenção micromecânica.

A análise de fratura revelou que a maioria dos espécimes falharam na interface, o que indicou que o estresse foi concentrado nesta área durante o teste de tração<sup>29</sup>. Um maior número de falhas mistas com fraturas coesivas de substrato foram observadas para ENA; e isto deve ser o resultado da inerente característica friável deste material em comparação a maior resiliência de CER. De fato, já foi demonstrado que ENA possui uma resistência flexural menor que CER<sup>3</sup>. A resistência flexural está intimamente relacionada à resistência de união adesiva por tração e isto pode explicar o fato das falhas terem se propagado mais frequentemente através do substrato ENA.

Um cimento resinoso dual autoadesivo (G-CEM LinkAce) foi utilizado para cimentar os espécimes, exceto para o Grupo 4 (JAT/Si/FLU), em que uma resina fluida fotopolimerizável (G-aenial Universal Flo) foi utilizada como agente cimentante. De maneira interessante, foi observado desempenho similar ao cimento resinoso para ambos materiais resina-cerâmica (Fig. 2). Entretanto, deve ser ressaltado que neste estudo os espécimes sanduíche foram extensivamente fotoativados em cada face e devido a interface plana dos espécimes, foi proporcionada uma relação favorável entre a circunferência – que pode ser diretamente exposta à luz – e a superfície interna. Para extrapolar estes achados para situações clínicas, são necessários mais estudos sobre ao grau de conversão destes agentes cimentantes ativados sob diferentes espessuras de materiais resina-cerâmica.



**Figura 3:** Micrografias de MEV das superfícies tratadas. CER: Cerasmart; ENA: Enamic; ST: sem tratamento; JAT: jateamento com  $\text{Al}_2\text{O}_3$  27  $\mu\text{m}$ ; HF: condicionamento com ácido hidrófluídrico 5%;  $\text{H}_3\text{PO}_4$ : condicionamento com ácido fosfórico 37%. Magnificação original: 5.000x.



**Figura 4:** Amostras de micrografias de MEV das superfícies fraturadas no teste de  $\mu$ TBS. CER: Cerasmart; ENA: Enamic; ST: sem tratamento; JAT: jateamento com  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ; 27  $\mu\text{m}$ ; HF: condicionamento com ácido hidrófluorídrico 5%;  $\text{H}_3\text{PO}_4$ : condicionamento com ácido fosfórico 37%; Si: silano; FLU: resina composta fluida. Setas brancas: falhas interfaciais envolvendo agente cimentante. Setas pretas: falhas mistas com envolvimento de substrato resina-cerâmica. Observe que ocorreram mais falhas mistas em ENA do que em CER. Magnificação original: 70x.

## Conclusões

Ambos blocos resina-cerâmica tiveram desempenho similar independente do tratamento de superfície. Assim como previamente demonstrado para outros materiais CAD/CAM<sup>13,20,30-33</sup>, a criação de uma superfície microretentiva através do jateamento ou condicionamento com HF, seguido de silanização para adesão química, é necessária para manutenção da resistência adesiva após 6 meses.

## Agradecimentos

Esta pesquisa foi suportada parcialmente pela Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior – CAPES – Programa Doutorado Sanduíche no Exterior – Processo nº. BEX 13930/13-3. Os autores também agradecem às empresas GC, Vita Zahnfabrik e Ivoclar Vivadent pela doação dos materiais utilizados neste estudo.

## Referências

- 1 Lauvahutanon S, Takahashi H, Oki M, Arksornnukit M, Kanehira M, Finger WJ. In vitro evaluation of the wear resistance of composite resin blocks for CAD/CAM. *Dent Mater J* 2015;34:495–502.
- 2 Lauvahutanon S, Takahashi H, Shiozawa M, Iwasaki N, Asakawa Y, Oki M, et al. Mechanical properties of composite resin blocks for CAD/CAM. *Dent Mater J* 2014;33:705–10.
- 3 Awada A, Nathanson D. Mechanical properties of resin-ceramic CAD/CAM restorative materials. *J Prosthet Dent* 2015:1–7.
- 4 Ruse ND, Sadoun MJ. Resin-composite blocks for dental CAD/CAM applications. *J Dent Res* 2014;93:1232–4.
- 5 Coldea A, Swain M V., Thiel N. Mechanical properties of polymer-infiltrated-ceramic-network materials. *Dent Mater* 2013;29:419–26.
- 6 Nguyen JF, Ruse D, Phan a. C, Sadoun MJ. High-temperature-pressure Polymerized Resin-infiltrated Ceramic Networks. *J Dent Res* 2013;93:62–7.
- 7 Leung BTW, Tsoi JKH, Matinlinna JP, Pow EHN. Comparison of mechanical properties of three machinable ceramics with an experimental fluorophlogopite glass ceramic. *J Prosthet Dent* 2015:1–7.
- 8 Della Bona A, Corazza PH, Zhang Y. Characterization of a polymer-infiltrated ceramic-network material. *Dent Mater* 2014;30:564–9.
- 9 Krämer N, Lohbauer U, Frankenberger R. Adhesive luting of indirect restorations. *Am J Dent* 2000;13:60D – 76D.

- 10 D'Arcangelo C, Vanini L. Effect of three surface treatments on the adhesive properties of indirect composite restorations. *J Adhes Dent* 2007;9:319–26.
- 11 Peumans M, Hikita K, De Munck J, Van Landuyt K, Poitevin a., Lambrechts P, et al. Effects of ceramic surface treatments on the bond strength of an adhesive luting agent to CAD-CAM ceramic. *J Dent* 2007;35:282–8.
- 12 Krämer N, Reinelt C, Richter G, Petschelt A, Frankenberger R. Nanohybrid vs. fine hybrid composite in Class II cavities: clinical results and margin analysis after four years. *Dent Mater* 2009;25:750–9.
- 13 Spitznagel FA, Horvath SD, Guess PC, Blatz MB. Resin bond to indirect composite and new ceramic/polymer materials: a review of the literature. *J Esthet Restor Dent* 2014;26:382–93.
- 14 Elsaka SE. Bond strength of novel CAD/CAM restorative materials to self-adhesive resin cement: The effect of surface treatments. *J Adhes Dent* 2014;16:531–40.
- 15 Frankenberger R, Hartmann V, Krech M, Krämer N, Reich S, Braun A, et al. Adhesive luting of new CAD/CAM materials. *Int J Comput Dent* 2015;18:9–20.
- 16 Poitevin A, De Munck J, Van Landuyt K, Coutinho E, Peumans M, Lambrechts P, et al. Critical analysis of the influence of different parameters on the microtensile bond strength of adhesives to dentin. *J Adhes Dent* 2008;10:7–16.
- 17 R Core Team (2013). R: A language and environment for statistical computing. R Foundation for Statistical Computing, Vienna, Austria. URL <http://www.R-project.org/>.
- 18 Loomans B a C, Cardoso M V., Opdam NJM, Roeters FJM, De Munck J, Huysmans MCDNJM, et al. Surface roughness of etched composite resin in light of composite repair. *J Dent* 2011;39:499–505.
- 19 Loomans B a C, Vivan Cardoso M, Roeters FJM, Opdam NJM, De Munck J, Huysmans MCDNJM, et al. Is there one optimal repair technique for all composites? *Dent Mater* 2011;27:701–9.
- 20 Brentel AS, Özcan M, Valandro LF, Alarça LG, Amaral R, Bottino MA. Microtensile bond strength of a resin cement to feldspathic ceramic after different etching and silanization regimens in dry and aged conditions. *Dent Mater* 2007;23:1323–31.
- 21 Özcan M, Valandro LF, Amaral R, Leite F, Bottino MA. Bond strength durability of a resin composite on a reinforced ceramic using various repair systems. *Dent Mater* 2009;25:1477–83.
- 22 Ellakwa A, Shortall A, Burke F, Marquis P. Effects of grit blasting and silanization on bond strengths of a resin luting cement to Belleglass HP indirect composite. *Am J Dent* 2003;16:53–7.
- 23 Yoshida K, Kamada K, Atsuta M. Effects of two silane coupling agents, a bonding agent, and thermal cycling on the bond strength of a CAD/CAM composite material cemented with two resin luting agents. *J Prosthet Dent* 2001;85:184–9.

- 24 Lung CYK, Matinlinna JP. Aspects of silane coupling agents and surface conditioning in dentistry: An overview. *Dent Mater* 2012;28:467–77.
- 25 El Zohairy AA, De Gee AJ, Hassan FM, Feilzer AJ. The effect of adhesives with various degrees of hydrophilicity on resin ceramic bond durability. *Dent Mater* 2004;20:778–87.
- 26 Kirmali O, Barutcugil C, Harorli O, Kapdan A, Er K. Resin cement to indirect composite resin bonding: Effect of various surface treatments. *Scanning* 2015;37:89–94.
- 27 Campos F, Almeida C, Rippe M, de Melo R, Valandro L, Bottino M. Resin Bonding to a Hybrid Ceramic: Effects of Surface Treatments and Aging. *Oper Dent* 2015 [Epub ahead of print].
- 28 Özcan M, Allahbeickaraghi A, Dündar M. Possible hazardous effects of hydrofluoric acid and recommendations for treatment approach: A review. *Clin Oral Investig* 2012;16:15–23.
- 29 Scherrer SS, Cesar PF, Swain M V. Direct comparison of the bond strength results of the different test methods: A critical literature review. *Dent Mater* 2010;26:e78–93.
- 30 Lise D, Perdigão J, Van Ende a, Zidan O, Lopes G. Microshear Bond Strength of Resin Cements to Lithium Disilicate Substrates as a Function of Surface Preparation. *Oper Dent* 2015;40(5):524-32.
- 31 Nagai T, Kawamoto Y, Kakehashi Y, Matsumura H. Adhesive bonding of a lithium disilicate ceramic material with resin-based luting agents. *J Oral Rehabil* 2005;32:598–605.
- 32 Spohr A, Sobrinho L, Consani S, Sinhoreti M, Knowles J. Influence of surface conditions and silane agent on the bond of resin to IPS Empress 2 ceramic. *Int J Prosthodont* 2003;16:277–82.
- 33 Kalavacharla V, Lawson N, Ramp L, Burgess J. Influence of Etching Protocol and Silane Treatment with a Universal Adhesive on Lithium Disilicate Bond Strength. *Oper Dent* 2015;40(4)372-8.

# Artigo II

## **Influência das espessuras de blocos CAD/CAM resina-cerâmica na irradiância luz e grau conversão de agentes cimentantes resinosos**

*Diogo Pedrollo Lise<sup>1,2</sup>, Annelies Van Ende<sup>1</sup>, Jan De Munck<sup>1</sup>, Pong Pongprueksa<sup>1</sup>, Luiz Clovis Cardoso Vieira<sup>2</sup>, Luiz Narciso Baratieri<sup>2</sup>, Bart Van Meerbeek<sup>1</sup>.*

<sup>1</sup> *BIOMAT, Departamento de Ciências da Saúde Oral, KU Leuven & Odontologia, UZ Leuven, Leuven, Bélgica.*

<sup>2</sup> *Departamento de Odontologia, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, Santa Catarina, Brasil.*

### **Resumo**

Objetivos: determinar a irradiância de luz e o grau de conversão de agentes cimentantes resinosos, quando curados através de diferentes espessuras de materiais CAD/CAM resina-cerâmica.

Materiais e Métodos: dois blocos CAD/CAM resina-cerâmica (Cerasmart, GC e Enamic, Vita Zahnfabrik) foram seccionados em fatias com diferentes espessuras (1, 3 e 5 mm). Filmes de 100 µm de um cimento resinoso autoadesivo dual (G-CEM LinkAce, GC), uma resina fluida fotoativada (G-ænial Universal Flo, GC) e uma resina micro-híbrida (G-ænial Posterior, GC), ambas fotoativáveis, foram investigados como agentes cimentantes. A irradiância de luz foi mensurada por um espectrofotômetro enquanto recebiam fotoativação através de fatias de resina-cerâmica durante 40 seg, proveniente de fotopolimerizadores LED de alta (G-Light Prima, GC) ou baixa emitância de radiação (SmartLite Focus, Dentsply). Após a fotoativação, foram registrados os espectros micro-Raman dos agentes cimentantes para determinar o grau de conversão após 5 min, 10 min, 1 h e 24 h. Cinco espécimes (n=5) foram preparados e mensurados para cada combinação de resina-cerâmica/espessura/agente cimentante/fotopolimerizador. Os dados de irradiância foram estatisticamente analisados por teste Kruskal-Wallis seguido de comparações *post-hoc*, enquanto um modelo linear de efeitos mistos foi aplicado para análise do grau de conversão (p=0,05).

Resultados: a atenuação da irradiância de luz foi significativamente influenciada pela espessura e tipo de material resina-cerâmica. Tipo e espessura do material resina-cerâmica também influenciaram significativamente o grau de conversão, enquanto o fotopolimerizador apresentou apenas efeito significativo para a resina micro-híbrida. O grau de conversão aumentou significativamente ao longo do tempo para todos os agentes cimentantes.

**Conclusões:** estima-se que agentes cimentantes exclusivamente podem ser adequadamente curados sob espessuras de 1,5 à 2,7 mm, dependendo do tipo de material CAD/CAM resina-cerâmica e do fotopolimerizador; entretanto, um cimento resinoso dual é necessário para maiores espessuras. A utilização de um fotopolimerizador de alta emitância de radiação apresenta apenas efeitos limitados na espessura máxima de material resina-cerâmica que permita uma cura adequada.

**Palavras-chave:** resina-cerâmica, grau de conversão, micro-Raman, espectrômetro de luz, fotopolimerizador, cimento resinoso

## **Introdução**

Considerando que a qualidade do selamento marginal de uma restauração indireta determina a longevidade do complexo dente-restauração, uma reduzida infiltração marginal é a maior vantagem da cimentação adesiva em comparação à cimentação convencional com ionômero de vidro ou cimentos à base de fosfato<sup>1</sup>. Uma adesão adequada pode ser obtida após a utilização de um protocolo bem estabelecido de tratamento de superfície da estrutura dental e do material restaurador, entretanto também é importante garantir a cura apropriada do agente cimentante resinoso para obter boas propriedades mecânicas e evitar o desgaste do cimento, o que está relacionado com um maior risco de cárie secundária e complicações periodontais ou endodônticas<sup>2</sup>. O grau de conversão dos agentes cimentantes resinosos tem relação com suas propriedades mecânicas e é utilizado como parâmetro preditivo do desempenho clínico de restaurações<sup>3,4</sup>.

Diferentemente dos cimentos resinosos autopolimerizáveis, que apresentam uma reação exclusivamente química para dar início à reação de polimerização, a maioria dos cimentos resinosos disponíveis atualmente é dual (químico e fotoativado, em uma seringa com duas pastas) ou de cura exclusiva por luz (uma pasta). A ausência de iniciadores químicos nos cimentos resinosos exclusivamente fotoativáveis faz com que sua polimerização seja totalmente dependente da energia luminosa transmitida através do material restaurador<sup>5</sup>. Esta categoria está indicada quando da cimentação de restaurações pouco espessas que permitem irradiância de luz suficiente, e então os fotoiniciadores (por exemplo, canforoquinona) são ativados e a cadeia de polimerização é iniciada. Resina composta convencional e resina fluida também podem ser utilizadas como agentes cimentantes de cura exclusiva por luz, permitindo prolongado tempo de

trabalho, melhor remoção de excessos e melhor estabilidade de cor quando comparadas aos cimentos resinosos duais<sup>6</sup>.

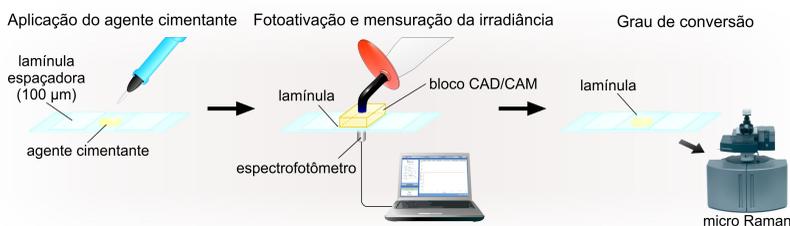
Clinicamente, restaurações indiretas com espessuras variadas são realizadas de acordo com as diferentes condições dos dentes. Quando a irradiância de luz é atenuada devido à presença da restauração, o grau de conversão do agente cimentante pode ser comprometido e também alterar suas propriedades mecânicas<sup>3</sup>, a adesão ao material restaurador e aos substratos dentais<sup>7</sup>. Em áreas dificilmente atingidas pela luz do fotopolimerizador, os cimentos duais são indicados com o intuito de obter cura adequada devido seu catalisador químico. Entretanto, já foi demonstrado que mesmo para cimentos de cura dual, a fotoativação pode ser importante para garantir propriedades mecânicas adequadas<sup>8</sup>. A atenuação de luz é dependente do volume, tamanho e formato das partículas, e dos índices de refração dos componentes do material<sup>9</sup>. Além disso, a transmissão de luz depende do comprimento de onda de luz do fotopolimerizador<sup>10</sup> e das mudanças no espectro transmitido em função da profundidade<sup>9</sup>. Como resultado, diferentes combinações de fotopolimerizadores e fotoiniciadores podem resultar em variações no grau de conversão. Devido à complexidade dos fatores envolvidos e por conta da enorme variedade de irradiância dos fotopolimerizadores, materiais para CAD/CAM e cimentos resinosos, seria muito complexo, senão impossível, mensurar o efeito independente de todos estes fatores. Como alternativa, a mensuração direta do efeito geral é muito mais prática e clinicamente relevante do que investigar essas variáveis separadamente. Isto também significa que a atenuação de luz é específica para cada material restaurador e que a espessura máxima que possibilita a passagem de luz suficiente deve ser determinada para cada material e fotopolimerizador.

Novos blocos CAD/CAM do tipo resina-cerâmica, contendo uma fase polimérica e outra cerâmica, foram recentemente introduzidos na odontologia para confecção de restaurações indiretas (inlay, onlay, facetas, coroas sobre dentes ou implantes)<sup>11</sup>. Entretanto ainda não está claro se agentes cimentantes duais e/ou exclusivamente fotoativáveis podem ser adequadamente curados sob esses materiais, enquanto suas espessuras e composições híbridas são relevantes caso se pretenda realizar uma cimentação adesiva. Cerasmart (GC, Tóquio, Japão) apresenta 71% em volume de nanopartículas de sílica e vidro de bário (20 – 300 nm) dispersas em uma matriz polimérica composta por Bis-MEPP, UDMA e dimetracrilatos<sup>12</sup>. Enamic (Vita Zahnfabrik, Bad Säckingen, Alemanha) consiste de uma mistura monomérica (TEDGMA e UDMA) infiltrada em uma rede de cerâmica feldspática pré-sinterizada e reforçada por óxidos ( $Al_2O_3$ ,  $Na_2O$ ,  $K_2O$ ,  $Zr_2O$ ), que representa 86% do material em peso<sup>13,14</sup>.

Até o momento não existem dados disponíveis na literatura científica com relação à eficiência da fotopolimerização de agentes cimentantes resinosos quando utilizados para cimentar novos materiais CAD/CAM resina-cerâmica. Portanto, este estudo objetivou (1) avaliar o efeito diferentes espessuras de materiais resina-cerâmica na irradiância de luz e (2) no grau de conversão de um cimento resinoso dual e dois compósitos fotoativáveis utilizados como agentes cimentantes. As hipóteses nulas testadas foram que (1) a irradiância de luz e (2) o grau de conversão dos agentes cimentantes resinosos não são afetados pelo (a) fotopolimerizador, (b) espessura e (c) tipo do material CAD/CAM resina-cerâmica.

## Materiais e Métodos

As composições dos blocos CAD/CAM e dos agentes cimentantes estão descritas no Quadro 1, enquanto a Figura 1 representa esquematicamente o desenho do estudo. Dois blocos CAD/CAM do tipo resina-cerâmica (Cerasmart A3-LT, GC e Enamic 3M2-T, Vita Zahnfabrik) com dimensões 12 x 14 x 18 mm foram seccionados utilizando um disco diamantado montado em aparelho automático de corte sob irrigação (Accutom-50, Struers, Ballerup, Dinamarca), e foram obtidas fatias de 1, 3 e 5 mm de espessura. Porções de cada agente cimentante foram dispensadas sobre lâminas de vidro de 1 mm de espessura (Gehard Menzel, Braunschweig, Alemanha), e pressionadas até obtenção de uma película de 100  $\mu\text{m}$  de espessura. Para isso, foi pressionada uma lamínula de vidro sobre cada agente cimentante, e essa apoiada sobre outras duas lamínulas de 100  $\mu\text{m}$ , posicionadas ao lado de cada porção de agente cimentante.



**Figura 1:** Esquema do método do estudo.

Imediatamente após dispensar o agente cimentante, cada espécime foi posicionado sobre o sensor de um espectrofotômetro de luz (MARC®

[Managing Accurate Resin Curing] patient simulator, BlueLight Analytics Inc., Halifax, Nova Escócia, Canadá) em para mensurar e monitorar a irradiância de luz (faixa de comprimento de onda, 360 – 540 nm) transmitida pelos dois aparelhos fotopolimerizadores à base de diodo emissor de luz (LED) testados, com alta (G-Light Prima, GC; no modo de cura alto) ou baixa emitância de radiação (SmartLite Focus, Dentsply, York, PA, EUA; no modo de cura padrão). O sensor do espectrofotômetro foi retirado do simulador de cavidade oral e montado em base customizada para permitir condições padronizadas de mensuração. Cada espécime foi sobreposto por uma fatia de material resina-cerâmica ou deixado descoberto (controle), e fotoativado durante 40 seg. Ambos fotopolimerizadores foram posicionados perpendicularmente ao topo e em contato direto com as diferentes fatias de materiais polímero-cerâmica, ou diretamente sob a lamínula de vidro (controle). O limite mínimo de detecção do espectrofotômetro é de 11 mW/cm<sup>2</sup>, que após 40 seg de fotoativação corresponde a uma exposição radiante de 0,4 J/cm<sup>2</sup>. Entretanto, para alguns espécimes fotoativados com a interposição de fatias de 5 mm de espessura resina-cerâmica, não foi possível detectar irradiância, então essa foi registrada como metade do limite mínimo (5,5 mW/cm<sup>2</sup>) para possibilitar a análise estatística. Cinco espécimes (n=5) foram preparados e mensurados para cada combinação de resina-cerâmica/espessura/agente cimentante/fotopolimerizador.

**Quadro 1:** Materiais utilizados no estudo.

Materiais		Composição	Lote
Blocos CAD/CAM resina-cerâmica	Cerasmart, GC, Tóquio, Japão (A3-LT)	- Nanopartículas (71% peso) de vidro de bário (300 nm) e sílica (20 nm) - Polímeros (29%) de Bis-MEPP, UDMA, DMA	1403101
	Enamic, Vita Zahnfabrik, Bad Säckingen, Alemanha (3M2-T)	- Cerâmica feldspática reforçada óxidos (86% peso) - Polímeros (14%) de UDMA e TEGDMA	53570
Agentes cimentantes	Cimento autoadesivo dual (seringa automistura)	- Pasta A: UDMA 10-20%, Y-metacriloxipropiltrimetoxissilano > 2.5% - Pasta B: UDMA 25-50%; metacriloxipropiltrimetoxissilano > 2.5-10%, A, $\alpha$ -dimetilbenzilhidroperóxido	1401151
	Resina composta fluida	- Matriz: UDMA, Bis-MEPP, TEGDMA - - Carga (69% volume): dióxido de silício (16 nm) e de vidro de estrôncio (200 nm) - Outros: pigmentos, fotoiniciador	1312072
	Resina composta micro-híbrida	- Matriz: UDMA, dimetacrilatos - Carga (81% volume): sílica, estrôncio, fluoraminossilicato e vidro de lantânio - Outros: pigmentos, fotoiniciador	140207A

Após a mensuração da irradiância de luz, os espécimes foram transferidos para um espectrômetro micro-Raman (SENTERRA, BrukerOptik, Ettlingen, Alemanha) e o espectro de cada espécime foi registrado nos tempos de: 5 min, 10 min, 1 h e 24 h. As seguintes configurações foram utilizadas: Ar-ion laser de 785 nm, potência de 100 mW, grade de difração de 1.200 pontos/mm, abertura do diafragma de 50  $\mu\text{m}$ , e aumento objetivo de 100x. O tempo de integração do espectro foi de 20 seg e média foi calculada após duas mensurações consecutivas. Cada espécime foi mensurado duas vezes (em dois pontos distintos) e todos foram mantidos em ambiente seco e escuro à 37°C, durante todo o experimento. O grau de conversão foi calculado considerando a amplitude do pico alifático da dupla ligação de carbono (C=C) à 1638  $\text{cm}^{-1}$  e o pico de referência, de acordo com a seguinte fórmula:

$$\text{Grau de conversão (\%)} = \left( 1 - \frac{C_{\text{alifático}}/C_{\text{referência}}}{U_{\text{alifático}}/U_{\text{referência}}} \right) \times 100$$

sendo  $C_{\text{alifático}}$  o pico de absorção à 1638  $\text{cm}^{-1}$  do espécime curado,  $C_{\text{referência}}$  o pico de referência do espécime curado,  $U_{\text{alifático}}$  o pico de absorção à 1638  $\text{cm}^{-1}$  do espécime não-curado, e  $U_{\text{referência}}$  o pico de referência do espécime não-curado. O pico de referência para o cimento resinoso dual (G-CEM LinkAce, GC) foi o C-H à 1455  $\text{cm}^{-1}$ , enquanto o pico aromático C=C à 1608  $\text{cm}^{-1}$  foi utilizado para a resina composta fluida (G-aenial Universal Flo, GC) e a resina composta micro-híbrida (G-aenial Posterior, GC). A fração remanescente de ligações C=C para cada espectro foi determinada após correção de linha de base, comparando as intensidades máximas dos picos aromáticos e de referência, utilizando programa específico (OPUS 7.0, BrukerOptik GmbH, Ettlingen, Alemanha).

O teste não-paramétrico de Kruskal-Wallis (SPSS Statistics 21, IBM Corp., Chicago, IL, EUA) seguido de teste *post-hoc* U de Mann-Whitney com correção de Bonferroni ( $\alpha$  ajustado para 0,002) foram aplicados para analisar estatisticamente os dados de irradiância de luz. Um modelo linear de efeitos mistos foi aplicado (R3.0.1 and nlme package, R Foundation for Statistical Computing, Viena, Áustria) para análise estatística os dados de grau de conversão. Nesse modelo, os quatro efeitos incluídos foram *espessura*, *resina-cerâmica*, *fotopolimerizador* e a transformação logarítmica do *tempo*. Todos os testes foram realizados considerando um nível de significância de  $p=0,05$ .

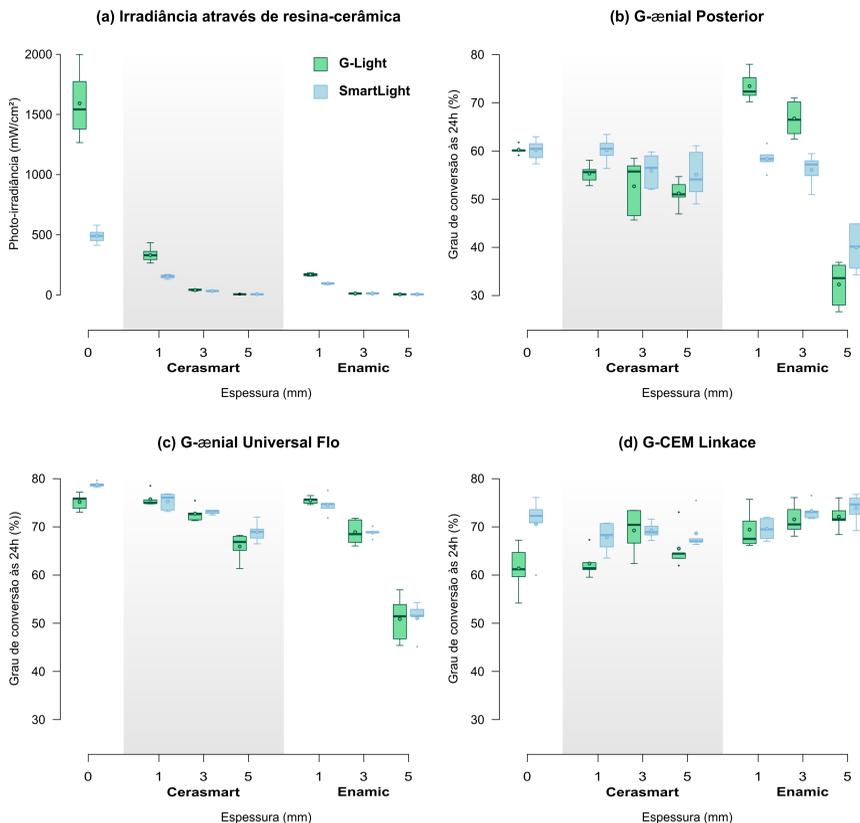
## Resultados

### Irradiância de luz

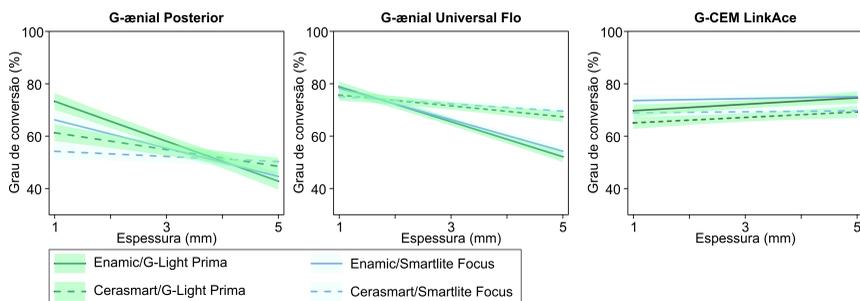
As mensurações de irradiância de luz estão representadas na Figura 2a. Sem a interposição de nenhuma fatia de material resina-cerâmica, a irradiância de luz obtida com G-Light Prima ( $1592 \pm 234 \text{ mW/cm}^2$ ) foi significativamente maior ( $p < 0,0001$ ) em comparação à SmartLite Focus ( $493 \pm 49 \text{ mW/cm}^2$ ). A irradiância detectada diminuiu significativamente com o aumento da espessura de material resina-cerâmica ( $p < 0,0001$ ) para ambos fotopolimerizadores. Quando CER (Cerasmart, GC) foi interposto, o uso de G-Light Prima resultou em irradiância significativamente maior através das espessuras de 1 e 3 mm em comparação à SmartLite Focus, mas esta diferença não foi observada na espessura de 5 mm ( $p = 0,967$ ). Para ENA (Enamic, Vita Zahnfabrik), uma diferença significativa entre os dois fotopolimerizadores foi encontrada apenas para a espessura de 1 mm. Independente do fotopolimerizador, a irradiância transmitida através de CER foi significativamente maior do que ENA, exceto para a espessura de 5 mm ( $p = 0,366$ ).

### Grau de conversão

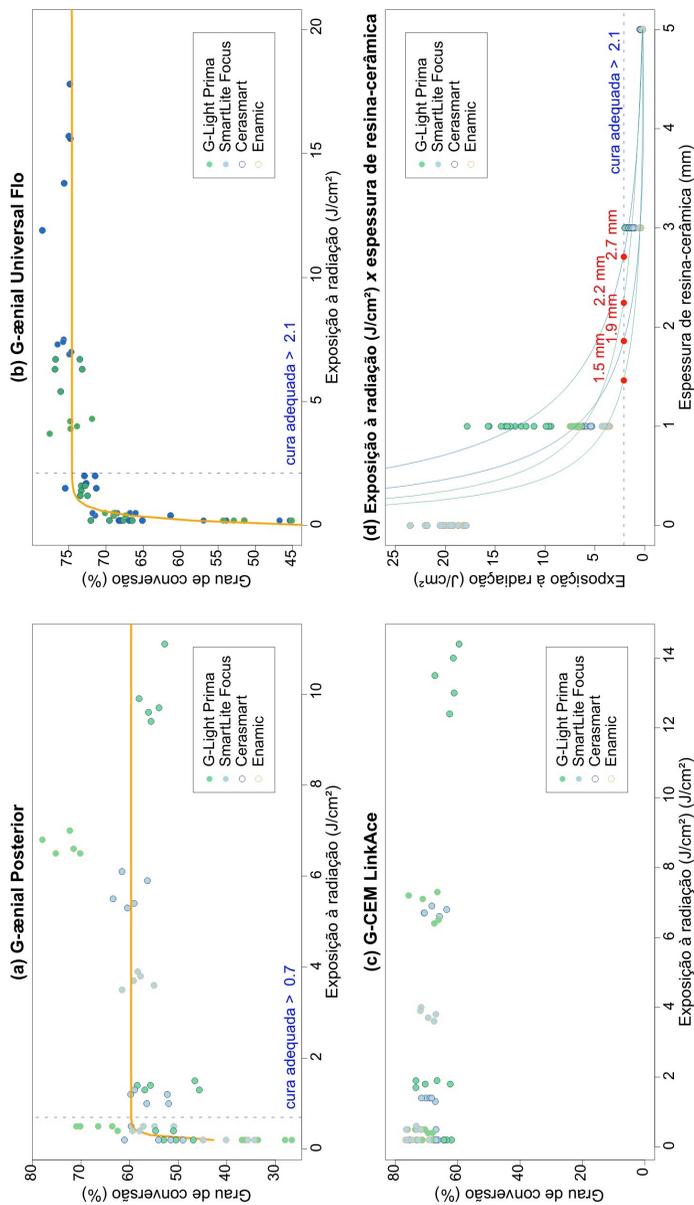
Os dados de grau de conversão mensurados para cada agente cimentante após 24 h estão graficamente representados pelas Figuras 2b, c, d. O modelo linear de efeitos mistos mostrou uma influência significativa do fotopolimerizador no grau de conversão ( $p < 0,0001$ ) da resina composta micro-híbrida (G-aenial Posterior, GC), enquanto isso não foi observado para os demais agentes cimentantes ( $p = 0,43$  e  $p = 0,62$  para G-CEM LinkAce e G-aenial Universal Flo, respectivamente). A espessura ( $p < 0,0001$  para ambos G-aenial Posterior e G-aenial Universal Flo;  $p = 0,04$  para G-CEM LinkAce) e o tipo de material resina-cerâmica ( $p < 0,0001$  para ambos G-CEM LinkAce e G-aenial Universal Flo;  $p = 0,017$  para G-aenial Posterior) influenciaram de forma significativa o grau de conversão de todos os agentes cimentantes (Fig. 3). Com o intuito de estimar a exposição radiante mínima e a respectiva espessura máxima de material CAD/CAM resina-cerâmica que possibilitem uma cura adequada, o grau de conversão foi plotado graficamente em função da exposição radiante (Fig. 4 a, b, c). Uma curva exponencial de acordo com a fórmula  $y \sim a * [1 - u * \exp(-b * x)]$ , foi adaptada aos pontos gráficos correspondentes aos dados para cada agente cimentante, respectivamente. Em seguida, a exposição radiante foi plotada em função da espessura de resina-cerâmica para cada combinação de agente cimentante/fotopolimerizador (Fig. 4 d).



**Figura 2 (a):** Gráficos da irradiância de luz dos fotopolimerizadores sem e com a interposição das fatias de materiais resina-cerâmica. **(b, c, d):** Gráficos representando o grau de conversão (%) após 24 h para cada agente cimentante.



**Figura 3:** Modelos lineares que ilustram o efeito dos fotopolimerizadores, espessuras e tipo do material resina-cerâmica.



**Figura 4 (a, b, c):** Grau de conversão após 24 h em função da exposição à radiação transmitida para (a) G-aenial Posterior, (b) G-aenial Universal Flo e (c) G-CEM LinkAce. Observe que para o cimento dual G-CEM LinkAce, nenhuma curva pode ser adaptada aos pontos gráficos. **(d):** Exposição à radiação estimada em função do tipo de material resina-cerâmica, espessura e fotopolimerizador. Foram estimadas espessuras máximas que permitem adequada cura de agentes cimentantes exclusivamente fotoativáveis para combinações de ambos materiais resina-cerâmica com os dois fotopolimerizadores testados.

## Discussão

O fotopolimerizador, a espessura e o tipo do bloco resina-cerâmica demonstraram um efeito significativo na irradiância de luz transmitida aos espécimes; então, a primeira hipótese nula teve que ser rejeitada. ENA causou atenuação de luz significativamente maior que CER, o que confirma os achados de Stawarczyk *et al*<sup>15</sup>. A composição e a microestrutura de cada material resina-cerâmica deve influenciar sua translucidez, devido as diferenças nos índices de refração de luz entre as partículas de carga e a matriz polimérica<sup>16</sup>. Nanopartículas com dimensões menores que o comprimento de onda visível (390 – 750 nm) são incapazes de espalhar ou absorver luz visível<sup>17</sup>. CER contém nanopartículas com dimensões de 20 e 300 nm<sup>12</sup>, que estão muito abaixo do comprimento de luz azul emitido pelos fotopolimerizadores utilizados neste estudo, e ambos apresentam um pico próximo de 460 nm<sup>18,19</sup>. ENA por outro lado, é menos translúcido pois possui alta concentração de fase cerâmica (Quadro 1) na forma de rede densa e com inclusões de óxidos<sup>13</sup>. Como esperado, houve maior atenuação de luz dos dois materiais CAD/CAM com o aumento das espessuras e o comprimento do percurso da luz. Com relação aos espécimes fotoativados através de fatias de 5 mm de material, não foi observado efeito significativo nem para o tipo de fotopolimerizador assim como para o tipo de material resina-cerâmica; entretanto, os valores de irradiância de luz detectados para todos os espécimes foram muito baixos e próximos do limite de detecção do espectrofotômetro.

O grau de conversão de todos os agentes cimentantes foi significativamente afetado pelo fotopolimerizador, pela espessura e tipo de material resina-cerâmica; portanto, a segunda hipótese nula foi rejeitada. Apesar da diferença significativa entre os fotopolimerizadores na irradiância de luz, nenhum efeito pode ser encontrado no grau de conversão da resina fluida (G-aenial Universal Flo, GC) e do cimento resinoso dual (G-CEM LinkAce, GC). Entretanto para a resina composta micro-híbrida (G-aenial Posterior, GC), a utilização do fotopolimerizador de alta emitância de radiação (G-Light Prima, GC) resultou em um grau de conversão significativamente maior que o aparelho de baixa emitância de radiação (SmartLite Focus, Dentsply) quando interposto o material ENA nas espessuras de 1 e 3 mm. Previamente, foi reportado que os efeitos da viscosidade da resina nas reações de polimerização e nos protocolos de fotoativação são complexos<sup>20</sup>. Seria interessante investigar até que ponto um protocolo estendido de fotoativação poderia compensar o baixo grau de conversão resultante do uso do aparelho de baixa emitância de radiação;

entretanto, este não foi objetivo deste estudo, onde um tempo de cura de 40 seg foi padronizado.

O grau de conversão de ambos agentes cimentantes exclusivamente fotoativáveis diminuiu significativamente com o aumento da espessura, o que está de acordo com achados prévios<sup>21-23</sup>; conforme a luz atravessa o material restaurador, essa é progressivamente atenuada e o grau de conversão reduz consequentemente<sup>9</sup>. Para o cimento dual G-CEM LinkAce, o grau de conversão foi significativamente maior com o aumento da espessura; porém, a diferença absoluta foi muito pequena e mal obteve significância ( $p=0,04$ ). Estes achados indicam que o grau de conversão dos agentes cimentantes exclusivamente fotoativáveis pode ser prejudicado quando a atenuação de luz excede um certo limiar, enquanto os cimentos duais não devem ser afetados. Dependendo das propriedades do material, a qualidade da luz que atinge a camada de agente cimentante sobreposta pode ser alterada<sup>9,20</sup>. Independentemente das diferenças em translucidez, distintas propriedades ópticas podem ter causado as diferenças significativas no grau de conversão encontradas nesse estudo quando a cura foi feita através de CER ou ENA. O efeito foi diferente dependendo do agente cimentante (Fig. 3); isso pode ser explicado pelas distintas composições com relação à concentração e espectro de absorção dos fotoiniciadores.

Quando o grau de conversão foi plotado graficamente em função da exposição à radiação, a adaptação de uma curva foi possível apenas para as resinas G-ænial Posterior (Fig. 4a) e G-ænial Universal Flo (Fig. 4b), enquanto nenhuma relação exponencial foi detectada para o cimento G-CEM LinkAce (Fig. 4c). O ponto em que a curva atingiu um platô foi considerado como o nível de estabilização do grau de conversão (Fig. 4d); isso foi à  $0,7 \text{ J/cm}^2$  e  $2,1 \text{ J/cm}^2$  para G-ænial Posterior e G-ænial Universal Flo, respectivamente. Entretanto, devido à variação dos dados de G-ænial Posterior (Fig. 4a), alguns espécimes não estariam suficientemente curados com uma exposição à radiação próxima ao ponto de corte de  $0,7 \text{ J/cm}^2$ . Por esta razão,  $2,1 \text{ J/cm}^2$  foi considerado como o ponto de corte comum para ambos resinas, para simplificar as indicações e porque os mesmos apresentaram grau de conversão satisfatório acima deste nível. Quando a exposição à radiação foi plotada em função da espessura de resina-cerâmica, foi estimado que os níveis de exposição correspondem às espessuras de 2,7 e 2,2 mm de CER ou 1,9 e 1,5 mm de ENA quando curados com G-Light Prima e SmartLite Focus, respectivamente (Figura 4d). Conforme reportado por Archegas *et al.* (2012), o grau de conversão de cimentos resinosos é afetado pela opacidade dos materiais restauradores.<sup>25</sup> As cores dos blocos CAD/CAM selecionados para esse estudo foram as mais saturadas disponíveis (Cerasmart A3-LT e Enamic 3M2-T), afim de

investigar a situação mais desafiadora para a passagem de luz através dos materiais resina-cerâmica; então juntamente com o exposto acima, os valores estimados podem ser considerados seguros e é possível que uma cura adequada possa ser obtida até mesmo através de maiores espessuras.

O monitoramento das mudanças no grau de conversão durante a polimerização contribui para a caracterização e o entendimento da cinética de polimerização. Tem sido demonstrado que a maioria da conversão polimérica pós-polimerização acontece nos primeiros minutos ou horas após a ativação, com um subsequente aumento lento até um máximo de 24 h<sup>26</sup>. Neste estudo, todos os agentes cimentantes mostraram um aumento significativo no grau de conversão considerando o intervalo de tempo de até 24 h, independente do grau de conversão inicial ( $p < 0,0001$ ). Entretanto, deve ser ressaltado que os distintos protocolos de fotoativação podem levar à diferentes estruturas de rede de polímeros, mesmo que o grau de conversão das ligações duplas de carbono seja o mesmo<sup>27</sup>.

Recentemente, existe uma tendência crescente no uso clínico de resinas fotoativáveis na cimentação adesiva<sup>28,29</sup>. Sua cura controlável permite um tempo conveniente para melhor posicionamento da restauração indireta e remoção de excessos de agente cimentante, especialmente em margens subgingivais<sup>30</sup>. Além disso, os compósitos restauradores são mecanicamente mais resistentes que os cimentos resinosos, sendo menos susceptíveis ao desgaste, especialmente em áreas de grande concentração de estresse oclusal<sup>31</sup>. Por isso, orientações referentes à espessura da restauração e protocolos de cura associados são necessários para assegurar um excelente resultado. Com o intuito de simular clinicamente as condições de uma cimentação adesiva, em que o cimento não é exposto ao ar (exceto nas margens), este estudo foi desenhado de forma a prevenir a inibição da polimerização pelo oxigênio<sup>32</sup>, cobrindo o agente cimentante com uma lamínula de vidro. Além disso, a espessura dos agentes cimentantes foi padronizada por meio da colocação de lamínulas de vidro de 100  $\mu\text{m}$  como espaçadores (Fig. 1), o que corrobora com a variação da adaptação marginal de coroas cerâmicas reportada por uma recente avaliação sistemática, em que 95% dos valores mensurados são menores ou iguais à 120  $\mu\text{m}$ <sup>33</sup>. A espectroscopia de infravermelho com transformada de Fourier<sup>34-36</sup> e a de micro-Raman<sup>37-39</sup> são as duas técnicas mais comumente utilizadas para mensurar diretamente o grau de conversão de compósitos. Neste estudo, optou-se pela espectroscopia micro-Raman pois o método permite a aquisição do espectro através de uma lamínula de vidro. Ainda, entre os tempos de mensuração, os espécimes podem ser rapidamente transferidos para um ambiente com temperatura controlada à 37°C, o que é importante

pois já foi demonstrado que a temperatura pode influenciar consideravelmente o grau de conversão de compósitos<sup>40</sup>.

Uma limitação desse estudo é o limite mínimo de detecção do espectrofotômetro, pois os valores próximos a esse são menos confiáveis. As espessuras máximas estimadas neste estudo são baseadas em aproximações estatísticas, então uma certa margem de erro não pode ser excluída. Em futuras investigações, sugere-se a mensuração do grau de conversão através da faixa de espessuras entre 1,5 e 2,7 mm e sua correlação com a irradiância mensurada por um espectrofotômetro mais sensível, e assim estimar com ainda mais precisão as espessuras máximas para cura adequada de agentes cimentantes.

## **Conclusões**

Estima-se que agentes cimentantes exclusivamente fotoativáveis podem ser adequadamente curados sob espessuras que variam de 1,5 à 2,7 mm, dependendo do tipo de material CAD/CAM resina-cerâmica e do fotopolimerizador; entretanto, um cimento resinoso dual é necessário para maiores espessuras. O uso de fotopolimerizador de alta emitância de radiação apresenta apenas efeitos limitados na espessura máxima de material resina-cerâmica que permita uma cura adequada.

## **Agradecimentos**

Esta pesquisa foi suportada parcialmente pela Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior – CAPES – Programa Doutorado Sanduíche no Exterior – Processo n<sup>o</sup>. BEX 13930/13-3. Os autores agradecem às empresas GC, Vita Zahnfabrik e Ivoclar Vivadent pela doação dos materiais utilizados.

## **Referências**

- 1 Piwowarczyk A, Lauer H. Mechanical properties of luting cements after water storage. *Oper Dent* 2003;28:535–42.
- 2 Gu X, Kern M. Marginal discrepancies and leakage of all-ceramic crowns: influence of luting agents and aging conditions. *Int J Prosthodont* 2003;16:109–16.
- 3 Meng X, Yoshida K, Atsuta M. Influence of ceramic thickness on mechanical properties and polymer structure of dual-cured resin luting agents. *Dent Mater* 2008;24:594–9.

- 4 Calheiros FC, Kawano Y, Stansbury JW, Braga RR. Influence of radiant exposure on contraction stress, degree of conversion and mechanical properties of resin composites. *Dent Mater* 2006;22:799–803.
- 5 Souza DDE, Braga RR, Cesar PF, Lopes GC. Correlation between clinical performance and degree of conversion of resin cements: a literature review. *J Appl Oral Sci* 2015;23:358–68.
- 6 Almeida JR, Schmitt GU, Kaizer MR, Boscato N, Moraes RR. Resin-based luting agents and color stability of bonded ceramic veneers. *J Prosthet Dent* 2015;114:272–7.
- 7 Piwowarczyk A, Bender R, Ottl P, Lauer H-C. Long-term bond between dual-polymerizing cementing agents and human hard dental tissue. *Dent Mater* 2007;23:211–7.
- 8 Ilie N, Simon A. Effect of curing mode on the micro-mechanical properties of dual-cured self-adhesive resin cements. *Clin Oral Investig* 2012;16:505–12.
- 9 Musanje L, Darvell BW. Curing-light attenuation in filled-resin restorative materials. *Dent Mater* 2006;22:804–17.
- 10 Ilie N, Hickel R. Correlation between ceramics translucency and polymerization efficiency through ceramics. *Dent Mater* 2008;24:908–14.
- 11 Awada A, Nathanson D. Mechanical properties of resin-ceramic CAD/CAM restorative materials. *J Prosthet Dent* 2015 [Epub ahead of print].
- 12 Lauvahutanon S, Takahashi H, Shiozawa M, Iwasaki N, Asakawa Y, Oki M, et al. Mechanical properties of composite resin blocks for CAD/CAM. *Dent Mater J* 2014;33:705–10.
- 13 Della Bona A, Corazza PH, Zhang Y. Characterization of a polymer-infiltrated ceramic-network material. *Dent Mater* 2014;30:564–9.
- 14 Coldea A, Swain M V, Thiel N. Mechanical properties of polymer-infiltrated-ceramic-network materials. *Dent Mater* 2013;29:419–26
- 15 Stawarczyk B, Liebermann A, Eichberger M, Gu J, Cam CAD. Evaluation of mechanical and optical behavior of current esthetic dental restorative CAD / CAM composites. *J Mech Behav Biomed Mater* 2015;55:1–11.
- 16 Shortall AC, Palin WM, Burtscher P. Refractive index mismatch and monomer reactivity influence composite curing depth. *J Dent Res* 2008;87:84–8.
- 17 Kim J, Moon H, Lim B, Lee Y, Rhee S, Yang H. The Effect of Nanofiller on the Opacity of Experimental Composites. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater* 2006;80:332–8.
- 18 Kameyama A, Hatayma H, Kato J, Haruyama A, Teraoka H, Takase Y, et al. Spectral Characteristics of Light-curing Units and Dental Adhesives. *J Photopolym Sci Technol* 2011;24:411–6.
- 19 De Oliveira DCRS, Rocha MG, Gatti A, Correr AB, Ferracane JL, Sinhoret MAC. Effect of different photoinitiators and reducing agents on cure efficiency and

color stability of resin-based composites using different LED wavelengths. *J Dent* 2015 [Epub ahead of print].

20 Hadis M, Leprince JG, Shortall a C, Devaux J, Leloup G, Palin WM. High irradiance curing and anomalies of exposure reciprocity law in resin-based materials. *J Dent* 2011;39:549–57.

21 Jung H, Friedl K-H, Hiller K-A, Furch H, Bernhart S, Schmalz G. Polymerization efficiency of different photocuring units through ceramic discs. *Oper Dent* 2006;31:68–77.

22 Kilinc E, Antonson S a, Hardigan PC, Kesercioglu A. The effect of ceramic restoration shade and thickness on the polymerization of light- and dual-cure resin cements. *Oper Dent* 2011;36:661–9.

23 Pazin MC, Moraes RR, Gonçalves LS, Borges G a., Sinhoreti M a. C, Correr-Sobrinho L. Effects of ceramic thickness and curing unit on light transmission through leucite-reinforced material and polymerization of dual-cured luting agent. *J Oral Sci* 2008;50:131–6.

24 Pick B, Gonzaga CC, Junior WS, Kawano Y, Braga RR, Cardoso PEC. Influence of Curing Light Attenuation Caused by Aesthetic Indirect Restorative Materials on Resin Cement Polymerization. *Eur J Dent* 2010;4:314–23.

25 Archegas LRP, de Menezes Caldas DB, Rached RN, Soares P, Souza EM. Effect of ceramic veneer opacity and exposure time on the polymerization efficiency of resin composite. *Oper Dent* 2012;37(2):38–42.

26 Pilo R, Cardash H. Post-irradiation polymerization of different anterior and posterior visible light-activated resin composites. *Dent Mater* 1992;8:299–304.

27 Asmussen E, Peutzfeldt A. Influence of Pulse-Delay Curing on Softening of Polymer Structures. *J Dent Res* 2001;80:1570–3.

28 Schulte AG, Vöckler A, Reinhardt R. Longevity of ceramic inlays and onlays luted with a solely light-curing composite resin. *J Dent* 2005;33:433–42.

29 Barabanti N, Preti A, Vano M, Derchi G, Mangani F, Cerutti A. Indirect composite restorations luted with two different procedures: A ten years follow up clinical trial. *J Clin Exp Dent* 2015;7:e54–9.

30 D’Arcangelo C, De Angelis F, Vadini M, D’Amario M. Clinical evaluation on porcelain laminate veneers bonded with light-cured composite: results up to 7 years. *Clin Oral Investig* 2012;16:1071–9.

31 D’Arcangelo C, Zarow M, De Angelis F, Vadini M, Paolantonio M, Giannoni M, et al. Five-year retrospective clinical study of indirect composite restorations luted with a light-cured composite in posterior teeth. *Clin Oral Investig* 2014;18:615–24.

32 Gauthier MA, Stangel I, Ellis TH, Zhu XX. Oxygen Inhibition in Dental Resins. *J Dent Res* 2005;84:725–9.

- 33 Contrepois M, Soenen A, Bartala M, Laviolle O. Marginal adaptation of ceramic crowns: a systematic review. *J Prosthet Dent* 2013;110:447–54.e10.
- 34 Passos SP, Kimpara ET, Bottino M a, Santos GC, Rizkalla AS. Effect of ceramic shade on the degree of conversion of a dual-cure resin cement analyzed by FTIR. *Dent Mater* 2013;29:317–23.
- 35 Runnacles P, Correr GM, Filho FB, Castiglia C. Degree of Conversion of a Resin Cement Light-Cured Through Ceramic Veneers of Different Thicknesses and Types. *Braz Dent J* 2014;25:38–42.
- 36 Souza EJ, Borges BCD, Oliveira DCRS, Brandt WC, Hirata R, Silva EJNL, et al. Influence of the curing mode on the degree of conversion of a dual-cured self-adhesive resin luting cement beneath ceramic. *Acta Odontol Scand* 2013;71:444–8.
- 37 Lohbauer U, Pelka M, Belli R, Schmitt J, Mocker E, Jandt KD, et al. Degree of conversion of luting resins around ceramic inlays in natural deep cavities: a micro-Raman spectroscopy analysis. *Oper Dent* 2010;35:579–86.
- 38 Acquaviva PA, Cerutti F, Adami G, Gagliani M, Ferrari M, et al. Degree of conversion of three composite materials employed in the adhesive cementation of indirect restorations: a micro-Raman analysis. *J Dent* 2009;37:610–5.
- 39 Pianelli C, Devaux J, Bebelman S, Leloup G. The micro-Raman spectroscopy, a useful tool to determine the degree of conversion of light-activated composite resins. *J Biomed Mater Res* 1999;48:675–81.
- 40 Oliveira M, Cesar PF, Giannini M, Rueggeberg F a, Rodrigues J, Arrais C a. Effect of temperature on the degree of conversion and working time of dual-cured resin cements exposed to different curing conditions. *Oper Dent* 2012;37:370–9.

#### 4 CONCLUSÕES GERAIS

A longevidade clínica de um tratamento restaurador indireto está fortemente relacionada à qualidade da cimentação adesiva, que reforça o complexo dente-restauração. Para isso, o tratamento de superfície do material restaurador e a cura adequada do agente cimentante são aspectos relevantes. Com relação aos blocos para CAD/CAM do tipo resina-cerâmica testados, podemos concluir que:

- O tratamento prévio das superfícies com ácido hidrofluorídrico 5% por 60 seg ou o jateamento com partículas de  $Al_2O_3$  27  $\mu m$  durante 20 seg, ambos seguidos de silanização por 60 seg, permite obter elevada resistência de união adesiva ao cimento resinoso. Estes tratamentos de superfície são necessários para manutenção da adesão após 6 meses.

- É possível utilizar agentes cimentantes com cura exclusiva por fotoativação (resina fluida e resina micro-híbrida) para cimentar restaurações confeccionadas com materiais CAD/CAM resina-cerâmica. As espessuras máximas estimadas para obtenção de cura adequada do agente cimentante variam de 1,5 à 2,7 mm, dependendo do tipo de material e da irradiância do fotopolimerizador.



# Anexo

## Artigos em inglês

### Micro-tensile Bond Strength of Composite Cement to Novel CAD/CAM Resin-Ceramic Materials as a Function of Surface Treatment and Aging

Diogo Pedrollo Lise<sup>1,2</sup>, Annelies Van Ende<sup>1</sup>, Jan De Munck<sup>1</sup>, Luiz Clovis Cardoso Vieira<sup>2</sup>, Luiz Narciso Baratieri<sup>2</sup>, Bart Van Meerbeek<sup>1</sup>.

<sup>1</sup> BIOMAT, Department of Oral Health Sciences, KU Leuven & Dentistry, UZ Leuven, Leuven, Belgium.

<sup>2</sup> Department of Restorative Dentistry, Federal University of Santa Catarina, Florianópolis, Santa Catarina, Brazil.

#### Abstract

**Objectives:** To evaluate the effect of different surface treatments on the bond strength to resin-ceramic CAD/CAM blocks after six months.

**Materials and Methods:** Two types of resin-ceramic CAD/CAM blocks (Cerasmart, GC; Enamic, Vita Zahnfabrik) were cut in slabs of 4-mm thickness, divided into six groups and subjected to the following surface treatments: Group 1: No treatment; Group 2: Sandblasting (SB); Group 3: SB + Silane; Group 4: SB + Silane; Group 5: 5% Hydrofluoric acid (HF) etching + Silane; Group 6: 37% Phosphoric acid (H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>) etching + Silane. Sections of the same group were luted together (n=3 sandwich specimens/group) using a dual-cure self-adhesive cement for all groups, except for Group 4 that were luted using a flowable light-curing composite. After three weeks of storage in 0.5% chloramine at 37°C, the sandwich specimens were sectioned in rectangular micro-specimens and trimmed to an hourglass shape. Part of the specimens was subjected to a micro-tensile bond strength ( $\mu$ TBS) test and the other half was tested after 6 months of storage. Data were statistically analyzed with a linear mixed effects model for the factors *surface treatment*, *material type* and *storage period*, together with their first-degree interactions (p=0.05).

**Results:** The lowest bond strengths were obtained in the absence of any surface treatment (Group 1), while the highest bond strengths were obtained when the surface was roughened by either SB or HF etching, this in combination with chemical adhesion through silanization. Loss in bond

strength was observed after six months when either surface roughening or silanization, or both, were omitted.

**Conclusions:** Both resin-ceramic CAD/CAM blocks appeared equally bonding-receptive regardless of the surface treatment. Creating a microretentive surface by either SB or HF etching, followed by chemical adhesion using a silane coupling agent is mandatory to maintain the bond strength after six months.

**Key words:** bond strength; micro-tensile; ceramic; luting; CAD/CAM

## Introduction

Chairside restorations have become increasingly popular in the latest decade thanks to recent improvements in CAD/CAM technology, which increased its ease-of-use and cost-effectiveness. Recently, new types of blocks containing both a polymeric and ceramic phase have been developed and these hybrid materials can be categorized as *resin-ceramic*. Cerasmart (GC, Tokyo, Japan) is consisted of evenly dispersed ceramic nanoparticles (71 vol.%)<sup>1</sup> in a polymeric matrix, providing a high flexural strength<sup>2</sup> and modulus of resilience<sup>3</sup>. Enamic (Vita Zahnfabrik, Bad Säckingen, Germany) presents three-dimensionally interconnected pre-sintered ceramic network of 86 vol.% that is infiltrated with a monomer mixture, thus intertwined networks of polymers and ceramics are created<sup>4-6</sup>. The polymeric network is thought to render the material material less brittle than classic ceramics, as inferred from its higher Weibull modulus<sup>7,8</sup>.

To be clinically successful, adequate adhesion of the restoration is very important. It has been shown that surface treatment prior to cementation can enhance the bond strength to indirect restorations<sup>9-11</sup>. Micromechanical retention can be provided through sandblasting or acid etching, while a silane coupling agent provides chemical bonding<sup>11</sup>. Different strategies are preferred depending on the material's characteristics<sup>12</sup>.

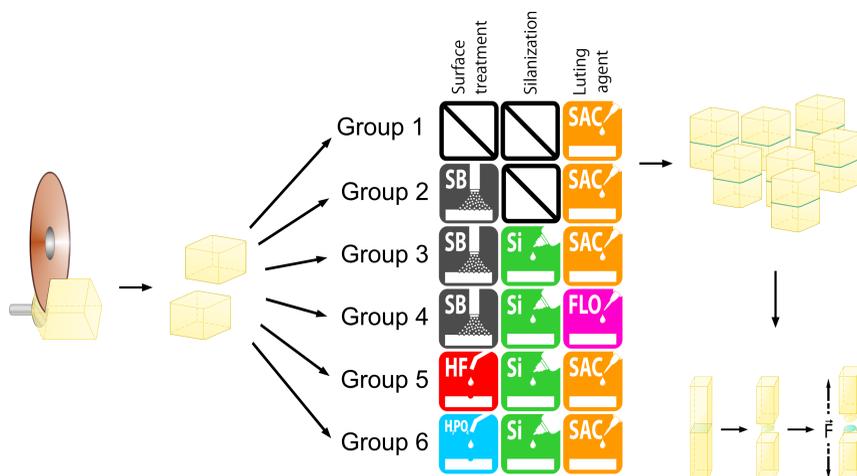
However, information about bonding protocols to new resin-ceramic materials is scarce<sup>13-15</sup>. In a previous study, it has been suggested that bonding strategies were material-dependent<sup>14</sup>. Therefore, the objective of this study was to evaluate the effect of different surface treatments on the bond strength of a self-adhesive composite cement to new resin-ceramic CAD/CAM blocks. The null-hypotheses were that (1) material type, (2) surface treatment and (3) storage time do not have an influence on the micro-tensile bond strength ( $\mu$ TBS) to resin-ceramic CAD/CAM blocks.

## Materials and Methods

The procedure is schematically illustrated in Fig. 1 and all materials that have been used are listed in Table 1. Two types of resin-ceramic CAD/CAM blocks (Cerasmart, GC; Enamic, Vita Zahnfabrik) of 12x14x18mm were sectioned using a diamond blade in slabs of 4-mm thickness and wet polished with 600-grit silicon carbide paper for 30 sec. Thirty-six slabs of each resin-ceramic material were selected and ultrasonically cleaned for 5 min in distilled water to remove surface contaminants. For each resin-ceramic, the specimens were randomly divided into six groups of six 4-mm slabs in accordance with the surface treatment:

Group 1	No surface treatment (NT).
Group 2	Sandblasting (SB): the surface was sandblasted with 27- $\mu\text{m}$ aluminum oxide ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) particles perpendicular to the surface from a distance of 10 mm during 20 sec with a pressure of 0.28 MPa. Remaining particles were removed using a gentle air-blow for 5 sec.
Group 3	Sandblasting + Silane (SB/Si): the surface was sandblasted following the same protocol as in Group 2, and then a thin layer of a silane coupling agent (Ceramic Primer II, GC) was applied using a disposable micro-tip applicator. After 60 sec, the surface was dried with an air syringe.
Group 4	Sandblasting + Silane (SB/Si/FLO): the surface treatment and silanization followed the same protocols as Group 3, however a flowable composite resin was used on further luting procedure.
Group 5	HF+ silane (HF/Si): the surface was etched with 5% hydrofluoric acid (HF; IPS Ceramic Etching Gel 5%, Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein) for 60 sec, and thoroughly rinsed by water spray for 60 sec. Then, the surface was cleaned ultrasonically in distilled water for 5 min and air-dried for 20 sec. Silane was applied following the same protocol as in Group 3.
Group 6	$\text{H}_3\text{PO}_4$ etching + silane ( $\text{H}_3\text{PO}_4/\text{Si}$ ): surface etching with 37% phosphoric acid (Total Etch, Ivoclar Vivadent) for 60 sec, followed by water rinsing for 60 sec and air-drying for

20 sec. Silane was applied following the same protocol as in Group 3.



**Figure 1.** Scheme explaining the study set. Standardized 4-mm slabs were cut from two types of CAD/CAM resin-ceramic blocks and filled according to the respective experimental conditions, resulting in 2 (material) x 6 (surface treatment and silanization) groups. Micro-specimens were prepared and stressed until failure after three weeks and six months. SB: sandblasting with 27- $\mu\text{m}$   $\text{Al}_2\text{O}_3$ ; Si: silane; HF: 5% hydrofluoric acid;  $\text{H}_3\text{PO}_4$ : 37% Phosphoric acid; SAC: self-adhesive composite cement; FLO: flowable composite.

Three pairs of 4-mm CAD/CAM slabs (12x14x4mm) from the same resin-ceramic material and that received the same surface treatment were luted together (3 sandwich specimens per group) using a self-adhesive composite cement (G-CEM LinkAce, GC), except for Group 4 (SB/Si/FLO) that the pairs were luted with a flowable light-curing composite (G-aenial Universal Flo, GC). The cementation was performed under a constant weight of 1 kg during 10 min. The excess of the luting agent was removed with a microbrush and the cementation line was covered with a glycerin gel (Liquid Strip, Ivoclar Vivadent) in order to prevent the formation of an oxygen-inhibited layer. After the initial 5 min, the sandwich specimens were light-cured from each side for 40 sec using a LED light-curing unit (Prima Light, GC) with an output of  $\pm 1600 \text{ mW/cm}^2$ . Specimens were stored in 0.5% chloramine solution for three weeks at 37°C. Next, each

sandwich specimen was sectioned perpendicularly to the luting interface using an automated water-cooled diamond saw (Accutom-50, Struers, Ballerup, Denmark) to obtain up to six micro-specimens (1.7x1.7x8mm). Each micro-specimen was trimmed to a cylindrical hourglass shape (1.1±0.1 mm diameter) with a computer-controlled, custom-adapted automatic device (MicroSpecimen Former, University of Iowa, Iowa City, IA, USA), equipped with a cylindrical medium-grit diamond bur (837, Komet, Lemgo, Germany) mounted in a high-speed air turbine (650, KaVo, Biberach, Germany). Next, the cross-sectional diameters of the hourglass specimens were measured with an X-Y multi-purpose modular measuring microscope equipped with a digital readout (Leitz VRZ-U, Wetzlar, Germany) to an accuracy of 0.001 mm. One half of the micro-specimens were stored for three weeks and the other half was stored during six months before testing. Upon testing, they were attached to a notched BIOMAT-jig [16] with cyanoacrylate glue (Model Repair II Blue, Sankin Kogyo, Tochigi, Japan) and stressed until failure in a universal testing device (Instron 5848 Micro Tester, High Wycombe, Bucks, UK) at a crosshead speed of 1 mm/min, using a load cell of 500 N. When a specimen broke during the trimming procedure, it was recorded as a pre-testing failure (ptf).

**Table 1:** Materials used in this study.

Materiais		Composição	Lote
Resin-ceramic CAD/CAM blocks	Cerasmart, GC, Tokyo, Japan	- Silica (20 nm) and barium glass (300 nm) nanoparticles (71 wt.%) - Polymers (29%) of Bis-MEPP, UDMA and DMA	1403101
	Enamic, Vita Zahnfabrik, Bad Säckingen, Germany	- Feldspar ceramic reinforced by oxides (86 wt.%) - Polymers (14%) of UDMA and TEGDMA	53570
Luting agents	G-CEM LinkAce, GC	- Paste A: UDMA 10-20%, Y-methacryloxypropyltrimethoxysilane >2.5% - Paste B: UDMA 25-50%, methacryloxypropyltrimethoxysilane >2.5-10%, A, $\alpha$ -dimethylbenzylhydroperoxide	1401151
	G-aenial Universal Flo, GC	- Matrix: UDMA, Bis-MEPP, TEGDMA - Fillers (69 wt.%): silicon dioxide (16 nm) and strontium glass (200 nm) - Others: pigments, photoinitiator	1312072
Silane	Ceramic Primer II, GC	90-100% ethanol, 1-5% 2,2'-ethylene dioxydiethyl dimethacrylate, 1-5% methacryloyloxydecyl dihydrogen phosphate, <1% (1-methylethylidene) bis[4,1-phenyleneoxy(2-hydroxy-3,1-propanediyl)] bismethacrylate	14011222
Hydrofluoric acid (HF)	IPS Ceramic Etching Gel 5%, Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein	Aqueous solution of hydrofluoric acid (< 5%)	S51072
Phosphoric acid (H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub> )	Total Etch 37%, Ivoclar Vivadent	Phosphoric acid (37%), water,	S29080
Sandblasting	Aluminum oxide 27- $\mu$ m,	Aluminum oxide 27- $\mu$ m particles	28482

Micro-tensile bond strength data ( $\mu$ TBS per micro-specimen in MPa) were statistically analyzed with a linear mixed effects model for the factors *surface treatment*, *material type* and *storage period*, together with their first-degree interactions. In addition, results after six months from all groups were compared to both the results from Group 1 (NT) that was considered a negative control, and Group 3 (SB/Si) that was selected as a positive control due the considerable polymer phase of both materials. All tests were performed at a significance level of  $p=0.05$  using a software package<sup>17</sup>.

The mode of failure was assessed using scanning electron microscopy (JSM-6610LV SEM, Jeol, Tokyo, Japan) at a magnification of 70x and failures were classified as either “*interfacial*” (between the luting agent and the resin-ceramic material and/or within the luting agent) or “*mixed*” (involvement of both interfacial and resin-ceramic cohesive fracture). Additional resin-ceramic slabs were prepared following the previous surface treatment protocols (NT, SB, HF and  $H_3PO_4$ ) in order to morphologically analyze the surface topography using SEM. Specimens were mounted on aluminum stubs with adhesive carbon tape (PELCO Carbon Conductive Tape, Ted Pella Inc., Redding, CA, USA) and sputter-coated with gold-palladium by means of a sputter-coater (JFC-1300 Autofine Coater, Jeol) under a chamber pressure of 30 mA/Pa for 120 sec. Specimens were observed under SEM at an accelerating voltage of 15 kV and a working distance of 11.0 mm.

## Results

The lowest  $\mu$ TBS values were obtained in the absence of any surface treatment (Table 2). No effect was found of the *material type* ( $p=0.97$ ), while significant effects of the factors *surface treatment* ( $p<0.0001$ ) and *storage period* ( $p<0.0001$ ) were found. A highly significant interaction between *surface treatment* and *storage* ( $p<0.0001$ ) was found as well. After three weeks storage, there were no significant differences between groups. After six months, any surface treatment (Groups 2-6) resulted in significantly higher  $\mu$ TBS than the negative control (Group 1: NT), which didn't receive any treatment (Fig. 2). However, when silanization was omitted (Group 2: SB), the results were significantly lower than the positive control (Group 3: SB/Si), when both sandblasting and silanization were applied. Substituting the SB for etching with HF (Group 5: HF/Si) or

substituting the self-adhesive composite cement for a flowable composite (Group 4: SB/Si/FLO) rendered results not significantly different from the positive control (Group 3: SB/Si). In contrast, substituting the SB for etching with H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> (Group 6: H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>/Si) was not sufficient and resulted in a significant decrease in  $\mu$ TBS in comparison with the positive control (Group 3: SB/Si).

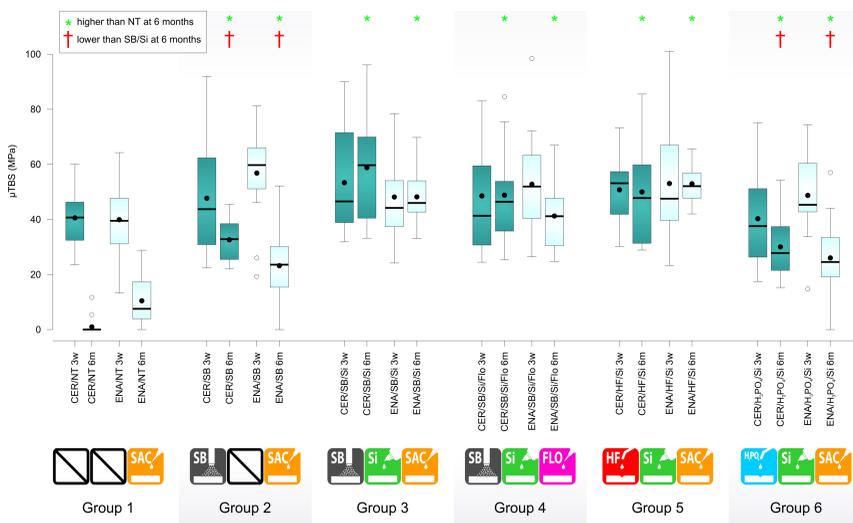
**Table 2:**  $\mu$ TBS results

Silane	Luting agent	Material	3 weeks storage			6 months storage		
			Mena (SD)	n/ptf	Mixed failure/ Interfacial failure (%)	Média (DP)	n/ptf	Mixed failure/ Interfacial failure (%)
No	CAA	Cerasmart	40.5 (11.5)	0/15	3/97	0.9 (3.0)	18/16	3/97
		Enamic	40.5 (13.7)	0/15	17/83	10.4 (9.5)	18/3	3/97
No	CAA	Cerasmart	47.7 (20.2)	0/17	12/88	32.6 (8.1)	17/0	3/97
		Enamic	56.8 (16.3)	0/16	15/85	23.3 (13.8)	18/2	22/78
Yes	CAA	Cerasmart	53.3 (18.2)	0/16	13/88	48.2 (9.6)	17/0	17/83
		Enamic	48.1 (14.9)	0/17	38/62	58.8 (19.7)	18/0	47/53
Yes	FLO	Cerasmart	48.2 (20.5)	0/18	6/94	48.4 (16.9)	17/0	17/83
		Enamic	52.8 (17.8)	0/17	22/78	41.2 (13.2)	13/0	31/69
Yes	CAA	Cerasmart	50.8 (11.3)	0/18	14/86	50.0 (18.4)	15/0	17/83
		Enamic	53.0 (21.6)	0/18	33/67	52.9 (7.1)	14/0	44/56
Yes	CAA	Cerasmart	40.2 (16.4)	0/17	9/91	30.0 (11.2)	18/0	11/89
		Enamic	48.7 (14.8)	0/16	24/76	26.0 (15.6)	14/2	22/78

NT: no treatment; SB: sandblasting with Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 27- $\mu$ m; HF: etching with 5% hydrofluoric acid; H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>: etching with 37% phosphoric acid; SAC: self-adhesive composite cement; FLO: flowable composite; SD: standard deviation; n: number of micro-specimens; ptf: pre-testing failures.

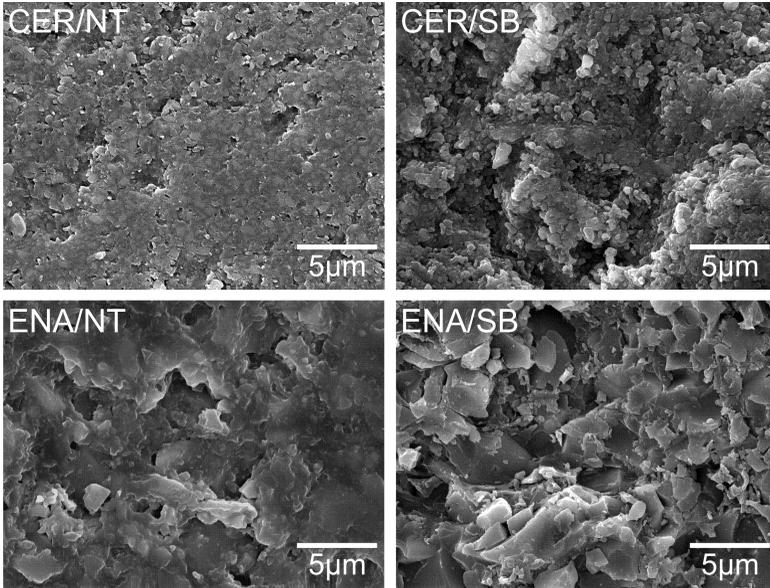
Group	Surface treatment
1	NT
2	SB
3	SB
4	SB
5	HF
6	H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub>

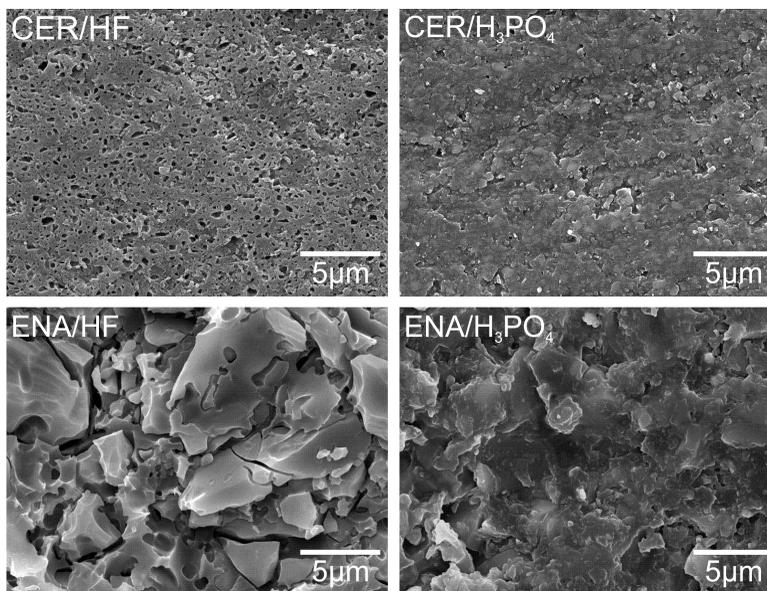
SEM analysis of surface treatments demonstrated that the untreated surface of CER (Cerasmart, GC) had a smoother appearance than ENA (Enamic, Vita Zahnfabrik). While roughening effects could be seen for both types of resin-ceramic blocks after SB and HF (Fig. 3), surface treatment with H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> did not result in a visible morphological difference. SB resulted in an irregular, rugged surface in both resin-ceramic materials, while HF created porelike holes in the surface of CER, having dissolved the silica and barium glass nanoparticles, but resulted in a more rugged appearance when dissolving the feldspathic ceramic network of ENA (Fig. 3). Failure analysis demonstrated a higher prevalence of mixed fractures with ENA than with CER (Table 2 and Fig. 4).



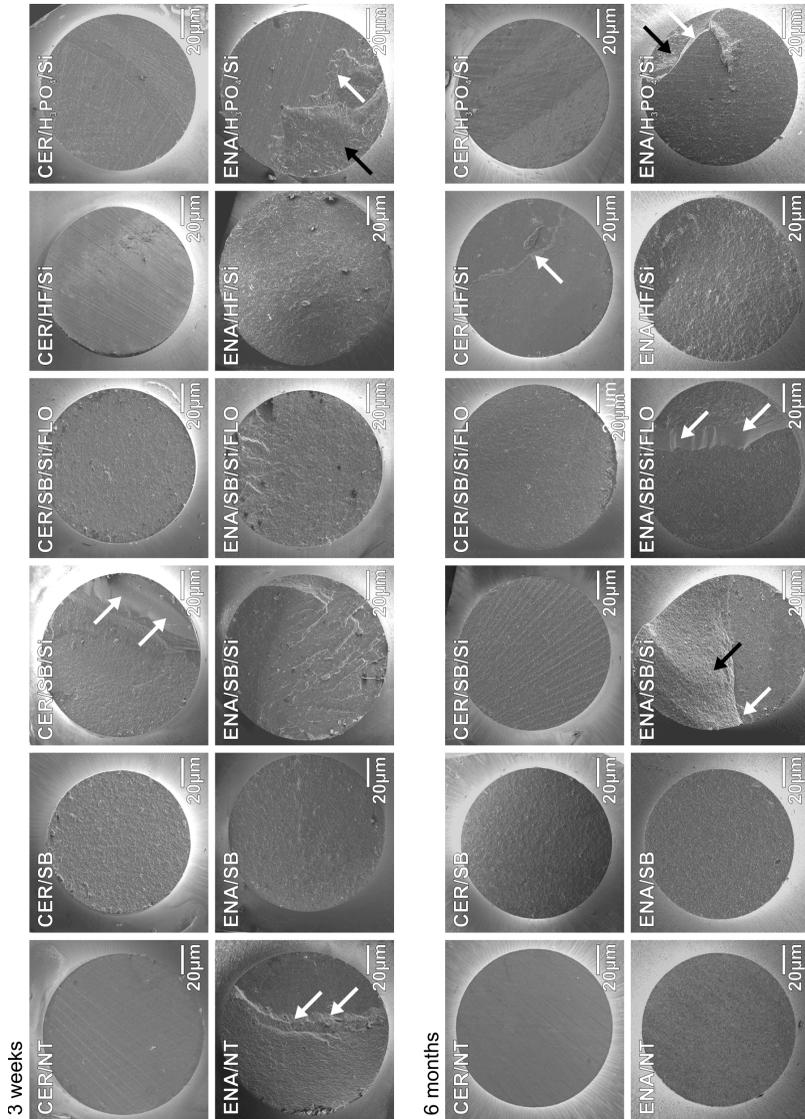
**Figure 2.** Boxplots of the  $\mu$ TBS results. The box represents the spreading of the data between the first and third quartile. The central horizontal line and the black dot represent the median and mean, respectively. The whiskers extend to the

minimum and maximum value measured, with the exception of the outliers that are represented with open dots ( $^{\circ}$ ). CER: Cerasmart; ENA: Enamic; NT: no treatment; SB: sandblasting with 27- $\mu\text{m}$   $\text{Al}_2\text{O}_3$ ; Si: silane; HF: 5% hydrofluoric acid etching;  $\text{H}_3\text{PO}_4$ : 37% phosphoric acid etching; SAC: self-adhesive composite cement; FLO: flowable composite cement. Significant differences are based on linear mixed effects models at a significance level of  $p=0.05$ .





**Figure 3.** SEM photomicrographs of pretreated surfaces. CER: Cerasmart; ENA: Enamic; NT: no treatment; SB: sandblasting with 27-µm Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>; HF: 5% hydrofluoric acid etching; H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>: 37% phosphoric acid etching. Original magnification: 5,000x.



**Figure 4.** SEM photomicrographs of  $\mu$ TBS-fractured surfaces. CER: Cerasmart; ENA: Enamic; NT: No treatment; SB: sandblasting with 27- $\mu$ m  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ; HF: 5% hydrofluoric acid etching;  $\text{H}_3\text{PO}_4$ : 37% phosphoric acid etching; Si: silane; FLO: flowable composite. White arrows: interfacial failure at the composite cement. Black arrows: mixed failure with involvement of resin-ceramic substrate. Note that more mixed failures occurred within the resin-ceramic substrate with ENA than with CER. Original magnification: 70x.

## Discussion

This *in vitro* study was designed to investigate the effect of various surface treatments on the adhesion of a dual cure, self-adhesive resin cement to two novel resin-ceramic materials after different storage times. Despite inherent differences in surfaces (Fig. 3), no differences in  $\mu$ TBS between CER and ENA were found (Table 2); thus, the first null hypothesis was accepted. Qualitative analysis using SEM showed that the untreated surface of ENA was rougher than the surface of CER (Fig. 3); this might explain why there were less pre-testing failures in ENA/NT than in CER/NT after 6 months (Table 2); however, this difference was not significantly different ( $p=0.084$ ).

It must be noted that CER used in this study contains etchable barium glass particles and has a lower hardness<sup>2</sup> as opposed to the zirconia-containing resin-ceramic material used in previous studies<sup>14,15</sup>. As a consequence, CER is more susceptible to mechanical roughening and acid-etching<sup>18</sup>. It is clear that differences within material classes must be interpreted with caution<sup>19</sup> and those findings cannot be generalized to all resin-ceramic materials.

Both *surface treatment* and *storage period* had a significant influence on the  $\mu$ TBS, with a significant interaction between both factors ( $p<0.001$ ); hence, the second and third null hypotheses were rejected. Overall, high levels of  $\mu$ TBS were found after only three weeks of water storage (Table 2). Differences between the surface treatments only manifested after a longer water storage period, which affected the  $\mu$ TBS depending on the surface treatment. Lowest bond strengths were obtained in the absence of any surface treatment (Group 1: NT), which became apparent after six months of storage. After this period of six months, any surface treatment resulted in higher bond strength in comparison with the negative control NT (Fig. 2). However, when compared to Group 3 (SB/Si), which served as a positive control, SB alone (Group 2) resulted in significantly lower  $\mu$ TBS (Fig. 2). This shows that the silanization step is crucial to maintain an optimal adhesion, which was also demonstrated for conventional ceramics<sup>20,21</sup> and indirect composites<sup>22,23</sup>. Despite the presence of polymers in both resin-ceramic materials, their inorganic content remained relatively high so that the extra coupling provided by the silane between the inorganic and polymer constituents of the luting agent enhanced the bond strength<sup>24</sup>. However, mechanical roughening is also necessary; in Group 6 ( $H_3PO_4/Si$ ),  $H_3PO_4$  was not strong enough to induce visible surface roughening and despite silanization, lower bond strengths were obtained than in the positive control Group 3 (SB/Si). Similar results

have been found for conventional ceramics<sup>11,25</sup>, composites<sup>26</sup> and polymer-infiltrated ceramics<sup>28</sup>. Surface roughness of the H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>-etched surface was similar to the untreated surface, but it is thought to have a cleaning effect<sup>18,27</sup>. H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> might be preferred over HF as a surface treatment for intraoral repair, because of the potential hazards of the latter one<sup>28</sup>; however, from these results, it can be concluded that bonding in the long term might be compromised in absence of sufficient micromechanical retention.

Fracture analysis revealed that the majority of specimens failed at the interface; which indicated that the stress was concentrated in this area during the tensile test<sup>29</sup>. More mixed failures, with large parts of cohesive fractures in the substrate were seen for ENA; this might be a result from the inherent higher brittleness of this material in comparison with the more resilient CER. Indeed, it has been shown that ENA has a lower flexural strength than CER<sup>3</sup>. Flexural strength is closely related to tensile strength and this might explain why failures propagated more often through the substrate in ENA.

A dual-cure, self-adhesive composite cement (G-CEM LinkAce, GC) was used to lute all the specimens, except for those of Group 4 (SB/Si/FLO), where a flowable light-cure composite (G-aenial Universal Flo) was used as a luting agent. Interestingly, the latter was found to be equally effective as the dual-cure cement with both resin-ceramic materials (Fig. 2). It must be kept in mind, however, that in this case the sandwich specimens were extensively light-cured from each side and that due to the flat interface of the specimens, a beneficial ratio between the circumference – which can be exposed directly to the light - and intaglio surface was created. To extrapolate this finding to clinical situations, however, more studies regarding the degree of conversion of these composite resins under ceramic restorations of various thicknesses are necessary.

## Conclusions

Both resin-ceramic blocks performed equally well regardless of the surface treatment. As previously shown for other indirect CAD/CAM materials<sup>13,20,30-33</sup>, creating a microretentive surface by either sandblasting or HF etching, followed by silanization for chemical adhesion is mandatory to maintain the bond strength after six months.

## Acknowledgements

This investigation was supported in part by the Brazilian Agency for Support and Evaluation of Graduate Education – CAPES – Grant n°. BEX 13930/13-3. The dental companies GC and Vita Zahnfabrik are gratefully acknowledged for the generous donation of materials for this study.

## References

- 1 Lauvahutanon S, Takahashi H, Oki M, Arksornnukit M, Kanehira M, Finger WJ. In vitro evaluation of the wear resistance of composite resin blocks for CAD/CAM. *Dent Mater J* 2015;34:495–502.
- 2 Lauvahutanon S, Takahashi H, Shiozawa M, Iwasaki N, Asakawa Y, Oki M, et al. Mechanical properties of composite resin blocks for CAD/CAM. *Dent Mater J* 2014;33:705–10.
- 3 Awada A, Nathanson D. Mechanical properties of resin-ceramic CAD/CAM restorative materials. *J Prosthet Dent* 2015:1–7.
- 4 Ruse ND, Sadoun MJ. Resin-composite blocks for dental CAD/CAM applications. *J Dent Res* 2014;93:1232–4.
- 5 Coldea A, Swain M V., Thiel N. Mechanical properties of polymer-infiltrated-ceramic-network materials. *Dent Mater* 2013;29:419–26.
- 6 Nguyen JF, Ruse D, Phan a. C, Sadoun MJ. High-temperature-pressure Polymerized Resin-infiltrated Ceramic Networks. *J Dent Res* 2013;93:62–7.
- 7 Leung BTW, Tsoi JKH, Matinlinna JP, Pow EHN. Comparison of mechanical properties of three machinable ceramics with an experimental fluorophlogopite glass ceramic. *J Prosthet Dent* 2015:1–7.
- 8 Della Bona A, Corazza PH, Zhang Y. Characterization of a polymer-infiltrated ceramic-network material. *Dent Mater* 2014;30:564–9.
- 9 Krämer N, Lohbauer U, Frankenberger R. Adhesive luting of indirect restorations. *Am J Dent* 2000;13:60D – 76D.
- 10 D’Arcangelo C, Vanini L. Effect of three surface treatments on the adhesive properties of indirect composite restorations. *J Adhes Dent* 2007;9:319–26.
- 11 Peumans M, Hikita K, De Munck J, Van Landuyt K, Poitevin a., Lambrechts P, et al. Effects of ceramic surface treatments on the bond strength of an adhesive luting agent to CAD-CAM ceramic. *J Dent* 2007;35:282–8.
- 12 Krämer N, Reinelt C, Richter G, Petschelt A, Frankenberger R. Nanohybrid vs. fine hybrid composite in Class II cavities: clinical results and margin analysis after four years. *Dent Mater* 2009;25:750–9.

- 13 Spitznagel FA, Horvath SD, Guess PC, Blatz MB. Resin bond to indirect composite and new ceramic/polymer materials: a review of the literature. *J Esthet Restor Dent* 2014;26:382–93.
- 14 Elsaka SE. Bond strength of novel CAD / CAM restorative materials to self-adhesive resin cement: The effect of surface treatments. *J Adhes Dent* 2014;16:531–40.
- 15 Frankenberger R, Hartmann V, Krech M, Krämer N, Reich S, Braun A, et al. Adhesive luting of new CAD/CAM materials. *Int J Comput Dent* 2015;18:9–20.
- 16 Poitevin A, De Munck J, Van Landuyt K, Coutinho E, Peumans M, Lambrechts P, et al. Critical analysis of the influence of different parameters on the microtensile bond strength of adhesives to dentin. *J Adhes Dent* 2008;10:7–16.
- 17 R Core Team (2013). R: A language and environment for statistical computing. R Foundation for Statistical Computing, Vienna, Austria. URL <http://www.R-project.org/>. n.d.
- 18 Loomans B a C, Cardoso M V., Opdam NJM, Roeters FJM, De Munck J, Huysmans MCDNJM, et al. Surface roughness of etched composite resin in light of composite repair. *J Dent* 2011;39:499–505.
- 19 Loomans B a C, Vivan Cardoso M, Roeters FJM, Opdam NJM, De Munck J, Huysmans MCDNJM, et al. Is there one optimal repair technique for all composites? *Dent Mater* 2011;27:701–9.
- 20 Brentel AS, Özcan M, Valandro LF, Alarça LG, Amaral R, Bottino MA. Microtensile bond strength of a resin cement to feldspathic ceramic after different etching and silanization regimens in dry and aged conditions. *Dent Mater* 2007;23:1323–31.
- 21 Özcan M, Valandro LF, Amaral R, Leite F, Bottino MA. Bond strength durability of a resin composite on a reinforced ceramic using various repair systems. *Dent Mater* 2009;25:1477–83.
- 22 Ellakwa A, Shortall A, Burke F, Marquis P. Effects of grit blasting and silanization on bond strengths of a resin luting cement to Belleglass HP indirect composite. *Am J Dent* 2003;16:53–7.
- 23 Yoshida K, Kamada K, Atsuta M. Effects of two silane coupling agents, a bonding agent, and thermal cycling on the bond strength of a CAD/CAM composite material cemented with two resin luting agents. *J Prosthet Dent* 2001;85:184–9.
- 24 Lung CYK, Matinlinna JP. Aspects of silane coupling agents and surface conditioning in dentistry: An overview. *Dent Mater* 2012;28:467–77.
- 25 El Zohairy AA, De Gee AJ, Hassan FM, Feilzer AJ. The effect of adhesives with various degrees of hydrophilicity on resin ceramic bond durability. *Dent Mater* 2004;20:778–87.
- 26 Kirmali O, Barutçugil C, Harorli O, Kapdan A, Er K. Resin cement to indirect composite resin bonding: Effect of various surface treatments. *Scanning* 2015;37:89–94.

- 27 Campos F, Almeida C, Rippe M, de Melo R, Valandro L, Bottino M. Resin Bonding to a Hybrid Ceramic: Effects of Surface Treatments and Aging. *Oper Dent* 2015 [Epub ahead of print]
- 28 Özcan M, Allahbeickaraghi A, Dündar M. Possible hazardous effects of hydrofluoric acid and recommendations for treatment approach: A review. *Clin Oral Investig* 2012;16:15–23.
- 29 Scherrer SS, Cesar PF, Swain M V. Direct comparison of the bond strength results of the different test methods: A critical literature review. *Dent Mater* 2010;26:e78–93.
- 30 Lise D, Perdigão J, Van Ende a, Zidan O, Lopes G. Microshear Bond Strength of Resin Cements to Lithium Disilicate Substrates as a Function of Surface Preparation. *Oper Dent* 2015;40(5):524-32.
- 31 Nagai T, Kawamoto Y, Kakehashi Y, Matsumura H. Adhesive bonding of a lithium disilicate ceramic material with resin-based luting agents. *J Oral Rehabil* 2005;32:598–605.
- 32 Spohr A, Sobrinho L, Consani S, Sinhoreti M, Knowles J. Influence of surface conditions and silane agent on the bond of resin to IPS Empress 2 ceramic. *Int J Prosthodont* 2003;16:277–82.
- 33 Kalavacharla V, Lawson N, Ramp L, Burgess J. Influence of Etching Protocol and Silane Treatment with a Universal Adhesive on Lithium Disilicate Bond Strength. *Oper Dent* 2014;40(4):372-8.

## **Influence of resin-ceramic CAD/CAM blocks thicknesses on the light irradiance and degree of conversion of composites luting agents**

*Diogo Pedrollo Lise<sup>1,2</sup>, Annelies Van Ende<sup>1</sup>, Jan De Munck<sup>1</sup>, Pong Pongprueksa<sup>1</sup>, Luiz Clovis Cardoso Vieira<sup>2</sup>, Luiz Narciso Baratieri<sup>2</sup>, Bart Van Meerbeek<sup>1</sup>.*

<sup>1</sup> *BIOMAT, Department of Oral Health Sciences, KU Leuven & Dentistry, UZ Leuven, Leuven, Belgium.*

<sup>2</sup> *Department of Restorative Dentistry, Federal University of Santa Catarina, Florianópolis, Santa Catarina, Brazil.*

### **Abstract**

**Objectives:** to assess the light irradiance (LI) and the degree of conversion (DC) of composite luting agents, when cured through different thicknesses of resin-ceramic CAD/CAM materials.

**Materials and Methods:** Two resin-ceramic CAD/CAM blocks (Cerasmart, GC and Enamic, Vita Zahnfabrik) were sectioned in slabs with different thicknesses (1, 3 and 5 mm). Thin 100- $\mu$ m films of a dual-cure self-adhesive composite cement (G-CEM LinkAce, GC), a light-cure flowable composite (G-aenial Universal Flo, GC) and a light-cure microhybrid composite (G-aenial Posterior, GC) were investigated as luting agents (n=5). LI was measured using a calibrated spectrophotometer while being cured through the resin-ceramic slabs for 40 s with LED light-curing units of low (SmartLite Focus, Dentsply) or high radiant emittance (G-Light Prima, GC). After light-curing, micro-Raman spectrums of the luting agents were acquired to determine DC at 5 min, 10 min, 1 h and 24 h. Five specimens (n=5) were prepared and measured for each combination of resin-ceramic/thickness/luting agent/LCU. LI data was statistically analyzed by Kruskal-Wallis followed by *post-hoc* comparisons, while a linear mixed-effect model was applied for the DC analysis ( $p=0.05$ ).

**Results:** LI attenuation was significantly influenced by thickness and type of the resin-ceramic. Type and thickness of the overlying resin-ceramic significantly influenced the DC, while LCU only had a significant effect on the micro-hybrid composite. DC significantly increased over time for all luting agents.

**Conclusions:** Solely light-cure composites might be properly cured through 1,5 to 2,7 mm of CAD/CAM resin-ceramic, depending on the material type and LCU; however, dual-cure composite is necessary for thicker layers. Using a high radiant emittance LCU only has limited effects on the maximum thickness of resin-ceramic material that can be cured through.

**Key words:** resin-ceramic, degree of conversion, micro-Raman, light spectrometer, light curing unit, composite cement

## **Introduction**

Considering that marginal sealing quality of an indirect restoration determines tooth-restoration complex longevity, a reduced marginal leakage is the major advantage of adhesive luting over conventional cementation using glass ionomer or phosphate cements<sup>1</sup>. Adequate adhesion can be achieved when conducting well-established surface treatment protocols of both tooth structure and restorative material, however it is also important to assure proper curing of the composite luting agent in order to obtain its intended mechanical properties and avoid cement ditching, which is related with higher risk of secondary caries and endodontic or periodontal complications<sup>2</sup>. The degree of conversion (DC) of composite luting agents is related to its mechanical properties and is used as a parameter for predicting the clinical performance of restorations<sup>3,4</sup>.

Different from the self-cure composite cements, which present a pure chemical initiation of the polymerization reaction, most of the currently available composite luting agents are dual-cure (chemically and photo activated, in a two-component syringe) or solely light-cure (one-component). The lack of chemical initiators in the exclusively light-curing luting composites makes their polymerization totally dependent on light energy transmitted through the restorative material<sup>5</sup>. This category is indicated when luting thin restorations that allow enough light irradiance (LI) and thus the photoinitiators (for example, camphorquinone) are activated and the chain polymerization reaction is started. Flowable and regular restorative composites can also be used as solely light-cure luting agents, allowing prolonged working time, better excess removal and improved color stability in comparison with dual-cured cements<sup>6</sup>.

In clinical service, there are different conditions of the tooth to be restored, thus indirect restorations with various thicknesses are required. When the light irradiance is compromised due to attenuation in the overlying restoration, the DC of the luting agent can decrease and also its mechanical properties<sup>3</sup> and bond strength to restorative material and hard dental tissues<sup>7</sup>. In areas hardly reachable by light waves, dual-cure composite cements are indicated in order to achieve proper cure due a chemical catalyst. However, it has been shown that light-curing is essential even for dual cure composites in order to reach sufficient properties<sup>8</sup>. Light attenuation is dependent on filler volume fraction, particle size and shape, and refractive indices of the composing materials<sup>9</sup>. Moreover, light

transmittance differs depending on the wavelength of the light<sup>10</sup> and the transmitted spectrum changes continuously with depth<sup>9</sup>. As a result, different combinations of light curing unit (LCU) and used photoinitiators might result in variations in DC. Due to the complexity of all these entangled factors and because of the wide varieties that exist in LCU's, CAD/CAM materials and luting agents, it would be rather complex, if not impossible, to measure the independent effect of all these factors. Instead, direct measurement of their overall effect is far more practical and clinically relevant than evaluating all these influencing variables separately. This also means that light attenuation is specific for each restorative material and that the maximum thickness through which a material can be cured has to be determined for the actual material and LCU.

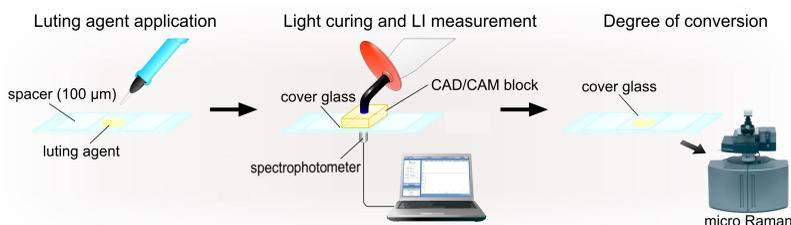
New types of CAD/CAM blocks containing both a polymeric and ceramic phases have been recently introduced in dentistry for indirect restorations (inlay, onlay, veneers, tooth- or implant-supported crowns)<sup>11</sup>. However, it is still uncertain whether light-curing and/or dual-cure composite luting agents can be properly cured through these hybrid materials, while its thickness and composition are important concerns if adhesive luting is intended. Cerasmart (GC, Tokyo, Japan) is composed by 71 vol.% of silica and barium-glass nanoparticles (20nm - 300nm) disperse in a polymeric matrix composed by Bis-MEPP, UDMA and DMA<sup>12</sup>. Enamic (Vita Zahnfabrik, Bad Säckingen, Germany) consists of a monomer mixture (TEGDMA and UDMA) infiltration in an 86 vol.% pre-sintered feldspar ceramic network enriched with oxides ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Na}_2\text{O}$ ,  $\text{K}_2\text{O}$ ,  $\text{Zr}_2\text{O}$ )<sup>13,14</sup>. No data are available with regard to light-curing efficiency of composite luting agents through novel resin-ceramic CAD/CAM materials. Therefore, this study aimed (1) to evaluate the effect of different thicknesses of resin-ceramic materials on the LI and (2) on the DC of one dual-cure composite cement and two different light-cure composites that are used as luting agents. The null hypotheses tested were that (1) LI delivered and (2) DC of the composite luting agents were not affected by (a) the LCU, (b) the thickness and (c) the type of resin-ceramic CAD-CAM material.

## Materials and Methods

The compositions of the investigated CAD/CAM materials and luting agents are presented in Table 1, while the study design is schematically explained in Figure 1. Two different resin-ceramic CAD/CAM blocks (Cerasmart A3-LT, GC and Enamic 3M2-T, Vita Zahnfabrik) of 12x14x18mm were sectioned in slabs of 1-, 3- and 5-mm

thickness using automated water-cooled diamond saw (Accutom-50, Struers, Ballerup, Denmark). Portions of each luting agent were placed on a 1-mm thick transparent microscopy glass plate (Gehard Menzel, Braunschweig, Germany), and squeezed to a 100- $\mu\text{m}$ -film thickness using a cover glass positioned on top. The luting space thickness was standardized by maintaining other two 100- $\mu\text{m}$ -cover glasses aside the luting agent portions.

Immediately thereafter, each specimen was placed on a modified spectrophotometer (MARC® [Managing Accurate Resin Curing] patient simulator, BlueLight Analytics Inc., Halifax, Nova Scotia, Canada) to measure and monitor the LI (wavelength range, 360-540 nm) delivered by the two light-emitting diode (LED) LCU's tested, with high (G-Light Prima, GC; on high power mode) or low radiant emittance (Smartlite Focus, Dentsply, York, PA, USA; on the standard mode). The spectrophotometer sensor was removed from the patient simulator and mounted in a customized base in order to allow standardized measurements. Each specimen was covered with one of the resin-ceramic slabs or left uncovered (control), and then light-cured for 40 s. Both LCU's were positioned perpendicularly on top and in direct contact with the resin-ceramic slabs or the top glass (control). The minimum threshold of the spectrophotometer was 11  $\text{mW}/\text{cm}^2$ , which corresponds to a radiant exposure of 0.4  $\text{J}/\text{cm}^2$  after 40 s. For some 5-mm-thick specimens, there was no LI detected; in that case, it was assumed as half of the threshold (5.5  $\text{mW}/\text{cm}^2$ ) for further statistical analysis. Five specimens ( $n=5$ ) were prepared and measured for each combination of resin-ceramic/thickness/luting agent/LCU.



**Figure 1:** Scheme explaining the study set-up.

After LI measurement, the specimens were transferred to a micro-Raman spectrometer (SENTERRA, BrukerOptik, Ettlingen, Germany) and the spectrum of each sample was registered at post-curing times of 5 min, 10 min, 1 h and 24 h, respectively, applying the following settings: 785-nm Ar-ion laser, 100 mW power, 1,200 grooves/mm diffraction grating, 50- $\mu\text{m}$

pinhole aperture, and 100x objective. The spectrum integration time was 20 s with the recorded spectra averaged over two successive measurements. Each specimen was measured twice (two points) and was kept dry and dark at 37°C during the whole experiment. DC was calculated from the height of the aliphatic C=C peak at 1638 cm<sup>-1</sup> and the reference peak according to the following formula:

$$DC\% = \left( 1 - \frac{C_{aliphatic}/C_{reference}}{U_{aliphatic}/U_{reference}} \right) \times 100$$

with  $C_{aliphatic}$  being the absorption peak at 1638 cm<sup>-1</sup> of the cured specimen,  $C_{reference}$  the reference peak of the cured specimen,  $U_{aliphatic}$  the absorption peak at 1638 cm<sup>-1</sup> of the uncured specimen, and  $U_{reference}$  the reference peak of the uncured specimen. The reference peak was the C-H peak at 1455 cm<sup>-1</sup> for the dual-cure resin composite (G-CEM LinkAce, GC) and the aromatic C=C peak at 1608 cm<sup>-1</sup> for the flowable composite (G-aenial Universal Flo, GC) and the microhybrid composite (G-aenial Posterior, GC). The fraction of remaining C=C double bonds for each spectrum was determined after baseline correction, comparing the maximum intensities of the aliphatic and reference peaks using specific software (OPUS 7.0, BrukerOptik GmbH, Ettlingen, Germany).

**Table 1:** Materials used in this study.

Materials	Label	Composition	Batch n°
Resin-ceramic CAD/CAM blocks	Cerasmart, GC, Tokyo, Japan (A3-LT)	- Silica (20 nm) and barium-glass (300 nm) nanoparticles (71 wt.%) - Polymers (29% wt.) of Bis-MEPP, UDMA and DMA	1403101
	Enamic, Vita Zahnfabrik, Bad Säckingen, Germany (3M2-T)	- Feldspar ceramic enriched with oxides (86 wt.%) - Polymers (14%) of UDMA and TEGDMA	53570
Luting agents	G-CEM LinkAce, GC (A2)	Dual-cure self-adhesive composite cement (automix syringe) - Paste A: UDMA 10-20%, Y-methacryloxypropyltrimethoxysilane > 2.5 % - Paste B: UDMA 25-50%, methacryloxypropyltrimethoxysilane > 2.5-10%, A, $\alpha$ -dimethylbenzylhydroperoxide	1401151
	G-aenial Universal Flo, GC (A2)	Flowable composite (one-component syringe) - Matrix: UDMA, Bis-MEPP, TEGDMA - Fillers (69 wt.%): silicone dioxide (16 nm), strontium glass (200 nm) - Others: pigments, photoinitiator	1312072
	G-aenial Posterior, GC (A2)	Microhybrid composite (one-component syringe) - Matrix: UDMA, dimethacrylate monomers - Fillers (81 wt.%): fumed silica, fluoroaluminosilicate, strontium and lanthanoid glass - Others: pigments, photoinitiator	140207A

The Kruskal-Wallis non-parametric test (SPSS Statistics 21, IBM Corp., Chicago, IL, USA) at a significance level of 95% followed by Mann-Whitney-U *post-hoc* with Bonferroni correction ( $\alpha$ -level adjusted to 0.002) were applied to statistically analyze the LI data. A linear mixed-effects model was applied (R3.0.1 and nlme package, R Foundation for Statistical Computing, Vienna, Austria) to statistically analyze the DC data. In this model, the four mixed effects included were *thickness*, *resin-ceramic*, *LCU* and log-transformed *time*. All tests were performed at a significance level of  $p=0.05$ .

## Results

### LI measurement

The measured LI's are presented in Figure 2a. Without the interposition of any resin-ceramic material, the LI delivered by G-Light Prima ( $1592 \pm 234$  mW/cm<sup>2</sup>) was significantly higher ( $p<0.0001$ ) than that of SmartLite Focus ( $493 \pm 49$  mW/cm<sup>2</sup>). The LI decreased significantly with increasing resin-ceramic thickness ( $p<0.0001$ ) for both LCU's. When CER (Cerasmart, GC) was interpositioned, G-Light Prima delivered significantly higher LI through 1 and 3 mm than Smartlite Focus, but there was no difference for 5 mm ( $p=0.967$ ). For ENA (Enamic, Vita Zahnfabrik), a significant difference between both LCU's was only observed for 1-mm thickness. Regardless of the LCU, the LI passing through CER was significantly higher than through ENA, except for 5-mm thickness ( $p=0.366$ ).

### DC measurement

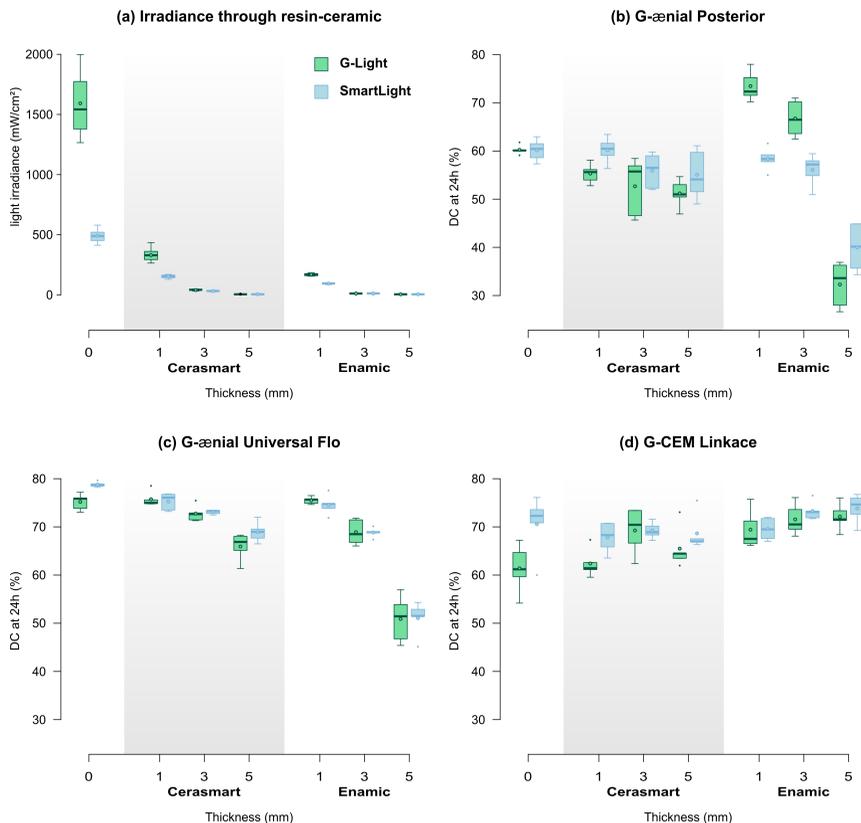
The measured DC for each luting agent after 24 h is graphically presented in Figure 2b, c, d. Linear mixed-effects model showed a significant influence of the LCU on the DC ( $p<0.0001$ ) of the microhybrid composite (G-aenial Posterior, GC), whereas no significant effects were found on the DC of the other luting agents ( $p=0.43$  and  $p=0.62$  for G-CEM LinkAce and G-aenial Universal Flo, respectively). Resin-ceramic thickness ( $p<0.0001$  for both G-aenial Posterior and G-aenial Universal Flo;  $p=0.04$  for G-CEM LinkAce) and type ( $p<0.0001$  for both G-CEM LinkAce and G-aenial Universal Flo;  $p=0.0017$  for G-aenial Posterior) influenced the DC of all luting agents significantly. In order to estimate the minimally required light energy and respective maximum thickness of CAD/CAM resin-ceramic materials that can be cured through in order to obtain a sufficient depth of cure, the DC was plotted in function of the radiant exposure (Fig. 4 a, b and c). An exponential curve according to the formula  $y \sim a * [1 - u * \exp(-$

b\*x)], was fitted through the data points of each luting agent respectively. Next, light energy was fitted in function of resin-ceramic thickness for each luting agent/LCU combination (Fig. 4d).

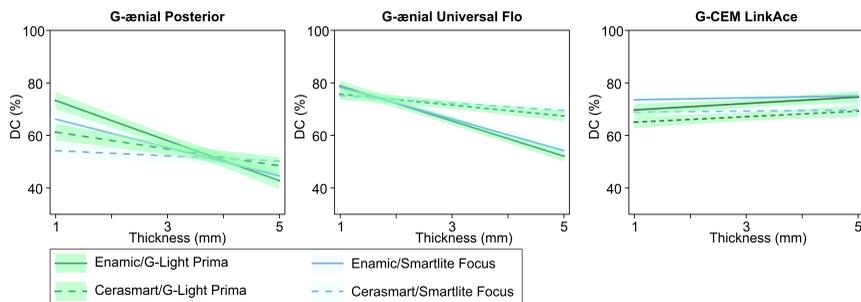
## Discussion

The LCU, thickness and type of resin-ceramic block all had a significant effect on the LI at the bottom of the specimens; hence, the first null hypotheses had to be rejected. ENA caused significantly more light attenuation than CER, which confirms the findings of Stawarczyk *et al.*<sup>15</sup>. The composition and microstructure of each resin-ceramic may influence its translucency, due differences in the refractive indices between filler particles and the polymeric matrix<sup>16</sup>. Nanoparticles with dimensions below the wavelength of visible light (390 to 750 nm) are unable to scatter or absorb visible light<sup>17</sup>. CER contains nanoparticles with dimensions of 20 nm and 300 nm<sup>12</sup>, which are far below the wavelength of blue light emitted by the LCU's used in this study, that both have a peak wavelength around 460 nm<sup>18,19</sup>. ENA, on the other hand, is less translucent due the higher concentration of ceramic phase (Table 1) forms a dense network with oxides inclusions<sup>13</sup>. As expected, the light attenuation by both CAD/CAM materials increased dramatically with thickness – and thus increasing path length. For the 5-mm specimens, no significant effect of either LCU or resin-ceramic type was found; however, LI-values detected were very low and close to the minimum detection limit in all specimens.

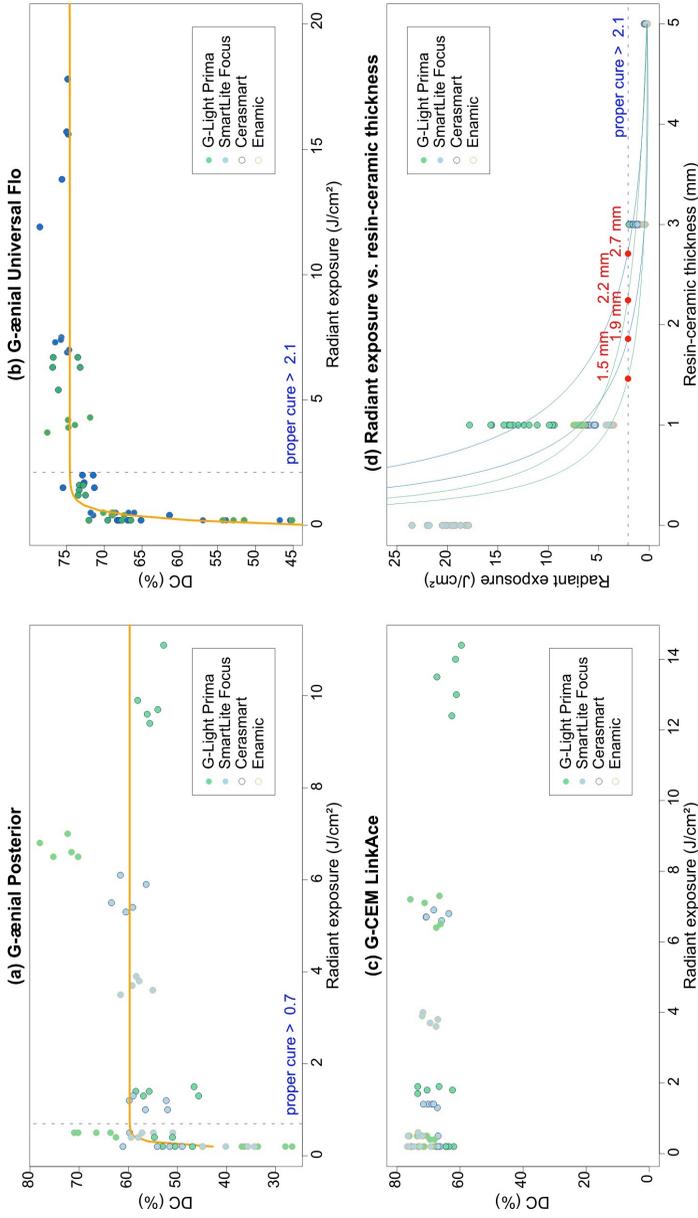
DC of the all composite luting agents was significantly affected by the LCU, the thickness and the type of resin-ceramic CAD/CAM material; therefore the second null hypotheses was rejected. Despite a significant difference in LI between the LCU's, no effect of LCU could be found on the DC of the flowable composite (G-aenial Universal Flo, GC) and the dual-cure composite cement (G-CEM LinkAce, GC). However for the microhybrid composite (G-aenial Posterior, GC) under 1 and 3 mm of ENA, the use of a high radiant emittance LCU (G-Light Prima, GC) resulted in a significantly higher DC than a low radiant emittance device (SmartLite Focus, Dentsply). Previously, it has been reported that the effects of composite viscosity on the rate of polymerization reaction and curing protocols are complex<sup>20</sup>. It would be interesting to investigate whether a prolonged curing time could compensate for the lower DC when using the low LCU; however, this was not the objective of this study, as was chosen for a constant curing time of 40 s.



**Figure 2 (a):** Graphs representing the light irradiance (LI) delivered by the light-curing units without and with the interposition of the resin-ceramic slabs. **(b, c, d):** Graphs representing the DC (%) after 24 h for each luting agent.



**Figure 3:** Linear models that illustrate the effect of LCU, thickness and material type.



**Figure 4 (a, b, c):** DC after 24 h in function of radiant exposure for (a) G-aenial Posterior, (b) G-aenial Universal Flo and (c) G-CEM LinkAce. Note that for the dual-cured composite cement G-CEM LinkAce, no curve could be fitted through the plotted data. **(d):** Estimated radiant exposure in function of resin-ceramic thickness, type and LCU. Maximum thicknesses through which the light-cured luting agents could be properly cured were estimated for combinations of both resin-ceramic materials with both tested LCU's.

The DC of the both solely light-cured composites significantly decreased with thickness, which is in accordance with previous findings<sup>21-24</sup>; as light travels through the restorative material, it is progressively attenuated and DC drops accordingly<sup>9</sup>. For the dual-cure cement G-CEM LinkAce, DC was significantly higher with increased thickness; however, the absolute difference was very small and barely reached significance ( $p=0.04$ ). These findings indicate that the DC of solely light-cured luting agents may be impaired when the light attenuation exceeds a certain threshold, while dual-cured luting agents may not be affected. Depending on the properties of the material, the quality of the light that reaches the underlying cement layer may alter<sup>9,20</sup>. Apart from the differences in translucency, different optical properties might have caused the significant differences in DC when cured through CER or ENA as was found in this study. The effect was different depending on the luting agent (Fig. 3); this might be explained by differences in composition regarding the concentration and absorption spectra of photoinitiators.

When the DC was plotted in function of the delivered radiant exposure, a curve could only be fitted for the light-cured composites G-ænial Posterior (Fig. 4a) and G-ænial Universal Flo (Fig. 4b), while no exponential relationship was apparent for G-CEM LinkAce (Fig. 4c). The point where the curve reached a plateau was considered as the level where a stable DC was reached; this was at  $0.7 \text{ J/cm}^2$  and  $2.1 \text{ J/cm}^2$  for G-ænial Posterior and G-ænial Universal Flo, respectively. However, due to the greater spread in DC of G-ænial Posterior, as can be seen in Fig. 4a, there were some specimens that were still insufficiently cured at radiant exposures close to this  $0.7 \text{ J/cm}^2$  cut-off level. For this reason,  $2.1 \text{ J/cm}^2$  was considered as a more generalized minimum radiant exposure for both light-cured composites, to simplify recommendations and because satisfying levels of DC above this threshold can be guaranteed for both composites. When the radiant exposure was then plotted in function of the resin-ceramic thickness, it was estimated that these exposure levels correspond to thicknesses of 2.7 and 2.2 mm of CER or 1.9 and 1.5 mm of ENA when cured with G-Light Prima and SmartLite, respectively (Fig. 4d). As reported by Archegas *et al.*<sup>25</sup>, DC of composite cements is influenced by the opacity of restorative materials. The shades selected for this study were the darkest shades available (Cerasmart A3-LT and Enamic 3M2-T) in order to investigate the worst case-scenario for LI through resin-ceramic CAD/CAM blocks; so together with the abovementioned restrictions in the considered minimum exposure, the values estimated can be assumed to be rather safe and thus it might be possible that proper cure can be obtained through even higher thicknesses.

Assessment of changes of DC during polymerization contributes to the characterization and understanding of polymerization kinetics. Most of post-irradiation polymerization has been shown to take place in the first minutes or hours immediately after irradiation, with subsequent slower increase up to a maximum of 24 h post-irradiation<sup>26</sup>. In this study, all luting agents showed significant increase of DC within a time interval up to 24h, regardless of the initial degree of conversion ( $p < 0.0001$ ). However, it must be kept in mind that different irradiation procedures may lead to different structures of the resulting polymer network, even though the degree of conversion of the double bonds is the same<sup>27</sup>.

Recently, there is an increasing trend in the clinic to use solely light-cured composites for adhesive luting<sup>28,29</sup>. Its controllable hardening provides convenient time for better positioning of the indirect restoration and removal of cement excess, especially in subgingival margins<sup>30</sup>. In addition, the restorative composites are mechanically stronger than composite cements, which and are thought to protect the marginal integrity better, being less prone to wear and wash-out, in particular at stress-bearing occlusal margins<sup>31</sup>. Hence, guidelines regarding the thickness of the overlying restoration and associated curing protocols are necessary to ensure an optimal outcome. In order to simulate clinical adhesive luting conditions, where the cement is not exposed to air (except for the margins), this study set-up was designed to prevent the polymerization inhibition by oxygen<sup>32</sup> by covering the luting agent by glass slides above and below. Besides that, the film thickness of the composite luting agents was controlled by using 100- $\mu\text{m}$  cover glasses as spacers (Fig. 1), that fitted in the range reported by a recent systematic review of marginal adaptation of ceramic crowns where 95% of the values measured were less than or equal to 120- $\mu\text{m}$ <sup>33</sup>. Attenuated Total Reflection Fourier Transform Infrared<sup>34-36</sup> and micro-Raman spectroscopy<sup>37-39</sup> are the two most common techniques used to directly measure DC of composites. In our study, micro-Raman was preferred because this method allows spectra to be acquired through the cover glass. Moreover, the specimens could be quickly transferred to a temperature-controlled environment of 37°C between the measurements times, which is important since temperature was shown to influence DC of composites considerably<sup>40</sup>.

A drawback in this study was that the spectrophotometer used is limited with a threshold, rendering values close to this threshold less reliable. The maximum thicknesses in this study are based on statistical approximations, thus a certain error of estimate cannot be excluded. In a future study, DC through CAD/CAM block thicknesses in the range of 1.5 – 2.7 mm should be investigated and correlated with the LI measured by a

more sensitive spectrophotometer, in order to make a more precise estimation of maximum thicknesses for proper cure.

## **Conclusions**

Light-cured composites might be properly cured through restorations of 1,5 to 2,7 mm thickness, depending on the resin-ceramic CAD/CAM material and LCU; however, dual-cure composite cement is necessary for thicker restorations. Using a high radiant emittance LCU only has limited effects on the maximum thickness of resin-ceramic material that can be cured through.

## **Acknowledgements**

This investigation was supported in part by the Brazilian Agency for Support and Evaluation of Graduate Education – CAPES – Grant n°. BEX 13930/13-3. The dental companies GC and Vita Zahnfabrik are gratefully acknowledged for the generous donation of materials for this study.

## **References**

- 1 Piwowarczyk A, Lauer H. Mechanical properties of luting cements after water storage. *Oper Dent* 2003;28:535–42.
- 2 Gu X, Kern M. Marginal discrepancies and leakage of all-ceramic crowns: influence of luting agents and aging conditions. *Int J Prosthodont* 2003;16:109–16.
- 3 Meng X, Yoshida K, Atsuta M. Influence of ceramic thickness on mechanical properties and polymer structure of dual-cured resin luting agents. *Dent Mater* 2008;24:594–9.
- 4 Calheiros FC, Kawano Y, Stansbury JW, Braga RR. Influence of radiant exposure on contraction stress, degree of conversion and mechanical properties of resin composites. *Dent Mater* 2006;22:799–803.
- 5 Souza DDE, Braga RR, Cesar PF, Lopes GC. Correlation between clinical performance and degree of conversion of resin cements: a literature review. *J Appl Oral Sci* 2015;23:358–68.
- 6 Almeida JR, Schmitt GU, Kaizer MR, Boscato N, Moraes RR. Resin-based luting agents and color stability of bonded ceramic veneers. *J Prosthet Dent* 2015;114:272–7.
- 7 Piwowarczyk A, Bender R, Ottl P, Lauer H-C. Long-term bond between dual-polymerizing cementing agents and human hard dental tissue. *Dent Mater* 2007;23:211–7.

- 8 Ilie N, Simon A. Effect of curing mode on the micro-mechanical properties of dual-cured self-adhesive resin cements. *Clin Oral Investig* 2012;16:505–12.
- 9 Musanje L, Darvell BW. Curing-light attenuation in filled-resin restorative materials. *Dent Mater* 2006;22:804–17.
- 10 Ilie N, Hickel R. Correlation between ceramics translucency and polymerization efficiency through ceramics. *Dent Mater* 2008;24:908–14.
- 11 Awada A, Nathanson D. Mechanical properties of resin-ceramic CAD/CAM restorative materials. *J Prosthet Dent* 2015 [Epub ahead of print].
- 12 Lauvahutanon S, Takahashi H, Shiozawa M, Iwasaki N, Asakawa Y, Oki M, et al. Mechanical properties of composite resin blocks for CAD/CAM. *Dent Mater J* 2014;33:705–10.
- 13 Della Bona A, Corazza PH, Zhang Y. Characterization of a polymer-infiltrated ceramic-network material. *Dent Mater* 2014;30:564–9.
- 14 Coldea A, Swain M V, Thiel N. Mechanical properties of polymer-infiltrated-ceramic-network materials. *Dent Mater* 2013;29:419–26
- 15 Stawarczyk B, Liebermann A, Eichberger M, Gu J, Cam CAD. Evaluation of mechanical and optical behavior of current esthetic dental restorative CAD / CAM composites. *J Mech Behav Biomed Mater* 2015;55:1–11.
- 16 Shortall AC, Palin WM, Burtscher P. Refractive index mismatch and monomer reactivity influence composite curing depth. *J Dent Res* 2008;87:84–8.
- 17 Kim J, Moon H, Lim B, Lee Y, Rhee S, Yang H. The Effect of Nanofiller on the Opacity of Experimental Composites. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater* 2006;80:332–8.
- 18 Kameyama A, Hatayma H, Kato J, Haruyama A, Teraoka H, Takase Y, et al. Spectral Characteristics of Light-curing Units and Dental Adhesives. *J Photopolym Sci Technol* 2011;24:411–6.
- 19 De Oliveira DCRS, Rocha MG, Gatti A, Correr AB, Ferracane JL, Sinhoret MAC. Effect of different photoinitiators and reducing agents on cure efficiency and color stability of resin-based composites using different LED wavelengths. *J Dent* 2015:[Epub ahead of print].
- 20 Hadis M, Leprince JG, Shortall a C, Devaux J, Leloup G, Palin WM. High irradiance curing and anomalies of exposure reciprocity law in resin-based materials. *J Dent* 2011;39:549–57.
- 21 Jung H, Friedl K-H, Hiller K-A, Furch H, Bernhart S, Schmalz G. Polymerization efficiency of different photocuring units through ceramic discs. *Oper Dent* 2006;31:68–77.
- 22 Kilinc E, Antonson S a, Hardigan PC, Kesercioglu A. The effect of ceramic restoration shade and thickness on the polymerization of light- and dual-cure resin cements. *Oper Dent* 2011;36:661–9.

- 23 Pazin MC, Moraes RR, Gonçalves LS, Borges G a., Sinhoreti M a. C, Correr-Sobrinho L. Effects of ceramic thickness and curing unit on light transmission through leucite-reinforced material and polymerization of dual-cured luting agent. *J Oral Sci* 2008;50:131–6.
- 24 Pick B, Gonzaga CC, Junior WS, Kawano Y, Braga RR, Cardoso PEC. Influence of Curing Light Attenuation Caused by Aesthetic Indirect Restorative Materials on Resin Cement Polymerization. *Eur J Dent* 2010;4:314–23.
- 25 Archegas LRP, de Menezes Caldas DB, Rached RN, Soares P, Souza EM. Effect of ceramic veneer opacity and exposure time on the polymerization efficiency of resin composite. *Oper Dent* 2012;37(2):38–42.
- 26 Pilo R, Cardash H. Post-irradiation polymerization of different anterior and posterior visible light-activated resin composites. *Dent Mater* 1992;8:299–304.
- 27 Asmussen E, Peutzfeldt A. Influence of Pulse-Delay Curing on Softening of Polymer Structures. *J Dent Res* 2001;80:1570–3.
- 28 Schulte AG, Vöckler A, Reinhardt R. Longevity of ceramic inlays and onlays luted with a solely light-curing composite resin. *J Dent* 2005;33:433–42.
- 29 Barabanti N, Preti A, Vano M, Derchi G, Mangani F, Cerutti A. Indirect composite restorations luted with two different procedures: A ten years follow up clinical trial. *J Clin Exp Dent* 2015;7:e54–9.
- 30 D’Arcangelo C, De Angelis F, Vadini M, D’Amario M. Clinical evaluation on porcelain laminate veneers bonded with light-cured composite: results up to 7 years. *Clin Oral Investig* 2012;16:1071–9.
- 31 D’Arcangelo C, Zarow M, De Angelis F, Vadini M, Paolantonio M, Giannoni M, et al. Five-year retrospective clinical study of indirect composite restorations luted with a light-cured composite in posterior teeth. *Clin Oral Investig* 2014;18:615–24.
- 32 Gauthier MA, Stangel I, Ellis TH, Zhu XX. Oxygen Inhibition in Dental Resins. *J Dent Res* 2005;84:725–9.
- 33 Contrepois M, Soenen A, Bartala M, Laviolle O. Marginal adaptation of ceramic crowns: a systematic review. *J Prosthet Dent* 2013;110:447–54.e10.
- 34 Passos SP, Kimpara ET, Bottino M a, Santos GC, Rizkalla AS. Effect of ceramic shade on the degree of conversion of a dual-cure resin cement analyzed by FTIR. *Dent Mater* 2013;29:317–23.
- 35 Runnacles P, Correr GM, Filho FB, Castiglia C. Degree of Conversion of a Resin Cement Light-Cured Through Ceramic Veneers of Different Thicknesses and Types. *Braz Dent J* 2014;25:38–42.
- 36 Souza EJ, Borges BCD, Oliveira DCRS, Brandt WC, Hirata R, Silva EJNL, et al. Influence of the curing mode on the degree of conversion of a dual-cured self-adhesive resin luting cement beneath ceramic. *Acta Odontol Scand* 2013;71:444–8.

37 Lohbauer U, Pelka M, Belli R, Schmitt J, Mocker E, Jandt KD, et al. Degree of conversion of luting resins around ceramic inlays in natural deep cavities: a micro-Raman spectroscopy analysis. *Oper Dent* 2010;35:579–86.

38 Acquaviva PA, Cerutti F, Adami G, Gagliani M, Ferrari M, et al. Degree of conversion of three composite materials employed in the adhesive cementation of indirect restorations: a micro-Raman analysis. *J Dent* 2009;37:610–5.

39 Pianelli C, Devaux J, Bebelman S, Leloup G. The micro-Raman spectroscopy, a useful tool to determine the degree of conversion of light-activated composite resins. *J Biomed Mater Res* 1999;48:675–81.

40 Oliveira M, Cesar PF, Giannini M, Rueggeberg F a, Rodrigues J, Arrais C a. Effect of temperature on the degree of conversion and working time of dual-cured resin cements exposed to different curing conditions. *Oper Dent* 2012;37:370–9.