

UNIVERSIDADE DE TAUBATÉ
Marcelo Massaroni Peçanha

**INFLUÊNCIA DE DIFERENTES TRATAMENTOS DE
SUPERFÍCIES E AGENTES DE CIMENTAÇÃO NO
PROCESSO DE ADESÃO DE UM SISTEMA CERÂMICO À
BASE DE ZIRCÔNIA**

Taubaté – SP
2013

UNIVERSIDADE DE TAUBATÉ
Marcelo Massaroni Peçanha

**INFLUÊNCIA DE DIFERENTES TRATAMENTOS DE
SUPERFÍCIES E AGENTES DE CIMENTAÇÃO NO
PROCESSO DE ADESÃO DE UM SISTEMA CERÂMICO À
BASE DE ZIRCÔNIA**

Tese apresentada para a obtenção do Título de Doutor pelo Programa de Pós-graduação em Odontologia do Departamento de Odontologia da Universidade de Taubaté. Orientador: Profa. Dra. Laís Regiane da Silva Concílio

Taubaté – SP
2013

**Ficha catalográfica elaborada por
Liliane Castro – Bibliotecária CRB-8/6748**

P364i Peçanha, Marcelo Massaroni
Influência de diferentes tratamentos de superfícies e agentes de
cimentação no processo de adesão de um sistema cerâmico à base de
zircônia / Marcelo Massaroni Peçanha. - 2013.
80f. : il.

Tese (doutorado) – Universidade de Taubaté, Departamento de Pós-
graduação em Odontologia, 2013.
Orientação: Profa. Dra. Lais Regiane da Silva Concílio, Departamento
de Pós-graduação em Odontologia.

1. Cerâmica. 2. Cimentação. 3. Prótese dentária. I. Título.

MARCELO MASSARONI PEÇANHA

Data: 03/09/2013

Resultado: _____

BANCA EXAMINADORA

Prof.^a Dr.^a Laís Regiane da Silva Concílio Universidade de Taubaté

Assinatura _____

Prof.^a Dr.^a Ana Christina Claro Neves Universidade de Taubaté

Assinatura _____

Prof. Dr. Marcos Augusto do Rego Universidade de Taubaté

Assinatura _____

Prof. Dr. Alexandre Luiz Souto Borges Universidade Estadual Paulista Júlio de
Mesquita Filho

Assinatura _____

Prof. Dr. Luiz Gustavo Dias Daroz Universidade Federal do Espírito
Santo

Assinatura _____

Dedico este trabalho aos meus pais, pelo carinho,
direcionamento e exemplo de vida.

Aos meus irmãos, pela amizade e preocupação em todos os momentos.

Aos meus familiares, que estiveram comigo e me apoiaram constantemente.

AGRADECIMENTOS

Agradeço primeiramente e sempre a Deus, porque me fez entender que nada está sobre nosso controle e sim sobre o Dele, e por me mostrar que a visão Dele sobre nossas vidas sempre será muito mais ampla e melhor do que a nossa.

Agradeço à Universidade de Taubaté, na pessoa dos Prof. Dr. José Roberto Cortelli coordenador do curso de pós graduação em Odontologia e Profa. Dra. Ana Cristina Claro Neves coordenadora adjunta, pela dedicação, disponibilidade e pela excelente condução do Curso.

Agradeço a minha orientadora, Laís Regiane da Silva Concílio, pela amizade, orientação e grande ajuda durante essa etapa decisiva minha vida. À Profa. Cristiane Aparecida de Assis Claro pela participação e acompanhamento na concretização desse trabalho.

Aos professores do Programa de Pós-graduação em Odontologia da UNITAU, Denise Pontes Raldi, Davi Romeiro Aquino, Gilson César Nobre Franco, Priscila Christiane Suzy Liporoni, João Marcelo Ferreira de Medeiros, Marcos Augusto do Rego, Sheila Cavalca Cortelli, e demais professores do Curso pela participação, orientação e por prontamente compartilhar suas experiências e conhecimentos.

Aos colegas e amigos do mestrado e doutorado, Antonio Carlos Gargioni Filho, Camila Oliveira de Alencar, Eloá de Aguiar Gazola, Ednaldo de Jesus Filho, Hélio Gomes da Silva, Hugo Cezar Nogueira Alvim, Luciana Machado dos Santos, Marcos Vinicius Moreira de Castro, Patrícia Souza Closs, Rodrigo Dalla Pria Balejo, Suzane A Raslan pelo apoio, companheirismo e amizade durante o curso.

Aos professores e amigos que estiverem presentes nessa caminhada, Eduardo Battitucci, Luiz Gustavo Daroz, Glauco Rangel Zanetti, Daher Antônio

Queiroz e Fausto Frizzera Borges que me apoiaram, ajudaram e me deram força para completar essa jornada.

À Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo (FAPESP) pela aprovação do fomento destinado ao Auxílio Regular de Projetos que este trabalho esteve inserido (2012/13538-6).

Ao Laboratório de Ensaios Mecânicos da Faculdade de Engenharia Mecânica - UNITAU, ao laboratório de Ensaios Mecânicos da Faculdade de Engenharia Mecânica - UNESP, Guaratinguetá, ao laboratório de Ensaios Mecânicos da Faculdade de Engenharia Mecânica – UNESP, São José dos Campos e ao laboratório de Pesquisada em Odontologia do Departamento de Prótese - UFES.

PEÇANHA MM. Influência de diferentes tratamentos de superfícies e agentes de cimentação no processo de adesão de um sistema cerâmico à base de zircônia [Tese de doutorado]. Taubaté: Universidade de Taubaté, Departamento de Odontologia, 2013. 80 p.

RESUMO

Objetivo: Avaliar a influência de diferentes tratamentos de superfície da zircônia na rugosidade superficial e na resistência de união utilizando diferentes agentes de cimentação, pré e pós-ciclagem térmica, bem como analisar a superfície de fratura. **Metodologia:** Foram elaborados três artigos científicos. No Capítulo 1, apresentou-se um estudo de revisão da literatura a respeito dos métodos de tratamento de superfície e os diferentes tipos de cimentos indicados para proporcionar união adesiva entre a zircônia e materiais resinosos. No Capítulo 2, foi delineado um experimento com o objetivo de avaliar a influência de diferentes tipos de tratamento da superfície da cerâmica e tipos de cimento sobre a rugosidade da superfície modificada e a resistência da união entre cerâmica e material resinoso. Os tratamentos de superfície analisados foram: jateamento com partículas de Al₂O₃ de 50µm, aplicação de primer contendo MDP, silicatização e silicatização associado a aplicação de primer contendo MDP, além da associação de dois tipos de cimentos resinosos, cimento resinoso modificado com monômeros fosfatados e cimento resinoso autoadesivo. Foi utilizado o teste de rugosidade e de microcisalhamento para verificar a alteração de superfície e a força de adesão proporcionada pelos grupos experimentais seguidas de análise do modo de falha para verificar as características da interface adesiva. No capítulo 3 foi realizado o mesmo delineamento do Capítulo 2, entretanto, foi associado o processo de ciclagem térmica para verificação do comportamento dos diferentes tratamentos de superfícies e materiais cimentantes, com intuito de simular parcialmente condições clínicas. **Conclusões:** Ambos os cimentos utilizados podem ser indicados para a cimentação adesiva da cerâmica a base de zircônia. Em relação aos cimentos resinosos modificados o tratamentos de superfície apresenta-se indispensável para possibilitar melhora na resistência de união. O tratamento com a cobertura de sílica associado ou não ao primer apresentou-se com melhores resultados. Em relação aos cimentos autoadesivos o tratamento de superfície não teve grande influência na resistência de união, porém melhores resultados foram obtidos nas superfícies tratadas com a cobertura de sílica. Após a ciclagem térmica foi observado que o cimento autoadesivo apresentou melhores valores de força de adesão em comparação ao cimento resinoso modificado, independente do tratamento de superfície realizado.

Palavras-chave: Cerâmica; Cimentação; Prótese dentária.

PEÇANHA MM. Influence of different surfaces treatments and types of cements on bond strength of zircon base ceramics [Tese de doutorado]. Taubaté: Universidade de Taubaté, Departamento de Odontologia, 2013. 80 p.

ABSTRACT

Objective: To evaluate the influence of different surface treatments of zirconia in surface roughness and bond strength using different cementing agents, before and after thermal cycling as well as analyze the fracture surface. **Methods:** We developed three papers. In Chapter 1, presented a study of the review of the literature on the methods of surface treatment and different types of cements indicated for providing bonding between zirconia and resin materials. In Chapter 2, an experiment was designed to evaluate the influence of different types of surface treatment of ceramic and cement types on the surface roughness of the modified surface and the bond strength between compositive material and ceramics. The surface treatments were analyzed: sandblasting with Al₂O₃ particles of 50µm, applying primer containing MDP, and silicatization associated with applying primer containing MDP. A resin cement modified with phosphate monomers and self-adhesive resin cement were also analyzed. Roughness and microshear test was used to verify the change of surface, and the adhesion strength provided by the experimental groups followed by analysis of the way to check the characteristics of the adhesive interface. The analyzed results were submitted to statistical analysis. In chapter 3 was used the same design done in Chapter 2, however, thermal cycling process was associated to verify the behavior of different surface treatments and materials with the aim of partially simulate clinical conditions. **Conclusions:** Both cements used might be indicated for the adhesive cementation of zirconia-based ceramics. Regarding resin cements modified the surface treatment has become indispensable to enable improvement in bond strength. Treatment with silica coverage with or without the primer presented with better results. Regarding the self-adhesive cement, surface treatment had no major influence on the bond strength but better results were obtained on surfaces treated with the coverage of silica. After thermocycling was observed that the self-adhesive cement had values better adhesion strength in comparison to the modified resin cement.

Keywords: Ceramic; Cementing; Prosthodontics.

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	09
2 CAPÍTULOS	13
2.1 Capítulo 1	13
2.2 Capítulo 2	32
2.3 Capítulo 3	51
3 CONSIDERAÇÕES FINAIS	68
REFERÊNCIAS	71
APÊNDICES	73
ANEXOS	79

1 INTRODUÇÃO

A utilização dos materiais cerâmicos vem aumentando no decorrer dos anos na área odontológica. Segundo Magne et al. (2010), algumas características, como as propriedades óticas e mecânicas desses materiais, atendem às necessidades odontológicas proporcionando resultados mais estéticos com conseqüente substituição das ligas metálicas utilizadas anteriormente na reconstrução dentária.

Diversos são os tipos de sistemas cerâmicos utilizados na odontologia, dentre esses, podemos destacar os sistemas à base de zircônia, em especial, a zircônia estabilizada por Ítrio. A alta resistência mecânica e biocompatibilidade garantem a ele uma favorável indicação clínica estando associada a infraestruturas protéticas sobre dentes e implantes, inclusive, em regiões submetidas à cargas maiores, em especial na região posterior (Attia, 2011).

O desenvolvimento de novos sistemas laboratoriais para confecção de restaurações dentárias também gerou um aumento no uso dos materiais restauradores cerâmicos. Sistemas totalmente ou parcialmente automatizados se tornaram uma realidade, aumentando, não só a velocidade e eficiência na confecção de trabalhos odontológicos. Esse método de confecção também proporciona uma adaptação com maior precisão e a possibilidade de se trabalhar com materiais de maior dureza que nos métodos tradicionais, dentre eles, destacam-se o titânio e os sistemas cerâmicos à base de zircônia (Noda et al., 2010).

As restaurações indiretas de modo geral foram influenciadas por esse avanço. Entretanto, um passo decisivo, para o sucesso clínico dessas restaurações é o processo de cimentação dessas peças sobre o elemento dental. Uma adequada

cimentação garante a longevidade do tratamento, a integridade marginal da restauração e ausência de danos aos tecidos adjacentes (Magne et al., 2010; Attia, 2011).

As cerâmicas que possuem em sua composição conteúdo significativo de sílica podem ser condicionadas com ácido fluorídrico e silano, apresentando adesão aos materiais resinosos, característica vantajosa tanto estética como mecanicamente, melhorando a adaptação marginal, prevenindo trincas e fraturas, além de aumentar a retenção em casos necessários. Entretanto, as cerâmicas com baixo conteúdo de sílica, como a zircônia, não possuem essa capacidade, necessitando de meios alternativos para garantir uma cimentação adesiva (Sabatini et al., 2013).

Vários métodos e tratamentos de superfície têm sido propostos para alcançar uma condição satisfatória de adesão da zircônia aos materiais resinosos (Casucci et al., 2011). Dentre eles, podemos destacar o jateamento com partículas de óxido de alumínio, aplicação de primers contendo MDP (10-methacryloxydecyl dihydrogen phosphate - MDP), a cobertura da superfície com sílica, ou até, a associação dos mesmos.

O jateamento com óxido de alumínio aumenta a área e a energia de superfície para adesão do cimento resinoso e tem o intuito de promover microrretenções mecânicas que auxiliam na fixação do cimento a superfície (Oyagüe et al., 2009; Cavalcanti et al., 2009; Yang et al. 2010; Casucci et al., 2011; Gomes et al., 2013).

A aplicação de primers contendo monômeros fosfatados, associada ao jateamento, também tem sido sugerida por autores como Magne et al. (2010); Kitayama et al. (2010); Casucci et al. (2011); Dias de Souza et al. (2011) e Román-

Rodríguez et al. (2013), para melhorar essa capacidade de adesão. Os monômeros fosfatados têm sido reportados como agentes químicos promissores no aumento das propriedades adesivas das cerâmicas com baixo teor de sílica, pois o grupo funcional éster combinar-se-ia diretamente aos óxidos metálicos. Esses agentes, também chamados de primers de metal ou primers de zircônia, são de fácil aplicação e não necessitam de técnicas sensíveis, nem equipamentos específicos.

A cobertura da superfície interna da infraestrutura com sílica é outro método indicado na literatura (Tanaka et al., 2008; De Castro et al., 2012; Román-Rodríguez et al., 2013). Essa cobertura da superfície interna da peça com sílica geralmente é realizada em laboratório, utilizando partículas de óxido de alumínio revestidas com sílica. A pressão de ar fornecida leva as partículas de óxido revestidas com sílica sobre a superfície da cerâmica, realizando a modificação dela pela fixação da sílica, tornando-a quimicamente mais reativa aos agentes de união e ao material resinoso.

Embora sejam observados diversos métodos de tratamento de superfície com o intuito de melhorar a adesão da zircônia aos materiais resinosos convencionais, ainda não é encontrado na literatura um determinado tratamento que consiga promover uma adesão comparável a adesão encontrada nas cerâmicas ricas em sílica (Sabatini et al., 2013). Devido a isso, a utilização de outros tipos de cimentos tem sido estudada e indicada (de Castro et al., 2012). Os cimentos resinosos fosfatados e autoadesivos, contendo MDP, foram indicados por diversos autores (Ozcan et al., 2008; Oyagüe et al., 2009, Kitayama et al., 2010; Matinlinna & Lassila, 2011) como possível solução para esse problema por apresentarem em sua composição monômeros ésteres fosfatados, promovendo a ligação química a óxidos metálicos. Entretanto, na literatura, os resultados são controversos quanto a sua real eficácia em relação à zircônia (Oyague et al., 2009; Yun et al., 2010; Mair &

Padipatvuthikul, 2010; Attia, 2011; Piascik & Swift, 2011) sendo, inclusive, demonstrado por autores (Dias de Souza et al., 2011), o enfraquecimento da união na região de cimentação após diferentes períodos seguido da cimentação, assim como em condições onde foram realizados testes térmicos, demonstrando degradação da linha de cimentação (Oyague et al., 2009).

Em vista da problemática abordada com relação ao processo de adesão dos sistemas cerâmicos a base de zircônia, bem como da variedade tratamentos de superfícies e cimentos propostos para esta finalidade, este estudo objetivo avaliar a influência de diferentes tratamentos de superfície da zircônia e sua interação com diferentes cimentos resinosos, por meio da avaliação da rugosidade de superfície da cerâmica, resistência de união dessa interface e a análise do modo de falha.

2 CAPÍTULOS

2.1 CAPÍTULO 1

Adesão em cerâmicas à base de zircônia

Adhesion on zirconia based ceramics

Marcelo Massaroni Peçanha, Msc*

*Department of Prosthesis, College of Dentistry, University of Taubaté, Taubaté, São Paulo, Brazil.

Phone number: +55 27 99029199 / email: massaroni@uol.com.br

Ana Christina Claro Neves, PhD;*

*Department of Prosthesis, College of Dentistry, University of Taubaté, Taubaté, São Paulo, Brazil.

Phone number: (12) 36254149 / email: claroana@ig.com.br

Cristiane Aparecida de Assis Claro, PhD;*

*Department of Prosthesis, College of Dentistry, University of Taubaté, Taubaté, São Paulo, Brazil.

Phone number: (12) 36254149 / email: clarocri@usp.br

Laís Regiane Silva-Concílio, PhD*

Department of Prosthesis, College of Dentistry, University of Taubaté, Taubaté, São Paulo, Brazil.

Phone number: +55 12 36254149 / email: regiane1@yahoo.com

Corresponding Author:

Laís Regiane da Silva Concílio

Rua Expedicionário Ernesto Pereira, 110. Centro, Taubaté SP/Brazil

Zip code: 12020 270

Phone number: +55 12 36254149

E-mail: regiane1@yahoo.com

Resumo

A utilização dos materiais cerâmicos vem apresentando destaque na área de reabilitação oral. Dentre estes, temos os sistemas à base de zircônia, que apresentam resultados satisfatórios relacionados à resistência mecânica e biocompatibilidade. Entretanto, em decorrência da sua superfície inerte e pobre em sílica, há grande dificuldade em se conseguir uma adesão química e mecânica estável dos cimentos odontológicos à zircônia. A literatura é vasta acerca de métodos utilizados para viabilizar tal união, dentre os quais podemos destacar a asperização da superfície interna da zircônia com jateamento de partículas de óxido de alumínio, a cobertura com sílica, a aplicação de primers e a utilização de cimentos resinosos modificados e cimentos autoadesivos. O presente estudo, por meio de uma revisão da literatura, teve como objetivo relatar essas diferentes técnicas de tratamento da superfície das cerâmicas a base de zircônia com o objetivo de possibilitar a adesão de materiais resinosos. De acordo com o observado na literatura, foi possível constatar, que ainda não há um consenso entre os pesquisadores sobre um tratamento de superfície ideal para formação de uma camada de união efetiva com os cimentos resinosos. Contudo, a técnica que associa a silicatização da superfície, seguida da aplicação de primers contendo MDP e o uso de cimentos resinosos fosfatados e cimentos autoadesivos, parecem influenciar positivamente na adesão da zircônia a tais materiais.

Palavras chaves: Cimentos Odontológicos; Cerâmica, Zircônia.

Abstract

The use of ceramic materials has shown prominent in the area of oral rehabilitation. Zirconia based ceramics shows satisfactory results related to mechanical resistance, biocompatibility and biofilm formation. However, the inert surface and low quantity of silica, is very difficult to achieve a stable mechanical and chemical adhesion of dental cements to zirconia. Is a vast literature about methods for achieving such union, in which we highlight the roughened surface of zirconia, silica coverage, application of primers associated with the use of modified resin cements and adhesive cements. The aim of this study was describe through a literature review the different techniques of surface treatment of zirconia-based ceramics in order to allow the adhesion of resin materials. According to the literature, there is no consensus among

researchers on a surface treatment ideal for training effective bonding with resin cements. However, the technique that combines silicatization surface, followed by application of primers containing MDP, and the use of resin cements phosphate cements and autoadhesive, seem to positively influence the adhesion of zirconia to these materials.

Key words: Odontologic cements; Ceramics, Zircônia.

Introdução

As cerâmicas odontológicas são os materiais de escolha para confecção de restaurações indiretas por apresentarem adequadas propriedades biomecânicas, como excelente estética, resistência a abrasão, biocompatibilidade, baixo acúmulo de biofilme oral, baixa condutibilidade térmica e estabilidade de cor a longo prazo¹. Dentre os materiais atualmente mais indicados para fabricação de peças protéticas totalmente cerâmicas, destacam-se as cerâmicas vítreas reforçadas por leucita ou a base de dissilicato de lítio, as cerâmicas a base de alumina e as cerâmicas a base de zircônia^{1,2}. Cada um destes materiais possui propriedades mecânicas, biológicas, químicas e estéticas diferentes. Desta forma, a indicação desses materiais, levando em consideração os aspectos biomecânicos e estéticos, também é distinta.

As primeiras opções lançadas foram os sistemas cerâmicos à base de feldspato e leucita. Eles apresentam estética satisfatória, entretanto baixos valores de resistência a flexão, o que limita sua indicação às regiões anteriores, ou, no máximo, em regiões de pré-molares. Em vista disso, materiais cerâmicos, como o dissilicato de lítio, alumina e zircônia, com maior resistência, foram desenvolvidos permitindo uma segura indicação principalmente em regiões onde as forças mastigatórias fossem elevadas.

Os sistemas cerâmicos a base de zircônia se destacam por apresentar uma resistência flexural extremamente elevada, possibilitando indicá-la para reabilitações protéticas extensas, convencionais e implanto-suportadas^{1,2}.

O óxido de zircônio (ZrO_2), ou zircônia, é um óxido metálico de natureza polimórfica, que significa exibir uma diferente estrutura cristalina de equilíbrio em diferentes temperaturas sem alterações químicas. Assim, a estrutura cristalina da zircônia assume a forma monoclinica em baixas temperaturas, a forma tetragonal em torno de $1170^\circ C$ e cúbica em torno de $2370^\circ C$ ³. Uma característica importante desse material é que ele modifica sua estrutura cristalina de tetragonal para monoclinica durante o resfriamento, resultando em um aumento volumétrico de 3% a 4%, induzindo um grande estresse ao complexo cristalino. A consequência produzida nessa região possibilita o desenvolvimento de rachaduras ou trincas no interior da cerâmica, podendo levar a sua fragilização e posterior falha¹. Em função disso, a incorporação de outros óxidos metálicos, como o óxido de cério (CeO_2), magnésio (MgO) e Ítrio (Y_2O_3), tem sido utilizada para criar uma gama de composições de zircônia parcialmente estabilizadas (PSZ) que são mais resistentes a propagação de trincas³.

As zircônias estabilizadas com ítrio (Y-TZP) se tornaram uma alternativa bastante usada por apresentar uma elevada resistência flexural e tenacidade à fratura, mesmo comparada com outras cerâmicas à base de zircônia. Essas cerâmicas são consideradas biomateriais devido a suas propriedades mecânicas, químicas e biológicas inertes^{4,5} e já são usadas há quase duas décadas na área médica para a fabricação de dispositivos ortopédicos^{5,1}. Na área odontológica, têm apresentado uma grande variedade de aplicações clínicas, desde a confecção de

braquetes ortodônticos⁶, pinos intrarradiculares⁷ coroas unitárias, até próteses parciais fixas sobre dentes^{8,9} e pilares sobre implante¹⁰.

O crescente emprego das restaurações cerâmicas puras na odontologia restauradora está relacionada à cimentação das mesmas à estrutura dentária. A possibilidade de uma cimentação adesiva, onde se tem uma verdadeira união química e/ou física entre o agente de cimentação, a superfície dos pilares e das peças protéticas, proporciona, não apenas uma melhor adaptação marginal, reduzindo a dissipação de micro-trincas, como também aumenta a resistência estrutural e melhora a retenção da peça protética aos pilares, visto que esse processo de cimentação é fundamentalmente interessante no caso onde a retenção mecânica é precária¹¹.

Para que se tenha uma adesão dos materiais cerâmicos aos agentes de cimentação resinosos, é necessário que ocorra uma interação deles com a sílica presente em alguns tipos de cerâmicas^{11,12}. A sílica em altas concentrações nas cerâmicas feldspáticas e cerâmicas vítreas, sendo essas últimas conhecidas com cerâmicas adesivas ou cerâmicas ácido-sensíveis. Isso, porque, após o condicionamento com ácido hidrófluorídrico (HF), a fase vítrea delas é removida superficialmente, criando microrretenções e expondo a partículas de sílica. A posterior aplicação de um agente de união silano, responsável pela união química entre as partículas de sílica expostas e o cimento resinoso, finaliza o procedimento denominado de “tratamento de superfície da cerâmica”, que possibilita a adesão dela aos materiais resinosos¹².

Já as cerâmicas a base de zircônia são normalmente obtidas através do processo de sinterização de óxido metálico de zircônio sob temperatura elevada e próxima ao seu ponto de fusão, produzindo uma estrutura praticamente monolítica,

regular e livre de sílica⁵. Isso confere ao referente tipo de cerâmica grande resistência estrutural. Contudo, impede o condicionamento ácido e dificulta a ação do silano, tornando os procedimentos normais de adesão ineficientes sobre as cerâmicas a base de zircônia¹².

Na tentativa de melhorar a união entre cimento resinoso e as cerâmicas a base de zircônia, vários tratamentos de superfície alternativos têm sido sugeridos. Dentre os mais comuns, podemos citar: jateamento com partículas de óxido de alumínio^{13,14,15}, cobertura triboquímica da superfície da cerâmica^{16,17}, utilização de primers contendo monômeros acídicos fosfatados^{18,19}, cimentos resinosos modificados fosfatados^{18,20} ou mesmo a associação dos diferentes métodos¹. Entretanto, esses procedimentos ainda não apresentam resultados de união tão altos e estáveis como os apresentados pelas cerâmicas com alto teor de sílica^{17,21}.

Portanto, o objetivo da presente revisão de literatura foi relatar as diferentes técnicas de tratamento mecânicos, ou químicos de superfícies de cerâmicas, para possibilitar a adesão dos materiais resinosos às cerâmicas a base de zircônia.

Métodos de Retenção Micromecânica

A asperização da superfície é comumente utilizada como uma alternativa para gerar aumento na rugosidade de superfície e redução da tensão superficial aumentando a retenção mecânica dos cimentos odontológicos. Existem diversos métodos de asperização como, a utilização de discos abrasivos contendo SiC ou Al₂O₃ e jateamento de partículas abrasivas de Al₂O₃ abrangendo os tamanhos de 50 a 250µm^{22,23,24}.

Esses tipos de tratamento apresentam como características principais a simplicidade, baixo custo e facilidade de aplicação no ambiente odontológico.

Entretanto, mesmo gerando um aumento da área de superfície e redução da tensão superficial, estudos têm demonstrado que as técnicas mencionadas anteriormente, utilizadas isoladamente, não têm efeito significativo para o aumento da resistência em relação à união da zircônia aos cimentos resinosos tradicionais^{25,26,27,28,29}. Além disso, têm sido relatado que tais podem levar a indução de micro-trincas na própria superfície jateada. Essas micro-ranhuradas e micro-rachaduras criadas pelo jateamento, podem agir como sítios de iniciação de fraturas, reduzindo a resistência estrutural da peça protética^{30,31}.

Algumas técnicas diferentes de asperização de superfície foram propostas, afim de melhorar a capacidade de adesão da zircônia, como o condicionamento por infiltração seletiva ou *Selective Infiltration Etching* (SIE)³². O SIE utiliza um processo de maturação por indução de calor na zircônia, para permitir a infiltração de vidro fundido na superfície. O vidro é removido utilizando condicionamento com ácido hidrófluorídrico (HF), criando porosidades, que permitem um entrelaçamento micromecânico do cimento resinoso. A vantagem do SIE é que envolve apenas os grãos que foram expostos na camada de vidro fundido, admitindo um controle da área a ser condicionada. Estudos demonstram que a utilização do sistema SIE aumentou significativamente a retenção micromecânica da zircônia, resultando em um aumento da área de superfície para adesão, quando comparada ao jateamento com partículas de alumina, ou condicionamento com HF apenas^{15, 32}.

Métodos de Adesão Química

A adesão química à zircônia também tem sido analisada e estudada atualmente. Organossilanos, geralmente referenciados como “silanos” na área odontológica, são componentes que contém um ou mais átomos de silício, e exibem

uma reatividade dupla. São utilizados na dentística clínica e sua influência na união adesiva tem sido descrita na literatura científica^{29,33,34}. Uma extremidade da molécula de silano é funcionalmente orgânica (e.g., vinyl-CH₂CH₂, amino-NH₂) e pode polimerizar com uma matriz orgânica (e.g., a methacrilato). A outra extremidade é geralmente composta por grupos alcoxi (e.g., methoxy-OCH₃, ethoxy-OCH₂CH₃) que podem reagir com uma superfície hidroxilada, como nas cerâmicas com alto teor de sílica. Os silanos são comumente aproveitados para a cobertura de partículas de vidro na matriz de compósitos poliméricos, para melhorar a capacidade de adesão da porcelana, ou outra cerâmica contendo sílica aos cimentos resinosos. Esses componentes também promovem uma melhora no molhamento da superfície, o que aumenta o potencial de retenção micromecânica com os cimentos de baixa viscosidade. Entretanto, os silanos tradicionais não são realmente efetivos com as cerâmicas a base de zircônia, que, por se apresentarem quimicamente mais estável em relação às cerâmicas que contêm sílica, não são facilmente hidrolisadas^{33,35}.

Diversos estudos foram realizados^{20,33,36,37} com diferentes agentes silano, com o intuito de se obter aumento na adesão das cerâmicas aos materiais resinosos. Alguns deles, como o 3-methacryloyloxypropyl-trimethoxysilane (MPS), 3-acryloyloxypropyl-trimethoxysilane (ACPS), e 3-isocyanatopropyl-triethoxysilane (ICS), têm sido indicados para aumento da capacidade adesiva da ZrO₂ aos cimentos resinosos. Contudo, a utilização exclusivamente da aplicação de silano sobre a superfície da zircônia tem resultado em baixa resistência de união, apresentando valores significativamente menores quando comparada a outros métodos, qual o pré-tratamento com SIE e cobertura triboquímica³⁸. Além disso, tem sido observado um decréscimo da resistência de união da zircônia tratada exclusivamente com agentes

silanos após longos períodos de armazenagem. Essa redução demonstra que o uso dos silanos ainda não produz uma união estável na superfície das cerâmicas a base de zircônia^{33,38}.

Também foi proposto o uso de agentes de união específicos, chamados primers de metal ou primers de zircônia, para melhorar a adesão às zircônias. Monômeros acídicos fosfatados (ex.: 10-methacryloxydecyl dihydrogen phosphate, MDP) têm sido explorados para melhorar a adesão em relação à zircônia, já que os grupos funcionais ésteres fosfatados se combinariam diretamente com óxidos metálicos^{14,22,25,31,35}. Os primers de metal/zircônia são de fácil aplicação e não necessitam de procedimentos complexos ou de alto custo²³. Apresentam-se, assim, como os silanos, armazenados em frascos e na forma líquida. Esses agentes de união agiriam da mesma maneira que os silanos tradicionais na adesão da ZrO_2 com grupos hidroxila, aumentando a força de união aos cimentos resinosos. A natureza ácida aumenta a produção de polivinilsiloxano pelos agentes de união silano, resultando em aumento da retenção do cimento resinoso¹⁴. Assim como os silanos tradicionais, sua utilização tem sido associada a outros tratamentos como, ao jateamento com Al_2O_3 para obtenção de melhores resultados de adesão^{13,14,31}. Apesar disso, tem-se relatado um decréscimo significativo na força de união após termociclagem, pondo em dúvida a estabilidade hidrolítica desses compostos em longo prazo^{35,36}.

Métodos de Cobertura de Sílica (Silicatização)

Devido à ausência de sílica nas cerâmicas a base de zircônia, técnicas de cobertura da superfície cerâmica com esse material, associada posteriormente à silanização da mesma superfície, têm sido indicadas para proporcionar adesão

química eficiente à zircônia. A aplicação de uma cobertura triboquímica de sílica é uma prática simples para cobrir metais nobres, cerâmicas a base de alumina e de zircônia^{25,39,40,41,42}. Sistemas como o Cojet e o Rocatec (3M ESPE, Seefeld, Germany) são os exemplos comerciais mais conhecidos para essa finalidade⁴³.

A técnica de cobertura triboquímica consiste no jateamento da superfície da estrutura protética com partículas de alumina cobertas com sílica. As partículas de alumina, ao colidirem com a superfície da prótese, incrustam sobre a mesma camada de sílica, formando, assim, uma fina película sobre a zircônia⁴⁴. Isso torna a superfície da zircônia propícia à silanização, como também aumenta a retenção micromecânica superficial. Pesquisas têm demonstrado que a aplicação dessa camada de sílica e posterior silanização, aumenta significativamente a resistência de união entre o substrato tratado e o cimento resinoso^{25,40,41,42}. Entretanto, também se observa uma perda dessa adesão ao longo do tempo quando cimentos resinosos tradicionais são usados. Essa diminuição da resistência de união foi associada à pequena concentração de sílica depositada na superfície da cerâmica em decorrência da dificuldade de ação das partículas abrasivas sobre a superfície da zircônia, que é extremamente dura^{17,45}.

Segundo alguns autores⁴⁶, a superfície criada pela cobertura triboquímica deve ser tratada com cautela e a utilização de ultrassom como método de limpeza prévio à silanização pode diminuir a resistência de união. Isso demonstra que a cobertura de sílica depositada com o jateamento pode ser removida ou alterada com a limpeza ultrassônica. Embora, alguns pesquisadores demonstrem não haver tanta influência do mecanismo de limpeza na durabilidade dessa camada⁴⁷.

O aumento da pressão utilizada durante a aplicação da cobertura triboquímica também pode ter influência direta na resistência de união devido à maior quantidade

de sílica depositada. O aumento da pressão de ar, que aumenta a energia cinética das partículas, causa também um aumento na rugosidade de superfície e no número de partículas que entrarão em contato com a mesma⁴⁸. Contudo, existem questionamentos sobre o possível dano micro-estrutural que um aumento da pressão poderia causar.

Outra forma de cobertura da superfície com sílica utiliza a técnica do spray de plasma para depositar uma cobertura siloxana sobre a zircônia⁴⁹. É aproveitado um gerador de força de alta frequência, com o objetivo de depositar hexametildisiloxano (HMDS) sobre a superfície da zircônia. Quando polimerizada, HMDS atua como um silano, resultando em uma adesão da ZrO_2 ao cimento resinoso. A aplicação do plasma produz uma força de adesão significativamente maior que a ZrO_2 não tratada, ou apenas silanizada. O processo de jateamento e asperização da superfície associadas a esse método podem atuar positivamente, aumentando a retenção mecânica e a força adesão alcançada com a cobertura de plasma.

Uso de Cimentos Modificados

Os cimentos resinosos são o material padrão para cimentação de cerâmicas às estruturas dentárias⁵⁰. Eles têm composição e características similares aos compósitos restauradores convencionais, constituindo-se de partículas inorgânicas envolvidas por uma matriz orgânica. (e.g., Bis-GMA, TEGDMA, UDMA). A retenção e o selamento da margem de uma restauração cerâmica à estrutura dental são dependentes da habilidade do agente de cimentação em se unir à superfície da cerâmica⁵⁰. A composição pobre em sílica da zircônia torna difícil sua adesão às estruturas dentárias utilizando o cimento resinoso tradicional. Portanto, o uso de cimentos resinosos modificados, contendo monômeros fosfatados, têm sido

propostos para a formação de uma união durável à zircônia²³.

Diversos estudos^{14,17,25,45} comparam a resistência de união em longo prazo dos cimentos resinosos contendo monômeros fosfatados com diferentes técnicas de tratamento de superfície como, jateamento com Al_2O_3 associado a variados sistemas de união, cimentos resinosos comportando monômeros fosfatados de polimerização dual, cimentos resinosos tradicionais acomodando apenas BisGMA associado a silanização, cimentos a base de BisGMA após cobertura triboquímica de sílica e silanização, além de cimentos resinosos de polimerização química modificados contendo poliácidos. Dentre esses métodos testados, os cimentos resinosos contendo monômeros fosfatados (MDP) apresentam melhores resultados quanto à resistência de união as cerâmicas a base de zircônia. Portanto, os cimentos resinosos modificados detentores de ésteres fosfatados (MDP) foram recomendados por uma série de autores para cimentação adesiva da zircônia^{1,14,17}. Entretanto, outros autores^{26,51,52} propõem a utilização de cimento resinoso autopolimerizável contendo META/TBB/PMMA, como monômero ácido (ex. Superbond C & B, Sun Medical, Moriyama City, Japan) relatando que os mesmos são capazes de fornecer melhores resultados de união à zircônia do que os cimentos resinosos fosfatados (ex. Panavia F, Kuraray Medical Inc., Kurashiki, Japan]). Essa afirmação é decorrente de que o grupo anídrido do 4-META é capaz de estabelecer uma união química tanto com a cobertura triboquímica quanto com a superfície da zircônia. Contudo, não há evidência sólida de que tal união química é significativamente maior que a união do MDP com a zircônia, sendo que, diversos fatores, como a espessura da linha de cimentação, a composição da cerâmica, o cimento utilizado e a maneira como a qual a cerâmica foi cimentada à estrutura dental, podem afetar a força de união das cerâmicas a base de zircônia¹.

Ao longo dos anos, pesquisadores têm concentrado seus estudos no aumento na resistência de união dos cimentos contendo MDP^{31,47,53,54,55,56}. Os bons resultados de união desses agentes de cimentação em comparação aos demais tipos de cimento têm fomentado os referidos esforços científicos. Além disso, os cimentos contendo MDP apresentaram uma melhor estabilidade hidrolítica com uma menor diminuição da resistência de união ao longo do tempo em relação aos cimentos resinosos tradicionais. Entretanto, alguns estudos evidenciaram alguma redução nos valores de resistência de união desses cimentos após testes de ciclagem térmica e estocagem em água^{57,58}.

Atualmente, cimentos denominados autoadesivos, possuindo em sua matriz resinosa metacrilato ácido multifuncional, como RelyX Unicem, RelyX U200 (3M ESPE, Seefeld, Germany) e Multilink Automix (Ivoclar Vivadent, Amherst, NY, USA), exibiram resultados laboratoriais comparáveis em termos de resistência de união aos cimentos contendo MDP^{12,17}. Esses cimentos apresentam uma técnica de utilização bem simplificada, já que não necessitam da utilização de sistemas adesivos adicionais⁵⁹. Além disso, os mesmos apresentam pouca influência nos valores de resistência de união à zircônia independente do tipo de tratamentos de superfície ao qual podem ser associados^{12,23}. Entretanto, alguns pesquisadores ainda relatam valores menores de união desses cimentos em relação aos resinosos modificados^{59,18,24} e indicam os cimentos resinosos modificados (contendo MDP) associados a silicatização como melhor opção para cimentação adesiva da zircônia.

Devido à dificuldade de se obter adesão sobre a superfície da zircônia com um único tipo de tratamento de superfície, os diferentes tipos de tratamentos de superfície têm sido associados, sendo que determinadas combinações proporcionaram melhora significativa na adesão dos materiais resinosos a

zircônia^{13,19,45,56}. A ação de um agente silano que possui MDP, primers específicos para metal/zircônia, em conjunto com cimentos modificados (contendo MDP) foram indicados no aumento da adesão. Não só isso, o acréscimo do jateamento com partículas abrasivas e/ou cobertura triboquímica, seguida da aplicação de primers contendo MDP, influenciam positivamente a força de união^{16,18,19,29,41}.

Conclusão

De acordo com os dados encontrados na literatura, foi possível concluir que, ainda não há um consenso sobre o melhor tratamento de superfície para formação de uma camada efetiva de união sobre a zircônia. Contudo, a silicatização, seguida da aplicação de silano e primers contendo MDP, associada a utilização de cimentos resinosos fosfatados e cimentos resinosos autoadesivos, foram as técnicas que apresentaram resultados mais promissores quanto à resistência de união dos cimentos resinosos às cerâmicas a base de zircônia.

REFERÊNCIAS

1. Thompson JY, Brian R. Stoner BR, Piascik JR, Smith R. Adhesion /cementation to zirconia and other non-silicate ceramics: Where are we now? *Dental Materials* 2011;27:71–82.
2. Ozkurt Z, Kazazoglu, E. Clinical Success of Zirconia in Dental Applications. *Journal of Prosthodontics* 2010;19:64–68.
3. Goff JP, Hayes W, Hull S, Hutchings MT, Clausen KN. Defect structure of yttria-stabilized zirconia and its influence on the ionic conductivity at elevated temperatures. *Phys Rev B* 1999;59:14202–19.
4. Ferraris M, Verné E, Appendino P, Moisesescu C, Krajewski A, Ravaglioli A, Piancastelli A. Coatings on zirconia for medical applications. *Biomaterials*. 2000;21(8):765-73.

5. Piconi C, Maccauro G. Review Zirconia as a ceramic biomaterial. *Biomaterials* 1999;20:1-25.
6. Keith O, Kusy RP, Whitley JQ. Zirconia brackets: an evaluation of morphology and coefficients of friction. *Am J Orthod Dentofacial Orthop* 1991;106:605–11.
7. Koutayas SO, Kern M. All-ceramic posts and cores: the state of the art. *Quintessence Int* 1999;30:383–92.
8. Tinschert J, Natt G, Mautsch W, Augthun M, Spiekermann H. Fracture resistance of lithium disilicate-, alumina-, and zirconia-based three-unit fixed partial dentures: a laboratory study. *Int J Prosthodont* 2001;14:231–8.
9. Potiket N, Chiche G, Finger IM. In vitro fracture strength of teeth restored with different all-ceramic crown systems. *J Prosthet Dent* 2004;92:491–5.
10. Yildirim M, Edelhoff D, Hanisch O, Spiekermann H. Ceramic abutments—a new era in achieving optimal esthetics in implant dentistry. *Int J Periodontics Restorative Dent* 2000;20:81–91.
11. Edelhoff D, Özcan M. To what extent does the longevity of fixed dental prostheses depend on the function of cement? *Clin Oral Implants Res* 2007;18(Suppl 3):193-204.
12. Sabatini C, Patel M, D'Silva E. In Vitro Shear Bond Strength of Three Self-adhesive Resin Cements and a Resin-Modified Glass Ionomer Cement to Various Prosthodontic Substrates. *Oper Dent* 2012 Aug 22.
13. Cavalcanti AN, Foxton RM, Watson TF, Oliveira MT, Giannini M, Marchi GM. Bond strength of resin cements to a zirconia ceramic with different surface treatments. *Oper Dent*. 2009;34(3):280-7.
14. Yang B, Barloi A, Kern M. Influence of air-abrasion on zirconia ceramic bonding using an adhesive composite resin. *Dent Mater*. 2010;26(1):44-50.
15. Casucci A, Monticelli F, Goracci C, Mazzitelli C, Cantoro A, Papacchini F, Ferrari M. Effect of surface pre-treatments on the zirconia ceramic-resin cement microtensile bond strength. *Dent Mater*. 2011;27(10):1024-30.
16. Tanaka R, Fujishima A, Shibata Y, Manabe A, Miyazaki T. Cooperation of phosphate monomer and silica modification on zirconia. *J Dent Res* 2008;87:666–70.
17. de Castro HL, Corazza PH, Paes-Júnior Tde A, Della Bona A. Influence of Y-TZP ceramic treatment and different resin cements on bond strength to dentin. *Dent Mater*. 2012;28(11):1191-7.
18. Kitayama S, Nikaido T, Takahashi R, Zhu L, Ikeda M, Foxton RM, Sadr A, Tagami J. Effect of primer treatment on bonding of resin cements to zirconia ceramic. *Dent Mater*. 2010;26(5):426-32.

19. Dias de Souza GM, Thompson VP, Braga RR. Effect of metal primers on microtensile bond strength between zirconia and resin cements. *J Prosthet Dent*. 2011;105(5):296-303.
20. Matilina JP, Lassila LV. Enhanced resin-composite bonding to zirconia framework after pretreatment with selected silane monomers. *Dent Mater*. 2011;27(3):273-80.
21. Piascik JR, Swift EJ, Thompson JY, Grego S, Stoner BR. Surface modification for enhanced silanation of zirconia ceramics. *Dent Mater*. 2009 Sep;25(9):1116-21.
22. Wegner SM, Kern M. Long-term resin bond strength to zirconia ceramic. *J Adhes Dent* 2000;2:139-147.
23. Ozcan M, Nijhuis H, Valandro LF. Effect of various surface conditioning methods on the adhesion of dual-cure resin cement with MDP functional monomer to zirconia after thermal aging. *Dent Mater J*. 2008;27(1):99-104.
24. Gomes AL, Castillo-Oyagüe R, Lynch CD, Montero J, Albaladejo A. Influence of sandblasting granulometry and resin cement composition on microtensile bond strength to zirconia ceramic for dental prosthetic frameworks. *J Dent* 2013;41(1):31-41.
25. Kern M, Wegner SM. Bonding to zirconia ceramic: adhesion methods and their durability. *Dent Mater* 1998;14(1):64–71.
26. Derand P, Derand T. Bond strength of luting cements to zirconium oxide ceramics. *Int J Prosthodont* 2000;13(2):131–5.
27. Wegner SM, Gerdes W, Kern M. Effect of different artificial aging conditions on ceramic-composite bond strength. *Int J Prosthodont* 2002;15(3):267–72.
28. Piwowarczyk A, Lauer HC, Sorensen JA. The shear bond strength between luting cements and zirconia ceramics after two pre-treatments. *Oper Dent* 2005;30(3):382–8.
29. Blatz MB, Chiche G, Holst S, Sadan A. Influence of surface treatment and simulated aging on bond strengths of luting agents to zirconia. *Quintessence Int* 2007;38(9):745–53.
30. Kosmac T, Oblak C, Jevnikar P, Funduk N, Marion L. The effect of surface grinding and sandblasting on flexural strength and reliability of y-tz zirconia ceramic. *Dent Mater* 1999;15(6):426–33.
31. Yun JY, Ha SR, Lee JB, Kim SH. Effect of sandblasting and various metal primers on the shear bond strength of resin cement to Y-TZP ceramic. *Dent Mater*. 2010;26(7):650-8.

32. Aboushelib MN, Kleverlaan CJ, Feilzer AJ. Selective infiltration-etching technique for a strong and durable bond of resin cements to zirconia-based materials. *J Prost Dent* 2007;98(5):379–88.
33. Matilina JP, Lassila LVJ, Vallittu PK. The effect of a novel silane blend system on resin bond strength to silica-coated ti substrate. *J Dent Res* 2006;34(7):436–43.
34. Matilina JP, Lassila LVJ, Vallittu PK. Pilot evaluation of resin composite cement adhesion to zirconia using a novel silane system. *Acta Odontol Scand* 2007;65(1):44–51.
35. Yoshida K, Tsuo Y, Atsuta M. Bonding of dual-cured resin cement to zirconia ceramic using phosphate acid ester monomer and zirconate coupler. *J Biomed Mat Res B Appl Biomater* 2006;77(1):28–33.
36. Mohsen NM, Craig RG. Hydrolytic stability of silanated zirconia silica-urethane dimethacrylate composites. *J Oral Rehabil* 1995;22(3):213-220.
37. Aboushelib MN, Kleverlaan CJ, Feilzer AJ. Microtensile bond strength of different components of core veneered all-ceramic restorations. Part 3: double veneer technique. *J Prosthodont* 2008;17(1):9–13.
38. Aboushelib MN, Mirmohamadi H, Matilina JP, Kukk E, Ounsi HF, Salameh Z. Innovations in bonding to zirconia-based materials. Part ii: focusing on chemical interactions. *Dent Mater* 2009;25(8):989–93.
39. Bottino MA, Valandro LF, Scotti R, Buso L. Effect of surface treatments on the resin bond to zirconium-based ceramic. *Int J Prosthodont* 2005;18(1):60–5.
40. Xible AA, de Jesus Tavares R, de Araujo CRP, Bonachela WC. Effect of silica coating and silanization on flexural and composite-resin bond strengths of zirconia posts: in vitro study. *J Prosthet Dent* 2006;95(3):224–9.
41. Atsu SS, Lilicarlan MA, Kucukesmen HC, Aka PS. Effect of zirconium-oxide ceramic surface treatments on the bond strength to adhesive resin. *J Prosthet Dent* 2006(6);95:430–6.
42. Akgungor G, Sen D, Aydin M. Influence of different surface treatments on the short-term bond strength and durability between a zirconia post and a composite resin core material. *J Prost Dent* 2008;99(5):388–99.
43. Mair L, Padipatvuthikul P. Variables related to materials and preparing for bond strength testing irrespective of the test protocol. *Dent Mater*. 2010;26(2):e17-23.
44. Hansson O, Moberg LE. Evaluation of three silicoating methods for resin bonded prosthesis. *Scand J Dent Res* 1993;101(4):243–51.

45. Attia, A. Bond strength of three luting agents to zirconia ceramic - influence of surface treatment and thermocycling. *J Appl Oral Sci* 2011;19(4):388-95.
46. Nishigawa G, Maruo Y, Irie M, Oka M, Yoshihara K, Minagi S, et al. Ultrasonic cleaning of silica-coated zirconia influences bond strength between zirconia and resin luting material. *Dent Mater* 2008;27(6):842-8.
47. Attia A, Lehmann F, Kern M. Influence of surface conditioning and cleaning methods on resin bonding to zirconia ceramic. *Dent Mater* 2011;27(3):207-13.
48. Heikkinen TT, Lassila LV, Matinlinna JP, Vallittu PK. Effect of operating air pressure on tribochemical silica-coating. *Acta Odontol Scand* 2007;65(4):241-8.
49. Derand T, Molin M, Kvam K. Bond strength of composite luting cement to zirconia ceramic surfaces. *Dent Mater* 2005;21(12):1158-62.
50. Kramer N, Lohbauer U, Frankenberger R. Adhesive luting of indirect restorations. *Am J Dent* 2000;13(Spec No):60D-76D.
51. Ernst CP, Cohnen U, Stender E, Willershausen B. In vitro retentive strength of zirconium oxide ceramic crowns using different luting agents. *J Prosthet Dent* 2005;93(6):551-8.
52. Lee HJ, Ryu JJ, Shin SW, Suh KW. Effect of surface treatment methods on the shear bond strength of resin cement to zirconia ceramic. *J Korean Acad Prosthodont* 2007;45(1):743-52.
53. Sahafi A, Peutzfeldt A, Asmussen E, Gotfredsen K. Bond strength of resin cement to dentin and to surface-treated posts of titanium alloy, glass fiber, and zirconia. *J Adhes Dent* 2003;5(2):153-62.
54. Blatz MB, Chiche G, Holst S, Sadan A. Influence of surface treatment and simulated aging on bond strengths of luting agents to zirconia. *Quintessence Int* 2007;38(9):745-53.
55. Wolfart M, Lehmann F, Wolfart S, Kern M. Durability of the resin bond strength to zirconia ceramic after using different surface conditioning methods. *Dent Mater* 2007;23(1):45-50.
56. Qeblawi DM, Muñoz CA, Brewer JD, Monaco EA Jr. The effect of zirconia surface treatment on flexural strength and shear bond strength to a resin cement. *J Prosthet Dent*. 2010;103(4):210-20.
57. Musto P, Ragosta G, Scarinza G, Mascia L. Probing the molecular interactions in the diffusion of water through epoxy and epoxy-bismaleimide networks. *J Polym Sci Part B: Polym Phys* 2002;40(1):922-38.
58. Oyagüe RC, Monticelli F, Toledano M, Osorio E, Ferrari M, Osorio R. Effect of water aging on microtensile bond strength of dual-cured resin cements to pre-treated sintered zirconium-oxide ceramics. *Dent Mater*. 2009 Mar;25(3):392-9.

59. Goracci C, Cury AH, Cantoro A, Papacchini F, Tay FR, Ferrari M. Microtensile bond strength and interfacial properties of self-etching and self-adhesive resin cements used to lute composite onlays under different seating forces. *J Adhes Dent.* 2006;8(5):327-35.

2.2 CAPÍTULO 2

Original Research, Dental Prosthesis

Influence of different surfaces treatments and types of cements on bond strength of zirconia base ceramics.

Marcelo Massaroni Peçanha, Msc*

Ana Christina Claro Neves, PhD;*

Cristiane Aparecida de Assis Claro, PhD;*

Fausto Frizzera, Msc**

Laís Regiane Silva-Concílio, PhD*

*Department of Prosthesis, College of Dentistry, University of Taubaté, Taubaté, São Paulo, Brazil.

**Department of Diagnosis and Surgery, São Paulo State University – Unesp, Araraquara, São Paulo, Brazil.

Phone number: +55 16 81284075 / email: faustofrizzera@yahoo.com.br

Corresponding Author:

Laís Regiane da Silva Concílio

Rua Expedicionário Ernesto Pereira, 110. Centro, Taubaté SP/Brazil

Zip code: 12020 270

Phone number: +55 12 36254149

E-mail: regiane1@yahoo.com

ABSTRACT

The objective of this study was to evaluate the influence of different treatments on the surface roughness of a zirconia substrate and bonding to resin-based luting agents. Fifty blocks of yttria-stabilized zirconia were produced. These blocks were divided into five groups according to the surface treatment as follows: no treatment, airborne particle abrasion with aluminum oxide, airborne particle abrasion + MDP primer, airborne particle abrasion + silica coating, and airborne particle + silica coating + MDP primer. The surface roughness test was then used to evaluate the zirconia substrate. The groups were subdivided into two groups based on the cement used, either phosphate resin cement (Panavia F 2.0 Kuraray Medical, Inc., Osaka, Japan) or self-adhesive resin cement (RelyX U200, 3M ESPE Dental Products, St. Paul, MN, USA). The resin cements were placed into plastic tubes and set on the ceramic block surfaces (n=25 per group), and a micro-shear bond strength test was performed. The data were subjected to statistical analyses. All surface treatments increased the roughness values. For the phosphate resin cement group, the silica-coated groups exhibited the highest bond strength values. For the self-adhesive groups, the surface treatment did not cause significant differences within the test groups. In conclusion, the silica coating provided better results and was considered an essential surface treatment when using resin phosphate cement. For the self-adhesive resin cement, the surface treatment increased its complexity and may not be necessary because it had little influence on the bond strength.

Key words: Cementation; Ceramic; Zirconia

INTRODUCTION

Optical and mechanical properties of ceramic materials permit the reestablishment of both function and aesthetics in dental prostheses. Metal infrastructures are being progressively replaced by ceramic because ceramic has several advantages and can be used in various clinical situations^{1,2}.

Ceramics with high silica content conditioned with fluoridric acid and silane adhere to resin materials. This characteristic has functional and aesthetics advantages because it improves the marginal fit, increases retention, and avoids micro cracks and fractures. Zirconia is a ceramic with low silica content that bonds poorly to resin materials; therefore, it does not demonstrate these advantages, and alternative methods to improve its proper cementation are necessary³.

Several methods have been proposed to achieve adequate adhesion between zirconia and resin materials⁴. Aluminum oxide particles are blasted onto the ceramic surface to create micro porosities and increase surface energy and retention^{5,6,7,4}. The combined application of primers containing phosphate monomers, such as 10-methacryloyloxydecyl dihydrogen phosphate (MDP) has been suggested to improve adhesion. Silica particles may also be blasted onto the infrastructure surface to modify the surface and increase the chemical reaction between the bonding agents and resin. However, there is no consensus in the literature as to which surface treatment promotes effective adhesion when low silica content ceramics are utilized⁹.

To improve the cementation of zirconia materials, conventional and self-adhesive resin cement containing MDP has been suggested^{10,11,12} as a solution for the adhesion issue because they contain acidic phosphate monomers that bond to metal oxides. However, the results obtained from other studies are controversial regarding their adhesion to zirconia surfaces^{13,14,15,16}.

The objective of this study was to evaluate the influence of different treatments, including aluminum oxide particle abrasion, silica/silane coating, and primer/luting agents containing MDP, on the surface roughness of a zirconia substrate and bonding to a resin-based luting agent containing either MDP or a self-adhesive resin cement that contains a phosphate monomer other than MDP. The null hypothesis was that either the surface treatment or type of cement would not improve the bond strength to the zirconia surface.

MATERIALS AND METHODS

Fifty blocks of pre-sintered zirconium-oxide ceramic (LAVA; 3M ESPE Dental Products, St. Paul, MN, USA) were produced with dimensions 6 x 8 x 3 mm using an electrical high precision saw (IsoMet 1000 Precision Saw; Buehler Ltd, Lake Bluff, IL, USA) with a diamond wafering blade (4-inch wafering blade, High Concentration, M412H; MetLab Corp, Niagara Falls, NY, USA). After the ceramics were sintered, all specimens were embedded in epoxy resin (Valglass, São José dos Campos, SP, Brazil) with one side of the block exposed for cement bonding. The zirconium/epoxy resin specimens were ground with 100-, 300-, 600- and finished with a 1200-grit silicone carbide abrasive under water cooling (Aropol, Arotec Ind e Com, São Paulo, Brazil), and then they were ultrasonically cleaned in distilled water for 5 minutes.

The samples were randomly distributed into 10 groups with 5 blocks each depending on the surface treatment as follows: no treatment, airborne particle abrasion with aluminum oxide, airborne particle abrasion with aluminum oxide + MDP primer, airborne particle abrasion with aluminum oxide + silica/silane coating, and airborne particle abrasion with aluminum oxide + silica/silane coating + MDP primer. The cement utilized was either the phosphate or self-adhesive resin cement. Table 1

shows the brand names, compositions, and manufacturers of the silane coupling agents, metal primers, and resin cements used in this study.

The experimental groups are based on the surface treatments and cementation agent. (Table 2)

Table 1 – Materials, brand names, compositions and manufacturers of the products.

MATERIAL	BRAND	DESCRIPTION	MANUFACTURER
Ceramics	Lava	Zirconium oxide ceramic [Y ₂ O ₃ , 4.95-5.26, Al ₂ O ₃ , 0.15-0.35, SiO ₂ , Max 0.02, Fe ₂ O ₃ max. 0.01, Na ₂ O ₃ Max.0.04]	3M ESPE Dental Products, St. Paul, MN, USA
Self-adhesive resin cement	RelyX U200	Base: silane treated glass powder, esters, dimethacrylate and phosphorus oxide, triethylene glycol dimethacrylate, silane treated silica, sodium persulfate Catalyst: silane treated glass powder, substituted dimethacrylate, silane treated silica, sodium p-toluenesulfinate and calcium hydroxide	3M ESPE Dental Products, St. Paul, MN, USA
Silane	RelyX Ceramic Primer	Ethyl alcohol, water, 3-Methacryloxypropyltrimethoxysilane	3M ESPE Dental Products, St. Paul, MN, USA
Phosphate resin cement	Panavia F 2.0	Base: 10-MDP, 5-NMSA, silica, dimethacrylates, Catalyst: barium glass, sodium fluoride, dimethacrylates, BPO.	Kuraray Medical, Inc., Osaka, Japan
MDP Primer	Alloy primer	10-MDP, VBATDT, acetone.	Kuraray Medical Co., Osaka, Japan
Aluminum and Silica Oxide particles	CoJet	50 µm Al ₂ O ₃ particles for airborne-particle abrasion, 30 µm SiO ₂	Alumina particles Pluradent, Offenbach, Germany CoJet – Sand, 3M ESPE

Table 2: Experimental groups, surface treatment methods and types of cement.

GROUPS (n=5)	TREATMENT	CEMENT
C	No treatment – Control	Phosphate resin cement
AB	Airborne particle abrasion (Al ₂ O ₃)	
P	Airborne particle abrasion (Al ₂ O ₃) + MDP Primer	
SS	Airborne particle abrasion (Al ₂ O ₃) + Silica / Silane coating	
SP	Airborne particle abrasion (Al ₂ O ₃) + Silica / Silane coating + MDP primer	
C	No treatment – Control	Self-adhesive resin cement
AB	Airborne particle abrasion (Al ₂ O ₃)	
P	Airborne particle abrasion (Al ₂ O ₃) + MDP Primer	
SS	Airborne particle abrasion (Al ₂ O ₃) + Silica / Silane coating	
SP	Airborne particle abrasion (Al ₂ O ₃) + Silica / Silane coating + MDP primer	

Surface treatment

The following surface conditioning methods were utilized for each experimental group (Table 2):

Control group (C) - No treatment was performed. The samples were cleaned with water and air-dried.

Airborne particle abrasion group (AB) – A laboratory airborne particle abrasion device with 50 µm aluminum oxide (Al₂O₃) particles (Aluminum oxide 50 Microns, Bio-Art Equip. Odont. Ltda, São Carlos, SP, Brazil) was used. The samples were held perpendicular to the surface at a distance of 10 mm for 15 seconds/cm² at a pressure of 0,28 MPa. The substrate surface was cleaned in distilled water for 3 min in an ultrasonic bath and air-dried for five seconds.

Primer group (P) – A laboratory airborne particle abrasion device was used following the protocol described above, and the MDP primer (Alloy primer, Kuraray Medical Co., Osaka, Japan) was applied to the ceramic surface and dried for 5 min¹.

Silica coating group (SS) – A laboratory airborne particle abrasion device was used following the protocol described above, and silica-coated specimens were prepared using a tribochemical modification system with 30 µm silica abrasive particles (CoJet, 3M ESPE, Dental Products, St. Paul, MN, EUA) with a pressure of 0,28 MPa for 15 s. The samples were placed perpendicular 10 mm from the ceramic surface³². A silane-coupling agent (RelyX Ceramic Primer, 3M ESPE Dental Products, St. Paul, MN, EUA) was applied to the silica-coated samples and dried for 5 min.

Silica coating and primer group (SP) – The same protocol as the silica coating group was used, and MDP primer (Alloy primer, Kuraray Medical Co., Osaka, Japan) was also applied to the ceramic surface and dried for 5 min.

The groups subjected to each surface treatment were subdivided according to the cement used, either a phosphate resin cement (Panavia F 2.0 Kuraray Medical, Inc., Osaka, Japan) or a self-adhesive resin cement (RelyX U200, 3M ESPE Dental Products, St. Paul, MN, USA)

Superficial Roughness test

The surface roughness of the samples was quantitatively analyzed using a portable roughness tester (Mitutoyosurf test SJ-401, Mitutoyo Corporation, Japan) with an accuracy reading of 0.01 mm, a reading length of 2.5 mm, an active tip speed of 0.5 mm/s and a radius of 5 µm. The test was performed three times for each sample. The Ra parameter (mean roughness) was used, and the means were calculated.

Microshear bond test

The samples for the micro-shear bond test were created following the methods of McDonough et al.¹⁷ and Shimada et al.¹⁸. Five translucent plastic tubes (diameter 0.7 mm, height 1 mm) (Tygon tubing, TYG-030, Saint-Gobain Performance Plastic, Maime Lakes, FL, USA) were positioned in the ceramic surface after proper surface conditioning and filled with either the phosphate or self-adhesive resin cement (Panavia F 2.0 or Rely X U200). Each sample received five cement stubs; therefore, each group had 25 cemented stubs. The cements were prepared according to the manufacturer's instructions. The tubes were filled with an n° 5 clinical probe (SSWhite-Duflex, Rio de Janeiro, RJ, Brasil). The cement filled tubes were light-polymerized with the Demi Plus device (Kerr Sybron Dental Specialties, Orange, CA, USA) for 40 seconds (LED light curing system, 450 to 470 nm). The samples were then maintained in a temperature (37°C) and humidity (100%) controlled environment for 24 hours⁴.

The shear bond strength was tested using a universal testing machine (DL2.000, EMIC Equip. e Sistemas de Ensaio LTDA. São José dos Pinhais, PR, Brazil) at a crosshead speed of 0.5 mm/min until failure occurred, and the bond strength values were recorded in megapascals.

After debonding, the failure type was assessed and classified according to the failure origin using an optical microscope at a magnification of 80X. Failure occurring across the zirconia–cement interface that exposed the zirconia surface and had no cement remaining was assessed as adhesive failure (A). Mixed failure (B) was defined as failure with partial cement remaining on the surface, and cohesive failure (C) occurred when the remaining cement covered the zirconia surface.

The data obtained from the roughness surface test and microshear bond strength test were subjected to statistical analysis. The Kolmogorov–Smirnov test was applied to verify the normality of the data. For intergroup analyses, the ANOVA and Tukey tests were used for parametric data, and Kruskal-Wallis and Dunn tests were used for the nonparametric data obtained from the shear bond strength test. The distributions of the pattern failures were compared among the groups using the chi-square test. The statistical analyses were performed using SPSS 15.0 (SPSS, Inc, Chicago, IL, USA), and the level of significance was $p \leq 0.05$.

RESULTS

For surface roughness, all treatments increased the surface roughness values. The C group presented the lowest roughness mean values in comparison to other groups. Group SP and SS showed the highest change in roughness (Table 3).

Table 3 – Mean of surface roughness values (Ra) and standard deviations (SD).

Groups					ANOVA	
C	AB	P	SP	SS	F	P
0.10 (0.02)C	0.40 (0.06)B	0.43 (0.04)B	0.48 (0.04)A	0.46 (0.02)A	76.62	0.000

Same letters indicate no significant differences according to the ANOVA ($p > 0.05$).

For the phosphate resin cement groups, the statistical analyses showed that groups SS and SP had the highest bond strength values. The airborne particle abrasion (AB) and the application of an acidic primer (P) showed better results than the control group (C), which had the lowest values (Table 4).

Table 4 – Means (MPa) and standard deviations of micro-shear bond strength values of the different surface treatments within the phosphate resin cement group.

Phosphate Resin Cement Groups					ANOVA
C	AB	P	SP	SS	P
20.02 (5.31) C	26.68 (5.65) B	25.13 (3.89) B	29.15 (5.78) A	30.52 (6.07) A	0.000

The same letters indicate no significant differences according to the ANOVA ($p > 0.05$).

For the self-adhesive groups, the surface treatment did cause significant differences within the test groups. The SS group had the highest values that were statistically significant compared to group C (Table 5).

Table 5 – Median (MPa) microshear bond strength values of the different surface treatments within the self-adhesive resin cement group.

Self-adhesive Resin Cement Groups					Kruskal-Wallis
C	AB	P	SP	SS	P
26.31B	26.92AB	27.21AB	26.65AB	30.07A	<0.001

The same letters indicate no significant differences according to the Kruskal-Wallis test ($p > 0.05$).

The microshear bond strength comparison between the groups cemented with either phosphate or self-adhesive resin cement showed a significant difference for the control group only (table 6).

Table 6 – Comparison of the microshear bond strength values (MPa) among the groups cemented with adhesive or self-adhesive resin cement.

Surface treatment	Phosphate	Self Adhesive	p-value
Control (C)	20.02(5.31)B	26.05(5.81)A	0.000
Airborne particle abrasion (AB)	26.68(5.65)A	27,02(4.10)A	0.821
Primer (P)	25.13(3.89)A	27.39(4.71)A	0.073
Silica coating and primer (SP)	29.15(5.78)A	27.47 (4.36)A	0.763
Silica coating (SS)	30.52(6.07)A	30.13(4.86)A	0.200

The same letters in the same row indicate no significant differences according to the Mann-Whitney and t independent tests ($p>0.05$).

The failure types of the debonded samples cemented with either phosphate or self-adhesive resin cement are described in tables 7 and 8. No specimens showed spontaneous debonding. For both cements, there were a higher percentage of mixed failures. In the phosphate groups, the highest number of mixed failures occurred, followed by the cohesive and adhesive failure types; however, the PC groups showed more adhesive failure than cohesive failure (Table 7). In the self-adhesive groups, the highest number of mixed failures occurred, followed by the adhesive and cohesive failure types (Table 8).

Table 7 – Percentage of failure types (adhesive, mixed and cohesive) in the groups cemented with phosphate resin cement.

Phosphate resin cement Surface treatment	Adhesive	Mixed	Cohesive	Total
C	28	68	4	100
AB	0	88	12	100
P	0	56	44	100
SP	0	64	36	100
SS	0	68	32	100

Table 8 – Percentage of failure types (adhesive, mixed and cohesive) in groups cemented with self-adhesive resin cement.

Self adhesive resin cement Surface treatment	Adhesive	Mixed	Cohesive	Total
C	22	78	0	100
AB	44	56	0	100
P	32	64	4	100
SP	32	64	4	100
SS	8	92	0	100

DISCUSSION

This study evaluated the effect of different surface treatments on the bond strength of a zirconia ceramic to two resin-based luting materials. Based on the results, the null hypothesis was rejected because the resin-zirconia bond strength and surface roughness were affected by the surface treatment.

Adhesion between the resin-based materials to zirconia is a major concern when this type of ceramic is utilized. In this study, the control group samples exhibited the worst results for microshear bond strength, indicating that surface conditioning is necessary to achieve a more reliable resin/ceramic bond¹⁶.

Aluminum oxide particle abrasion promotes alterations in the surface of the ceramics to improve the resin to ceramic bond. In the present study, the standardization of the ceramic surfaces was performed using this abrasion technique because it has several advantages^{7,19,20}. This procedure increases roughness, surface energy and bonding area. Additionally, it also improves the wetting kinetics of resins and removes organic contaminants from the ceramic surface^{5,19,21,22}. This increased roughness of the surface may be confirmed by this study. Moreover, the silica coating groups presented better results than the air abrasion groups (Table 3).

Several studies have demonstrated that the presence of MDP in the resin-luting agent increases the bond strength to airborne particle abraded

zirconia^{1,6,7,14,22,23,24}. This primer increases the wettability of the ceramic surface, thereby improving the ability of the ceramic to adhere to the resin cements²⁶. Our results demonstrated that for the self-adhesive cement groups, no improvement in the bond strength was observed compared to both the airborne particle abrasion group and the control group. Therefore, it is hypothesized that an MDP-containing primer may not be necessary when using self-adhesive cement. This result disagrees with the study of Yang et al.⁷ who observed a positive effect when air-abrasion and the MDP primer were combined.

A tribochemical silica coating has also been recommended for zirconia as a roughening procedure and presents good immediate results, particularly when combined with silanes^{5,19,21,27,28,29}. This technique associates micromechanical retention and chemical binding via siloxane bonds^{27,30}. However, this chemical connection may be sensitive to hydrolytic degradation, which affects the stability of the adhesive interface^{24,31}. Additionally, it has been shown that even after a tribochemical silica coating, the zirconia surface remains too silicon-poor for long-lasting adhesion and that the Zr–O–Si bonds are not durable³¹.

Therefore, the aforementioned roughening methods alone are not capable of producing a reliable bond between the zirconia and resin-luting agents^{13,30}. This is also the case for chemical surface treatments with primers/silanes^{6,7,14,32}. A combination of both pretreatment methods, chemical modification of the coarsened zirconia surface, is recommended to achieve higher bond strength.

To determine whether the bond between the resin cement and zirconia could be improved, several surface treatments and combinations were evaluated. The SP group, in which silane coupling and MDP were combined, and SS group, demonstrated satisfactory results after microshear analysis compared to C, P and AB

groups. For the self-adhesive group, the combination of materials did not interfere with the bond strength of the ceramic/resin interface after aluminum oxide particle abrasion. This result is consistent with the manufacturer's indications and several other studies^{3,11,33}.

When a silica coating was used prior to the cements without the application of primer, the microshear bond strength had the highest values. In the phosphate groups, a significant difference was observed between the silica coating groups (SP and SS) and the other groups (P, AB, C), similar to other studies^{21,22, 25,34,35}. In the self-adhesive groups, this treatment was not significantly different from the other treatments, except for the control group (C). For the self-adhesive cement group, airborne particle abrasion itself provided similar bond strengths compared to all other surface treatments. This result is consistent with the manufacturer's indications and several studies^{11,33}.

A combination of both pretreatment methods, chemical modification of the coarsened zirconia surface, may be recommended to achieve higher bond strengths. The analyses of both types of cements indicated similar bond strength values when similar surface treatments were compared, except for the control group. For the self-adhesive groups, better results were obtained compared to the phosphate resin cement group. The acidity conferred by the multifunctional phosphoric acid methacrylates that are present in the Rely X U200 formulation appear to promote suitable bond strengths even with untreated zirconia ceramics^{33,36}.

The data from this study supports the use of self-adhesive resin cements in a clinical setting, and show similar results for the microshear bond strength. Self-adhesive resin cements have several advantages compared to conventional adhesive resin cement, which requires several surface treatments for effective

bonding to zirconia. Despite alterations of the mechanical properties of zirconia ceramics because of surface treatments, the durability of the ceramic/cement bond must be evaluated in future studies. The reduction in the number of steps in the adhesive cementation process is an advantage of the self-adhesive cement. This may improve the success of this clinical procedure for the professional, minimize mistakes during the different types of surface treatments and reduce the time spent performing the procedure^{5,37}. Successful cementation will lead to favorable clinical results in the long term, when prosthesis esthetics and function are properly restored.

Cement failure is also possible. When this occurs, the mixed and cohesive failure types are clinically preferable to adhesive failures because adhesive failures are usually associated with low bond strength values. The majority of failure types in this study were mixed, presenting with both adhesive and cohesive failures in the microscopic analysis. However, in phosphate group, it was observed that the surface treatment trended towards an adhesive interface, which was observed compared to the control groups. The control groups showed the highest values for adhesive failure types, and the silica-coated groups had the highest number of cohesive failures after the microscopic analysis. These results are comparable to the study of Piasck et al.¹³. In the self-adhesive groups, the failure modes were randomly distributed between the adhesive and mixed types, and a few types of cohesive failures were observed in another study⁵. It may be important to consider that in addition to the positive bond strength results, it is difficult to obtain an adhesive interface between the cement and zirconia surface.

The results of this study indicate that the bond strength between the resin cement and zirconia depend on the selection of the cement and the surface treatment. The effects of surface treatments on the mechanical properties of zirconia

ceramics and the long-term durability of these bonds must be evaluated in further studies.

CONCLUSION

According to results, it was possible to conclude:

- All surface treatments increased the roughness values.
- The phosphate and self-adhesive resin cement were both suitable for luting zirconia ceramics.
- The silica coating either alone or associated with the MDP primer provided better results and was considered a necessary surface treatment.
- For the self-adhesive resin cement, the surface treatment increased its complexity but may not be necessary because it had little influence on the bond strength.

ACKNOWLEDGEMENTS

This research was supported by FAPESP, process number 2012/13538-6. Mechanical Testing Laboratory, College of Mechanical Engineering - UNITAU, Taubaté, SP. Mechanical Testing Laboratory, College of Mechanical Engineering - UNESP, Guaratinguetá, SP. Mechanical Testing Laboratory, College of Mechanical Engineering - UNESP, São José dos Carlos, SP. Odontology Research Laboratory of Department of Prosthodontics - UFES, Vitória, ES

REFERENCES

1. Magne P, Paranhos MP, Burnett LH Jr. New zirconia primer improves bond strength of resin-based cements. Dent Mater. 2010 Apr;26(4):345-52. Epub 2010 Jan 4.

2. Attia, A. Bond strength of three luting agents to zirconia ceramic - influence of surface treatment and thermocycling. *J Appl Oral Sci* 2011;19(4):388-95.
3. Sabatini C, Patel M, D'Silva E. In Vitro Shear Bond Strength of Three Self-adhesive Resin Cements and a Resin-Modified Glass Ionomer Cement to Various Prosthodontic Substrates. *Oper Dent*. 2013 Mar-Apr;38(2):186-96. Epub 2012 Aug 22.
4. Casucci A, Monticelli F, Goracci C, Mazzitelli C, Cantoro A, Papacchini F, Ferrari M. Effect of surface pre-treatments on the zirconia ceramic-resin cement microtensile bond strength. *Dent Mater* 2011;27(10):1024-30.
5. Oyagüe RC, Monticelli F, Toledano M, Osorio E, Ferrari M, Osorio R. Influence of surface treatments and resin cement selection on bonding to densely-sintered zirconium-oxide ceramic. *Dent Mater* 2009;25(2):172-9.
6. Cavalcanti AN, Foxton RM, Watson TF, Oliveira MT, Giannini M, Marchi GM. Bond strength of resin cements to a zirconia ceramic with different surface treatments. *Oper Dent* 2009;34(3):280-7.
7. Yang B, Barloi A, Kern M. Influence of air-abrasion on zirconia ceramic bonding using an adhesive composite resin. *Dent Mater* 2010;26(1):44-50.
8. Gomes AL, Castillo-Oyagüe R, Lynch CD, Montero J, Albaladejo A. Influence of sandblasting granulometry and resin cement composition on microtensile bond strength to zirconia ceramic for dental prosthetic frameworks. *J Dent* 2013;41(1):31-41.
9. de Castro HL, Corazza PH, Paes-Júnior Tde A, Della Bona A. Influence of Y-TZP ceramic treatment and different resin cements on bond strength to dentin. *Dent Mater* 2012;28(11):1191-7.
10. Kitayama S, Nikaido T, Takahashi R, Zhu L, Ikeda M, Foxton RM, Sadr A, Tagami J. Effect of primer treatment on bonding of resin cements to zirconia ceramic. *Dent Mater*. 2010;26(5):426-32.
11. Ozcan M, Nijhuis H, Valandro LF. Effect of various surface conditioning methods on the adhesion of dual-cure resin cement with MDP functional monomer to zirconia after thermal aging. *Dent Mater J* 2008;27(1):99-104.
12. Matilina JP, Lassila LV. Enhanced resin-composite bonding to zirconia framework after pretreatment with selected silane monomers. *Dent Mater* 2011;27(3):273-80.
13. Piascik JR, Swift EJ, Thompson JY, Grego S, Stoner BR. Surface modification for enhanced silanation of zirconia ceramics. *Dent Mater* 2009;25(9):1116-21.

14. Yun JY, Ha SR, Lee JB, Kim SH. Effect of sandblasting and various metal primers on the shear bond strength of resin cement to Y-TZP ceramic. *Dent Mater* 2010;26(7):650-8.
15. Mair L, Padipatvuthikul P. Variables related to materials and preparing for bond strength testing irrespective of the test protocol. *Dent Mater* 2010;26(2):e17-23.
16. Thompson JY, Brian R, Stoner BR, Piascik JR, Smith R. Adhesion/cementation to zirconia and other non-silicate ceramics: Where are we now? *Dent Mater* 2011;27(1):71–82.
17. McDonough WG, Antonucci JM, Dunkers JP. Interfacial shear strengths of dental resin-glass fibers by the microbond test. *Dent Mater*. 2001; Nov;17(6):492-8.
18. Shimada Y, Yamaguchi S, Tagami J. Micro-shear bond strength of dual-cured resin cement to glass ceramics. *Dent Mater*. 2002 Jul;18(5):380-8.
19. Kern M, Wegner SM. Bonding to zirconia ceramic: adhesion methods and their durability. *Dent Mater* 1998;14(1):64–71.
20. Román-Rodríguez JL, Fons-Font A, Amigó-Borrás V, Granell-Ruiz M, Busquets-Mataix D, Panadero RA, Solá-Ruiz MF. Bond strength of selected composite resin-cements to zirconium-oxide ceramic. *Med Oral Patol Oral Cir Bucal* 2013;18(1):e115-23.
21. Atsu SS, Kilicarslan MA, Kucukesmen HC, Aka PS. Effect of zirconium-oxide ceramic surface treatments on the bond strength to adhesive resin. *J Prosthet Dent* 2006;95(6):430–6.
22. Blatz MB, Chiche G, Holst S, Sadan A. Influence of surface treatment and simulated aging on bond strengths of luting agents to zirconia. *Quintessence Int* 2007;38(9):745–53.
23. Wolfart M, Lehmann F, Wolfart S, Kern M. Durability of the resin bond strength to zirconia ceramic after using different surface conditioning methods. *Dent Mater* 2007;23(1):45–50.
24. Wegner SM, Kern M. Long-term resin bond strength to zirconia ceramic. *J Adhes Dent* 2000;2(2):139–47.
25. Dias de Souza GM, Thompson VP, Braga RR. Effect of metal primers on microtensile bond strength between zirconia and resin cements. *J Prosthet Dent* 2011;105(5):296-303.
26. Yoshida K, Tsuo Y, Atsuta M. Bonding of dual-cured resin cement to zirconia ceramic using phosphate acid ester monomer and zirconate coupler. *J Biomed Mat Res B Appl Biomater* 2006;77(1):28–33.
27. Bottino MA, Valandro LF, Scotti R, Buso L. Effect of surface treatments on the resin bond to zirconium-based ceramic. *Int J Prosthodont* 2005;18(1):60–5.

28. Piwowarczyk A, Lauer HC, Sorensen JA. The shear bond strength between luting cements and zirconia ceramics after two pre-treatments. *Oper Dent* 2005;30(3):382–8.
29. Xible AA, de Jesus Tavarez R, de Araujo CRP, Bonachela WC. Effect of silica coating and silanization on flexural and composite-resin bond strengths of zirconia posts: an in vitro study. *J Prosthet Dent* 2006;95(3):224–9.
30. Akgungor G, Sen D, Aydin M. Influence of different surface treatments on the short-term bond strength and durability between a zirconia post and a composite resin core material. *J Prost Dent* 2008;99(5):388–99.
31. Matilina JP, Heikkinen T, Ozcan M, Lassila LV, Vallittu PK. Evaluation of resin adhesion to zirconia ceramic using some organosilanes. *Dent Mater* 2006;22(9):824–31.
32. Aboushelib MN, Mirmohamadi H, Matilina JP, Kukk E, Ounsi HF, Salameh Z. Innovations in bonding to zirconia-based materials. Part ii: focusing on chemical interactions. *Dent Mater* 2009;25(8):989–93.
33. De Munck J, Vargas M, Van Landuyt K, Hikita K, Lambrechts P, Van Meerbeek B. Bonding of an auto-adhesive luting material to enamel and dentin. *Dent Mater* 2004;20(10):963–71.
34. Tanaka R, Fujishima A, Shibata Y, Manabe A, Miyazaki T. Cooperation of phosphate monomer and silica modification on zirconia. *J Dent Res* 2008;87(7):666–70.
35. Kitayama S, Nikaido T, Takahashi R, Zhu L, Ikeda M, Foxton RM, Sadr A, Tagami J. Effect of primer treatment on bonding of resin cements to zirconia ceramic. *Dent Mater* 2010;26(5):426–32.
36. Pisani-Proença J, Erhardt MC, Valandro LF, Gutiérrez-Aceves G, Bolanos-Carmona, Del Castillo-Salmeron R, et al. Influence of ceramic surface conditioning and resin cements on microtensile bond strength to a glass ceramic. *J Prosthet Dent* 2006;96(6):412–7.
37. Goracci C, Cury AH, Cantoro A, Papacchini F, Tay FR, Ferrari M. Microtensile bond strength and interfacial properties of self-etching and self-adhesive resin cements used to lute composite onlays under different seating forces. *J Adhes Dent* 2006 Oct;8(5):327–35.

2.3 CAPÍTULO 3

Original Research, Dental Prosthesis

Effect of thermal cycling in bond of interface zirconia based ceramic surface and different cements resin

Marcelo Massaroni Peçanha, Msc*

Ana Christina Claro Neves, PhD;*

Cristiane Aparecida de Assis Claro, PhD;*

Laís Regiane Silva-Concílio, PhD*

*Department of Prosthesis, College of Dentistry, University of Taubaté, Taubaté, São Paulo, Brazil.

Corresponding Author:

Laís Regiane da Silva Concílio

Rua Expedicionário Ernesto Pereira, 110. Centro, Taubaté SP/Brazil

Zip code: 12020 270

Phone number: +55 12 36254149

E-mail: regiane1@yahoo.com

ABSTRACT

Objective: To evaluate the influence of different surface treatments on the surface roughness and bond strength of a phosphate and self-adhesive resin cement using a yttria-stabilized zirconia (Y-TZP) ceramic material (Lava, 3M ESPE Dental Products, St. Paul, USA) under aging. **Methodology:** One hundred Y-TZP ceramic blocks were randomly assigned and divided in five groups, consistent with surface treatment methods: a control group (no treatment) and airborne-particle abrasion with 50- μm Al_2O_3 , tribochemical silica coating, MDP primer and a combination of tribochemical silica coating and MDP primer. Surface roughness and microscopic analyses were performed. Each group was divided into two subgroups, according to the type of resin cement tested (i.e., RelyX U200 and Panavia F 2.0). The resin cements were placed in plastic tubes on the ceramic blocks surfaces (n=25 per group). The specimens were analyzed by thermal cycling (3,000 times), and a micro-shear bond strength test was conducted. The data obtained were submitted to statistical analysis. **Results:** The type of cement significantly influenced the resistance adhesion ($p < 0.05$). Regarding the five surface treatments, the tribochemical silica coating showed better results compared to the other in phosphate resin group. In the self-adhesive group all surface treatment showed higher values compared to the control group. The self-adhesive group showed a higher bond strength value than the phosphate group. **Conclusion:** All surface treatments increased the roughness values, and the self-adhesive resin cement performed better (in terms of bond strength) to yttria-stabilized zirconia ceramic than phosphate resin cement after the aging process.

Keywords: Zirconium oxide; surface treatment, bond strength

INTRODUCTION

Recently, the high demand for aesthetic restorations has led to the introduction of zirconium based ceramics in oral rehabilitation because of their good mechanical and aesthetic properties^{1,2}. This material offers certain advantages, including a high flexural strength, and desirable optical properties, such as shading adaptation and reduced layer thickness (compared to conventional ceramics) of the veneer ceramic required to achieve the desired color³. Because of their high fracture resistance, zirconium-oxide crowns can be cemented using the conventional methods recommended by the manufacturers⁴. Resin bonding between a tooth and the restoration has been suggested to improve the retention, marginal adaptation, and fracture resistance of restorations. Some authors have recommended using different cement types, such as phosphate and adhesive resin cements containing MDP^{5,6,7}, as a possible solution to this problem. The phosphate esters in the monomer composition promoting chemical bonding with oxide metals. However, the scientific literature shows controversial results regarding its actual efficacy compared to zirconia^{7,9}.

Roughened ceramic surfaces have been shown to significantly influence cement retention in the microretentions, and they create a stronger micromechanical interlock¹⁰. Compared to conventional dental ceramics, high-strength ceramics, such as Y-TZP, are highly crystalline substances that comprise many particles (without a glass phase) at the crystalline border¹¹. Consequently, these ceramics are unsuitable for acid etching because of their inadequate silica contents^{12,13}. To enhance the bond strength of composite resins to ceramic surfaces, different surface treatments, which either micromechanically or chemically facilitate the resin-ceramic bonding, have been proposed. Among these solution, air abrasion with aluminum oxide (Al₂O₃) is

the treatment of choice to create micromechanical interlocking between a composite resin and a ceramic surface^{6,14,15,16}, and the silica coating is normally used for Y-TZP restorations because the chemical bonding to the ceramic surface is based on the reaction between the silica content of the ceramic material and the silane coupling agent^{6,14,17,18,19}.

The long-term clinical success of zirconia-based restorations depends on the preparation technique used for the internal ceramic surface prior to cementation and the cement properties and bond strength between the cement and the ceramics^{6,20}. Several studies^{15,16,18,20} have already concentrated on these issues; however, some controversy remains over the applicable surface treatments and type of luting agents used for adhesion to Y-TZP materials.

Because of the issues relating to the adhesion process of the ceramic system on zirconia and the range of surface treatments and cements proposed for this process, this study aimed to evaluate the bond strength of the ceramic-cement interface under thermo cycling. The null hypothesis was that the different surface treatments and cement types would not influence the bond resistance of the ceramic-cement interface after thermal cycling.

MATERIAL AND METHODS

Study Design

To establish the sample size, the mean values obtained from the scientific literature were analyzed with Bio Estat 5.0 software using Student's t-test for independent samples with a significance level of 5% and a power of 90%. This analysis suggested a sample size of 5 per group.

Sample Preparation

A total of 100 presintered ceramic blocks (LAVA systems, 3M ESPE Dental Products, St. Paul, MN, EUA) measuring 6x8x3 were fabricated. These blocks were sintered according to the manufacturers' instructions and embedded in epoxy resin (Valglass, São José dos Campos, SP, Brazil) using a cylindrical plastic matrix. The ceramic sample surfaces were polished with water and sandpaper of 300, 600, 1200 and 1500 grit sizes in a polishing machine (Aropol, Arotec Ind e Com, São Paulo, Brazil). Then, the samples were immersed in distilled water for 5 min in the ultrasonic vat (Thornton Inpec Eletrônica Ltda., Vinhedo, SP, Brazil) to remove any residue.

Table 1. Experimental groups.

<i>Cement Agents</i>	<i>Treatment</i>
<i>Phosphated Resin Cement</i>	No treatment (C)
	Airborne-particle abrasion, with Al ₂ O ₃ (AB)
	Tribochemical silica coating/silane (SS)
	Primer with MDP (P)
	Tribochemical silica coating/silane and primer MDP (SP)
<i>Self-Adhesive Resin Cement</i>	No treatment (C)
	Airborne-particle abrasion, with Al ₂ O ₃ (AB)
	Tribochemical silica coating/silane (SS)
	Primer with MDP (P)
	Tribochemical silica coating/silane and primer MDP (SP)

Surface Preparation Methods

C Group: No treatment was performed.

AB Group: Airborne particle abrasion was applied on the bonding surfaces with 50 µm aluminum oxide (Al₂O₃) particles (Bio-Art Equip. Odont. Ltda, São Carlos, SP) for 15 seconds at 0.28 Mpa pressure 1 cm from the surface.

P Groups: The specimens received airborne-particle abrasion; airborne particle abrasion was applied on the bonding surfaces with 50 µm aluminum oxide (Al₂O₃) particles (Bio-Art Equip. Odont. Ltda, São Carlos, SP) for 15 seconds at 0.28 Mpa pressure 1 cm from the surface. In sequence, the specimens were ultrasonically cleaned with distilled water for 3 min and air dried. The primer was then applied with MDP (Alloy primer, Kuraray Medical Co., Osaka, Japan) and left to dry for 5 min.

SS Group: Firstly, the specimens received airborne-particle abrasion airborne particle abrasion was applied on the bonding surfaces with 50 µm aluminum oxide (Al₂O₃) particles (Bio-Art Equip. Odont. Ltda, São Carlos, SP) for 15 seconds at 0.28 Mpa pressure 1 cm distance from the surface. In sequence, the specimens were ultrasonically cleaned with distilled water for 3 minutes and air dried. Secondly, the specimens underwent airborne-particle abrasion with silica 30 µm (CoJet, 3M ESPE, Dental Products, St. Paul, MN, EUA) at 0.28 Mpa pressure for 15 seconds 1 cm from the surface. Finally, the silane (RelyX Ceramic Primer, 3M ESPE Dental Products, St. Paul, MN, EUA) was applied to the silica-coated samples and left to dry for 5 min.

SP Groups: The specimens underwent airborne-particle abrasion. Airborne particle abrasion was applied on the bonding surfaces with 50 µm aluminum oxide (Al₂O₃) particles (Bio-Art Equip. Odont. Ltda, São Carlos, SP) for 15 seconds at 0.28 Mpa pressure 1 cm from the surface. In sequence, the specimens were ultrasonically cleaned with distilled water for 3 minutes and air dried. The specimens then underwent airborne-particle abrasion with 30 µm silica (CoJet, 3M ESPE, Dental Products, St. Paul, MN, EUA) at 0.28 Mpa pressure for 15 seconds 1 cm from the surface. Finally, the silane (RelyX Ceramic Primer, 3M ESPE Dental Products, St. Paul, MN, EUA) was applied to the silica-coated samples and left to dry for 5 min. The silane (RelyX Ceramic Primer, 3M ESPE Dental Products, St. Paul, MN, EUA)

was applied, and a layer of primer MDP (Alloy primer, Kuraray Medical Co., Osaka, Japan) was applied to the ceramic surface and left to dry for 5 min.

Superficial Roughness Test

The surface roughness of the samples was quantitatively analyzed using a portable roughness tester (Mitutoyosurf test SJ-401, Mitutoyo Corporation, Japan) with an accuracy reading of 0.01 mm, a reading length of 2.5 mm, an active tip speed of 0.5 mm/s and a radius of 5 μm . The parameter Ra was used, which is the arithmetic average of the absolute values of the ordinates of expulsion (peaks and valleys) in relation to the midline in the measurement distance of three readings. Three reading samples were taken from different locations, and the means were calculated for each sample and group.

Cementation Agent Procedures

Five cylindrical matrices and transparencies measuring 0.7 mm in diameter and 1.0 mm in height (Tygon tubing, TYG-030, Saint-Gobain Performance Plastic, Maime Lakes, FL, USA) were positioned on the ceramic surfaces after the respective surface treatments. The cements RelyX U200 (Phosphate Resin Cement - 3M ESPE Dental Products, St. Paul, MN, EUA) and Panavia F 2.0 (Self-adhesive resin cement - Kuraray Medical, Inc., Osaka, Japan) were manipulated according to the manufacturer's instructions and used to fill the internal volume of the tube with a dental probe (SSWhite-Duflex, Rio de Janeiro, RJ, Brazil). Each ceramic surface had 5 cement stubs, totaling 25 cement stubs for each group. The five groups were subdivided into phosphate cement and self-adhesive cement groups (Table 1). The cement filled tubes were light polymerized with the Demi Plus device (Kerr Sybron Dental Specialties, Orange, CA, USA) for 40 seconds (LED light curing system, 450

to 470 nm). The samples were stored in an environment with 100% humidity for 24 hours at 37°C.

Thermo Cycling Test

All groups were submitted to thermic cycling in an equipment model MSCT (São Carlos, SP, Brazil), which consisted of three containers filled with water at different temperatures: 5°C±1°C, 25°C±1°C and 55°C±1°C. The samples were subjected to temperature variations by immersion in the three different containers in cycles (over the total immersion time). Then, a thermal cycle (i.e., 3000 cycles) was maintained for 60 seconds with a 7-s dwell time. Every 500 cycles, the water volume was changed in each container.

Microshear bond test

The shear bond strength was tested using a universal testing machine (DL2.000, EMIC Equip. e Sistemas de Ensaio LTDA. São José dos Pinhais, PR, Brazil) at a crosshead speed of 0.5 mm/min until failure occurred, and the bond strength values were recorded in megapascal units.

The fractured surfaces of all tested specimens were analyzed under an optical microscope (Aus Jena, Carl Zeiss, Oberkochen, Germany) at x80 magnification. The fracture patterns were classified as adhesive (A, between the cement and the ceramic), cohesive (C, within the cement or ceramic), or mixed (B, adhesive and cohesive fractures occurred simultaneously).

The data obtained from the roughness surface and micro-shear bond strength tests were submitted to statistical analysis. The Kolmogorov–Smirnov test was applied to verify data normality. The Kruskal-Wallis test was used to analyze the differences among the types of treatment surfaces in nonparametric data. An ANOVA was used for the parametric data. The distributions of the pattern failures were

compared among the groups using the chi-square test. An alpha-level of 0.05 was used for all statistical analyses, which were performed using statistical software (SPSS 15.0; SPSS, Inc., Chicago, IL).

RESULTS

The statistical analysis results indicated that all treatments increased the roughness, and the C group presented the lowest roughness values (0.100) compared to the other groups (Table 2).

Table 2. Mean of surface roughness values (Ra) and standard deviation (SD) are shown.

Groups					ANOVA	
C	AB	P	SP	SS	F	P
0.10 (0.02)C	0.40 (0.06)B	0.43 (0.04)B	0.48 (0.04)A	0.46 (0.02)A	76.62	0.000

Identical letters indicate no significant differences according to the ANOVA ($p > 0.05$).

The results showed statistically significant differences between groups, self-adhesive resin cement and phosphate resin cement, after thermo cycling. Table 3 shows the comparison between treatments in the phosphate group with thermo cycling. The groups with tribochemical silica coatings showed better results, followed by sandblasting and primer. The lowest values were observed in the untreated group.

Table 3. Median (MPa) and standard deviations (SD) of microshear bond strength values comparison between the different surface treatments used in the phosphate resin cement group, with the thermal cycling test.

Phosphate Resin Groups					Kruskal-Wallis
C N=17	AB N=22	P N=25	SP N=25	SS N=25	p
3.02C	5.81BC	8.02B	15.73A	16.36A	<0.001

Identical letters indicate no significant differences according to the Kruskal-Wallis test ($p>0.05$).

The results of table 4 show that the all surface treatments improved the values in comparison to group no treatment (control group).

Table 4. Mean (MPa) and standard deviation (SD) of the microshear bond strength values for the different surface treatments within the self-adhesive resin cement group, with the thermal cycling test.

Self-adhesive Group Mean (DP)					ANOVA	
C n=19	AB n=25	P n=25	SP n=24	SS n=20	F	p
9.78 (4.31)C	25.4 (5.89)A	20.21 (6.52)B	27.39 (5.78)A	24.65 (4.65)AB	33.553	<0.001

Identical letters indicate no significant differences according to the ANOVA ($p>0.05$).

The adhesive cement showed better results compared to the phosphate cement for all surface treatments (Table 5).

Table 5. Means of micro-shear bond strength values (Mpa) comparison between groups cemented with adhesive or self-adhesive resin cement.

Experimental Groups	Phosphate			Adhesive			p-value
	n	Mean	SD	n	Mean	SD	
C	17	4.18B	2.73	19	9.78A	4.31	0.0001
AB	22	8.28B	5.89	25	25.4A	5.98	0.0000
P	25	8.63B	2.36	20	20.21A	6.52	0.000
SP	25	15.34B	5.36	24	24.65A	4.65	0.000
SS	25	16.76B	4.44	25	27.39A	5.78	0.000

Identical letters in the same row indicate no significant differences according to Mann-Whitney U-tests and independent t-tests ($p>0.05$).

Regarding failure types and different treatment in the phosphate cement group, type A had the greatest percentage of failures in all groups, except the SS (Table 6).

Table 6. Percentages of the failure types (e.g., adhesive, mixed and cohesive) for the treated surfaces in the phosphate cement group, with cycling.

Groups of surface treatments cemented phosphate and submitted to cycling.	A Adhesive	B Mixed	C Cohesive	Total
C	64.70	35.29	0	100
AB	54.54	36.36	9.09	100
P	64	36	0	100
SP	52	28	20	100
SS	16	48	36	100

Regarding the failures types and the different treatments in the self-adhesive groups, the C and AB treatments groups showed higher percentages of type A failures. Treatments P, SP and SS had higher percentages of type B failures. No group showed type C failures.

Table 7. Percentages of failures types (i.e., adhesive, mixed and cohesive) for the surfaces treated in the adhesive cement groups (submitted to cycling).

Groups	A Adhesive	B Mixed	C Cohesive	Total
C	84.21	15.78	0	100
AB	88	12	0	100
P	40	60	0	100
SP	33.33	66.66	0	100
SS	44	56	0	100

DISCUSSION

Zirconium-oxide ceramics have been tested to resist fracture loads and show optimum strength in vitro. However, their use also requires a secure bond with the luting agent. This study evaluated the surface changes caused in oxide zirconia by different surface treatments and the influence of the surface treatment and resin cement on bonding to zirconia under aging. All treatments were used to improve the micromechanical and chemical retention on the ceramic surface. The groups in which the tribochemical silica coating was used showed the best results, followed by airborne and primer; the lower values were observed in the groups with no treatment. This result can be attributed to silica coating systems, which create a fine rough surface and increase the surface area, thereby enhancing the mechanical and chemical bonds^{21,22}. At the same time, the silane agent used for silanization also contributes to the bond strength because of a chemical bond to resinous materials via cross-linkages with methacrylate groups, increasing the substrate surface energy and improving the surface wettability to resin²³. However, some authors have found that this high initial bond strength was not stable over time and declined after long-term water storage in combination with thermal cycling^{24,25}.

In this study, the thermal cycling method was used to simulate the aging procedure because the chemical, thermal and mechanical factors in the mouth can affect the bond strength between the resin cement and the ceramic^{6,17,18,20}. The results showed that the null hypothesis that the surface treatment and types of cement after cycling test would not influence the bond resistance of interface ceramic/cement was rejected (i.e., there was significant difference between the phosphate and self-adhesive cements) ($p < 0.001$). Furthermore, surface treatment and cement selection affected the bond strength between the resin cement and the

ceramic. However, the selection of the luting cement seemed to be a more relevant factor with regard to bonding to the zirconium oxide ceramic ²⁶. The self-adhesive resin cement demonstrated the best results in comparison to phosphate resin cement. In contrast with our study, Ozcan et al. (2008)⁶ evaluated the adhesive resistance of two resins cements, Panavia F (Kuraray) and RelyX Unicem (3M ESPE), in a zirconia surface. The authors also used the surface treatment to compare these cements, SiO₂ 110µm (Sistema Rocatec, 3M ESPE) e Al₂O₃ 50 µm. In conclusion, the RelyX Unicem cements showed higher adhesion resistance compared to the Panavia F cement on surfaces treated with airborne Al₂O₃ particles.

The bond strength of self-adhesive resin cement in all surface treatment groups was higher than the phosphate resin cement group ($p < 0.05$). According to Wolfart et al. (2007)¹⁵, this result occurred because the MDP contents of self-adhesive resin and the adhesiveness of MDP-containing cements increased the bond strength, revealing the capability of acidic functional monomers reacting with the substrate ^{15,27}. Moreover, among the cement groups, few cohesive failures were observed in both groups (phosphate and adhesive). In the self-adhesive cement group, the highest percentages of failure were type adhesive and mixed; no subgroup had failure type cohesive. According to Toledano et al. (2007)²⁸, mixed and cohesive failures are clinically preferable to adhesive failures because adhesive failures are usually associated with low bond strength values.

In the May et al. (2010)²⁹ study, in cases of zirconia cemented with self-adhesive cement, the use of an MDP-based coupling agent after air abrasion or silica coating reportedly yielded higher bond strengths than an MDP-based primer without surface treatments. In our study, the bond strength values of specimens that were treated by air abrasion, salinization/tribochemical silica coating, primer with MDP and

salinization, tribochemical silica coating and primer MDP, cemented with self-adhesive were higher than those of the control (no treatments) specimens ($p < 0.05$). Several authors have described the possibility that micromechanical and chemical retention may play an important role in the bonding to zirconia ceramics^{6,18,27,30}. Previous studies^{7,16} have reported that after aging, the air abrasion group showed higher bond strength values than control groups (no treatment) when cemented with self-adhesive resin cement. Although specimens cemented with RXU 200 mostly showed adhesive failures, cement residuals were mainly observed when RXU200 was luted to the specimens treated with air abrasion, which might be attributed to the micromechanical retention created by these procedures.

The results of the current study suggested that surface treatments changed and increased the surface roughness and the bond strength between the resin cement and the zirconia after the aging process, depending on the selection of the cement rather than the surface treatment.

CONCLUSION

Under the study limitations, the self-adhesive resin cement performed better in terms of bond strength to yttria-stabilized zirconia ceramic than phosphate resin cement after thermal cycling.

In the phosphate group, the silica coating treatment showed better results than other treatments. For the self-adhesive group, all surface treatments showed better results than the control group.

Self-adhesive resin cement may be a practical alternative to phosphate resin cement for long-term bonding to ceramics.

ACKNOWLEDGEMENTS

This research was supported by FAPESP, process number 2012/13538-6. Mechanical Testing Laboratory, College of Mechanical Engineering - UNITAU, Taubaté, SP. Mechanical Testing Laboratory, College of Mechanical Engineering - UNESP, Guaratinguetá, SP. Odontology Research Laboratory of Department of Prosthodontics - UFES, Vitória, ES

REFERENCES

1. Little DA, Graham L. Zirconia: simplifying esthetic dentistry. *Compend Contin Educ Dent* 2004;25(6):490–4.
2. Cavalcanti AN, Foxtton RM, Watson TF, Oliveira MT, Giannini M, Marchi GM. Y-TZP ceramics: key concepts for clinical application. *Oper Dent* 2009;34(3):344–51.
3. Devigus A, Lombardi G. Shading Vita In-ceram YZ substructures: influence on value and chroma, part II. *Int J Comput Dent* 2004;7(4):379-88.
4. Sabatini C, Patel M, D'Silva E. In vitro shear bond strength of three self-adhesive resin cements and a resin-modified glass ionomer cement to various prosthodontic substrates. *Oper Dent*. 2013;38(2):186-96.
5. Kitayama S, Nikaido T, Ikeda M, Alireza S, Miura H, Tagami J. Internal coating of zirconia restoration with silica-based ceramic improves bonding of resin cement to dental zirconia ceramic. *Biomed Mater Eng*. 2010; 20(2):77-87.
6. Özcan M, Kerckdijk S, Valandro L. Comparison of resin cement adhesion to Y-TZP ceramic following manufacturers' instructions of the cements only. *Clin Oral Investig* 2008; 12(3):279–82.
7. Oyagüe RC, Monticelli F, Toledano M, Osorio E, Ferrari M, Osorio R. Effect of water aging on microtensile bond strength of dual-cured resin cements to pre-treated sintered zirconium-oxide ceramics. *Dent Mater* 2009; 25(3):392–9.
8. Matinlinna JP, Lassila LV. Enhanced resin-composite bonding to zirconia framework after pretreatment with selected silane monomers. *Dent Mater*. 2011;27(3):273-80.
9. Piascik JR, Wolter SD, Stoner BR. Enhanced bonding between YSZ surfaces using a gas-phase fluorination pretreatment. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater*. 2011;98(1):114-9.

10. Hochman N, Feinzaig I, Zalkind M. Effect of design of pre-fabricated posts and post heads on the retention of various cements and core materials. *J Oral Rehabil* 2003;30(7):702-7.
11. Luthardt RG, Holzhüter M, Sandkuhl O, Herold V, Schnapp JD, Kuhlisch E, Walter M. Reliability and properties of ground Y-TZP-zirconia ceramics. *J Dent Res* 2002;81(7):487-91.
12. Atsu SS, Kilicarslan MA, Kucukesmen HC, Aka PS. Effect of zirconium- oxide ceramic surface treatments on the bond strength to adhesive resin. *J Prosthet Dent* 2006;95(6):430-6.
13. Bottino MA, Valandro LF, Scotti R, Buso L. Effect of surface treatments on the resin bond to zirconium-based ceramic. *Int J Prosthodont* 2005;18(1):60-5.
14. Piwowarczyk A, Lauer HC, Sorensen JA. The shear bond strength between luting cements and zirconia ceramics after two pre-treatments. *Oper Dent* 2005;30(3):382-8.
15. Wolfart M, Lehmann F, Wolfart S, Kern M. Durability of the resin bond strength to zirconia ceramic after using different surface conditioning methods. *Dent Mater* 2007;23(1):45-50.
16. Yang B, Barloi A, Kern M. Influence of air-abrasion on zirconia ceramic bonding using an adhesive composite resin. *Dent Mater* 2009;26(1):44-50.
17. Lüthy H, Loeffel O, Hammerle CH. Effect of thermocycling on bond strength of luting cements to zirconia ceramic. *Dent Mater* 2006;22(2):195-200.
18. D’Amario M, Campidoglio M, Morresi AL, Luciani L, Marchetti E, Baldi M. Effect of thermocycling on the bond strength between dual-cured resin cements and zirconium-oxide ceramics. *J Oral Sci* 2010;52(3):425-30.
19. Della Bona A, Donassollo TA, Demarco FF, Barrett AA, Mecholsky JJ Jr. Characterization and surface treatment effects on topography of a glass-infiltrated alumina/ zirconia-reinforced ceramic. *Dent Mater* 2007;23(6):769-75.
20. Senyilmaz DP, Palin WM, Shortall AC, Burke FJ. The effect of surface preparation and luting agent on bond strength to a zirconium- based ceramic. *Oper Dent* 2007;32(6):623-30.
21. Ozcan M. The use of chairside silica coating for different dental applications: a clinical report. *J Prosthet Dent* 2002;87(5):469-72.
22. Ozcan M, Vallittu PK. Effect of surface conditioning methods on the bond strength of luting cement to ceramics. *Dent Mater* 2003;19(8):725-31.
23. Blatz MB, Sadan A, Kern M. Resin-ceramic bonding: a review of the literature. *J Prosthet Dent* 2003;89(3):268-74.

24. Friederich R, Kern M. Resin bond strength to densely sintered alumina ceramic. *Int J Prosthodont* 2002;15(4):333-8.
25. Wegner SM, Gerdes W, Kern M. Effect of different artificial aging conditions on ceramic-composite bond strength. *Int J Prosthodont* 2002;15(3):267-72.
26. Subaşı MG, İnan O. Influence of surface treatments and resin cement selection on bonding to zirconia. *Lasers Med Sci* 2012 Nov 9.
27. Akgungor G, DMD, Sen D, Aydın M. Influence of different surface treatments on the short-term bond strength and durability between a zirconia post and a composite resin core material. *J Prosthet Dent* 2008;99(5):388-99.
28. Toledano M, Osorio R, Osorio E, Aguilera FS, Yamauti M, Pashley DH et al. Durability of resin-dentin bonds: effects of direct/ indirect exposure and storage media. *Dent Mater* 2007;23(7):885–92.
29. May LG, Passos SP, Capelli DB, Ozcan M, Bottino MA, Valandro LF. Effect of silica coating combined to a MDP-based primer on the resin bond to Y-TZP ceramic. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater* 2010;95(1):69–74.
30. Liu Q, Meng X, Yoshida K, Luo X. Bond degradation behavior of self- adhesive cement and conventional resin cements bonded to silanized ceramic. *J Prosthet Dent* 2011;105(3):177-84.

3 CONSIDERAÇÕES FINAIS

A adesão de materiais resinosos a sistemas cerâmicos à base de zircônia reforçada por Ítrio representa ainda um desafio na área odontológica. A superfície desses materiais se apresenta altamente compactada e de difícil condicionamento independente dos diferentes tipos de tratamento sugeridos. Esse fator, associado à quantidade reduzida de sílica presente na mesma, faz com que os materiais resinosos sejam pouco efetivos sobre a superfície dessa cerâmica formando, geralmente, uma interface adesiva não homogênea e com fraca adesão química.

Diversos tratamentos são propostos com o objetivo de possibilitar a melhora dessa interface. A literatura é ampla, entretanto, os resultados mostram-se controversos, variando em relação aos diferentes tratamentos e materiais cimentantes utilizados para avaliação da interface cerâmica/cimento, conforme relatado no capítulo 1.

Em vista disso, uma adequada cimentação adesiva de restaurações indiretas em cerâmica apresenta características positivas contribuindo diretamente para se obter sucesso e longevidade nos procedimentos clínicos. Um tratamento de superfície efetivo, previamente à cimentação adesiva, levaria a uma maior resistência adesiva da interface, preveniria a indução de trincas, permitiria um vedamento marginal adequado e favoreceria a retenção da peça mesmo em condições não ideais, como em preparos curtos.

Dessa forma, é importante identificar o melhor método de tratamento de superfície e o tipo de cimento a ser utilizado sobre esse tipo de cerâmica. Os tratamentos de superfície indicados na literatura têm o objetivo de aumentar a área de superfície favorecendo o embricamento mecânico e a alteração química para

possibilitar melhor adesão. Esse aumento na rugosidade superficial influencia positivamente a adesão nessa superfície. Dentre os métodos sugeridos, a silicatização, seguida da aplicação do silano, apresenta-se favorável e tem proporcionado valores elevados de resistência adesiva. Além disso, o emprego de primers contendo agentes de união específicos, como os ésteres fosfatados, foi associado à melhora da adesão química dessa superfície. No capítulo 2 e 3, foi possível observar que esses tratamentos podem realmente gerar um aumento na força adesiva.

Em relação ao cimento resinoso modificado contendo MDP, a modificação da superfície por meio de tratamentos diversos apresenta relação direta, com o favorecimento da adesão principalmente quando realizada a silicatização. Porém, quando avaliamos esses diferentes tratamentos associados ao cimento autoadesivo, observamos resultados positivos independente do tipo de tratamento de superfície utilizado. Acerca do tipo de falha observado nessas interfaces, ocorreu uma predileção pelas falhas mistas, o que confirma a formação de uma camada não homogênea nessa interface.

Com o objetivo de simular um ambiente clínico, foi eleito um teste de envelhecimento ao qual foram submetidas às amostras, conforme relatado no capítulo 3. O teste de ciclagem térmica foi realizado de forma a observarmos se o mesmo teria influência sobre os resultados de adesão dessa interface. Foi constatado um comportamento diferente para cada tipo de cimento. O cimento autoadesivo apresentou melhor comportamento adesivo que o cimento resinoso modificado, independente do tipo de tratamento de superfície realizado. Também foi possível atestar uma grande perda de resistência de união, seguida de uma considerável degradação dessa interface, após o teste de ciclagem térmica,

principalmente quando utilizamos o cimento resinoso modificado, conforme observado no apêndice I.

De modo geral podemos ressaltar a importância do conhecimento científico em relação aos materiais utilizados na clínica diária. O emprego das cerâmicas a base de zircônia, não apenas tem sido uma realidade, como também sua indicação é cada vez mais frequente.

A aplicação e cimentação adequada das mesmas garante maior longevidade funcional e estética nas reabilitações orais, e é este caminho que pesquisas futuras fundamentadas nos conhecimentos desses materiais devem ser conduzidas com variáveis distintas a fim de elucidar e aprimorar a aplicabilidade do material em questão.

REFERÊNCIAS¹

1. Magne P, Paranhos MPG, Burnett Jr LH. New zirconia primer improves bond strength of resin-based cements. *Dent Mater*. 2010;26(4):345-52.
2. Attia, A. Bond strength of three luting agents to zirconia ceramic - influence of surface treatment and thermocycling. *J Appl Oral Sci* 2011;19(4):388-95.
3. Kohorst P, Junghanns J, Dittmer MP, Borchers L, Stiesch M. Different CAD/CAM-processing routes for zirconia restorations: influence on fitting accuracy. *Clin Oral Invest* 2011;15:527–36.
4. Noda M, Okuda Y, Tsuruki J, Minesaki Y, Takenouchi Y, Ban S. Surface damages of zirconia by Nd:YAG dental laser irradiation. *Dental Materials Journal* 2010;29(5):536–41.
5. Sabatini C, Patel M, D'Silva E. In Vitro Shear Bond Strength of Three Self-adhesive Resin Cements and a Resin-Modified Glass Ionomer Cement to Various Prosthodontic Substrates. *Oper Dent* 2013;38(2):186:96.
6. Casucci A, Monticelli F, Goracci C, Mazzitelli C, Cantoro A, Papacchini F, Ferrari M. Effect of surface pre-treatments on the zirconia ceramic–resin cement microtensile bond strength. *Dent Mater* 2011;27(10):1024-30.
7. Oyagüe RC, Monticelli F, Toledano M, Osorio E, Ferrari M, Osorio R. Influence of surface treatments and resin cement selection on bonding to densely-sintered zirconium-oxide ceramic. *Dent Mater* 2009;25(2):172-9.
8. Cavalcanti NA, Foxton RM, Watson TF, Oliveira MT, Giannini M, Marchi GM. Bond strength of resin cements to a zirconia ceramic with different surface treatments. *Oper Dent* 2009;34(33):280-7.
9. Yang B, Barloi A, Kern M. Influence of air-abrasion on zirconia ceramic bonding using an adhesive composite resin. *Dent Mater* 2010;26(1):44–50.
10. Gomes AL, Castillo-Oyagüe R, Lynch CD, Montero J, Albaladejo A. Influence of sandblasting granulometry and resin cement composition on microtensile bond strength to zirconia ceramic for dental prosthetic frameworks. *J Dent* 2013;41(1):31-41.
11. Kitayama S, Nikaido T, Takahashi R, Zhu L, Ikeda M, Foxton RM, Sadr A, Tagami J. Effect of primer treatment on bonding of resin cements to zirconia ceramic. *Dent Mater* 2010;26(5):426-32.
12. Dias de Souza GM, Thompson VP, Braga RR. Effect of metal primers on microtensile bond strength between zirconia and resin cements. *J Prosthet Dent* 2011;105(5):296-303.

¹Referências elaboradas de acordo com modelo Vancouver

13. Román-Rodríguez JL, Fons-Font A, Amigó-Borrás V, Granell-Ruiz M, Busquets-Mataix D, Panadero RA et al. Bond strength of selected composite resin-cements to zirconium-oxide ceramic. *Med Oral Patol Oral Cir Bucal* 2013;18(1):e115-23.
14. Tanaka R, Fujishima A, Shibata Y, Manabe A, Miyazaki T. Cooperation of phosphate monomer and silica modification on zirconia. *J Dent Res* 2008;87(7):666–70.
15. de Castro HL, Corazza PH, Paes-Júnior Tde A, Della Bona A. Influence of Y-TZP ceramic treatment and different resin cements on bond strength to dentin. *Dent Mater* 2012;28(11):1191-7.
16. Ozcan M, Nijhuis H, Valandro LF. Effect of various surface conditioning methods on the adhesion of dual-cure resin cement with MDP functional monomer to zirconia after thermal aging. *Dent Mater J* 2008;27(1):99-104.
17. Matinlinna JP, Lassila LV. Enhanced resin-composite bonding to zirconia framework after pretreatment with selected silane monomers. *Dent Mater* 2011;27(3):273-80.
18. Yun JY, Ha SR, Lee JB, Kim SH. Effect of sandblasting and various metal primers on the shear bond strength of resin cement to Y-TZP ceramic. *Dent Mater* 2010;26(7):650-8.
19. Mair L, Padipatvuthikul P. Variables related to materials and preparing for bond strength testing irrespective of the test protocol. *Dent Mater* 2010;26(2):e17-23.
20. Piascik JR, Swift EJ, Thompson JY, Grego S, Stoner BR. Surface modification for enhanced silanation of zirconia ceramics. *Dent Mater* 2009;25(9):1116-21.

APÊNDICES

APÊNDICE A

Comparação entre os grupos cimento fosfatado e adesivo antes e após a ciclagem

Tabela comparativa dos valores de microcisalhamento, médias (Mpa) e desvio padrão, entre os diferentes tipos de cimento antes e após a ciclagem térmica.

Grupos testados	Fosfato				Adesivo				Mann-Whitney W	Teste t independente T	p-value
	n	Média	DP	Mediana	n	Média	DP	Mediana			
C sem ciclagem	25	20.02Ba	5.31	18.44	25	26.05Aa	5.81	26.31	---	-3,81	0,000
C com ciclagem	17	4.18Bb	2.73	3.02	19	9.78Ab	4.31	9.07	189,0	---	0,0001
AB sem ciclagem	25	26.68 Aa	5,65	26.15	25	27.02Aa	4.10	26.92	---	-0,23	0,821
AB com ciclagem	22	8.28Bb	5.89	7.81	25	25.4Aa	5.89	27.36	269,0	---	0,0000
P sem ciclagem	25	25.13 Aa	3.89	23.94	25	27.39Aa	4.71	27.21	---	-1,84	0,073
P com ciclagem	25	8.63Bb	2.36	8.02	20	20.21Ab	6.52	18.34	---	-7,53	0,000
SP sem ciclagem	25	29.15Aa	5.78	26.31	25	27.47Aa	4.34	26.65	621,5	---	0,7636
SP com ciclagem	25	15.34Bb	5.36	15.73	24	27.39Aa	5.78	28	---	-7,55	0,000
SS sem ciclagem	25	30.52 Aa	6.07	30.94	25	30.13Aa	4.86	30.07	---	1,30	0,200
SS com ciclagem	25	16.76Bb	4.44	16.36	25	24.65Aa	4.65	23.92	---	-6,13	0,000

Letras maiúsculas comparação na horizontal e letras minúsculas comparação na vertical. Mann-Whitney and t independent ($p > 0.05$).

Foi possível observar que após a ciclagem térmica o cimento autoadesivo apresentou melhores resultados em relação ao cimento fosfatado para todos os grupos.

No grupo do cimento fosfatado, a ciclagem térmica reduziu todos os valores em relação independente do tipo de tratamento de superfície realizado. Em relação ao cimento autoadesivo a ciclagem não afetou significativamente os resultados com exceção do grupo controle e grupo do primer.

APÊNDICE B**Sequência laboratorial de execução metodológica do presente trabalho.**

Fig. 1. Blocos Zircônia pré e pós sinterizado.

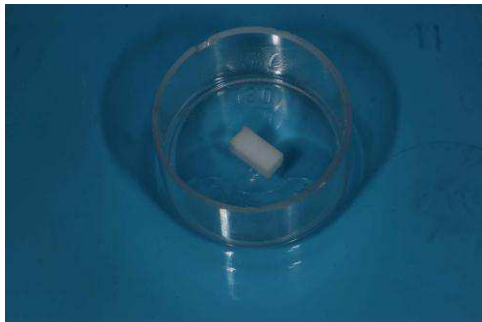


Fig. 2. Posicionamento dos blocos zircônia centralizados na matriz plástica.



Fig. 3. Resina epóxi para confecção das amostras.



Fig. 4. Polimento com lixa d'água de granulação 300, 600, 1200 e 1500 em politriz.

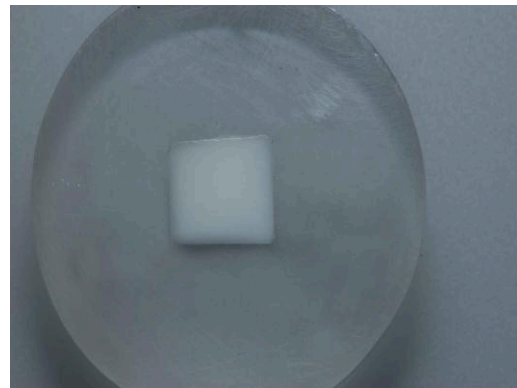


Fig. 5. Aspecto da amostra após polimento.



Fig. 6. Equipamento para realização dos procedimentos de jateamento.



Fig 7. Dispositivo confeccionado para padronização dos procedimentos de jateamento.



Fig 8. Dispositivo posicionado no interior do equipamento.

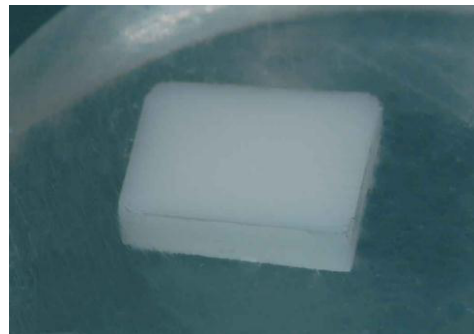


Fig 9. Aspecto da amostra após o jateamento e a limpeza em cuba ultrassonica e água destilada.



Fig. 10. Silano convencional utilizado.



Fig. 11. Aplicação do silano sobre a superfície da cerâmica nos respectivos grupos.



Fig. 12. Primer contendo MDP.

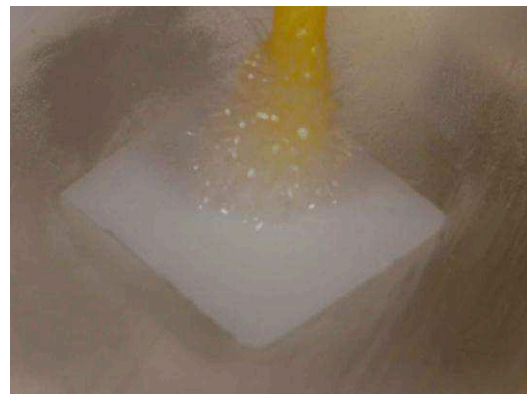


Fig. 13. Aplicação do primer sobre a superfície da cerâmica nos respectivos grupos.



Fig. 14. Matriz transparente cilíndrica (Tygon) utilizada para obtenção dos postes de cimento.



Fig. 15. Preparo dos cilindros para confecção dos postes de cimento.



Fig. 16. Cimento autoadesivo utilizado.

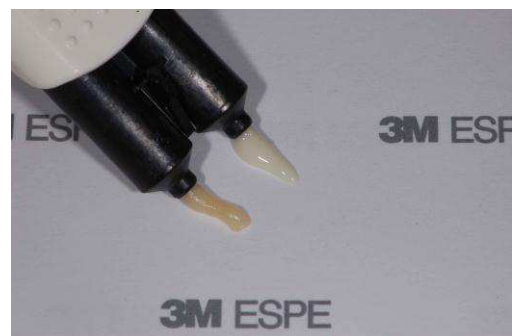


Fig. 17. Aplicação e manipulação do cimento autoadesivo de acordo com orientação do fabricante.



Fig. 18. Aplicação e manipulação do cimento resinoso modificado de acordo com orientação do fabricante.

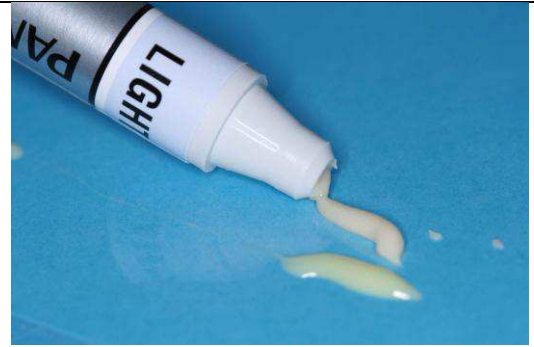


Fig. 19. Aplicação e manipulação do cimento resinoso modificado de acordo com orientação do fabricante.

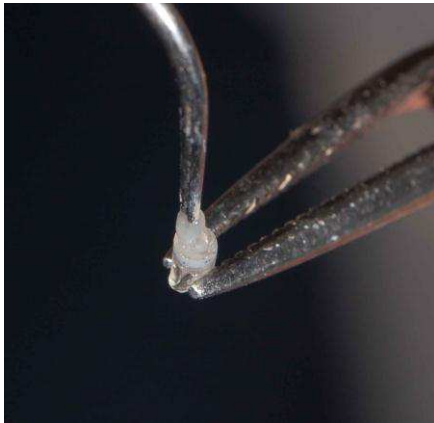


Fig. 20. Inserção com o auxílio de uma sonda exploradora nº5.

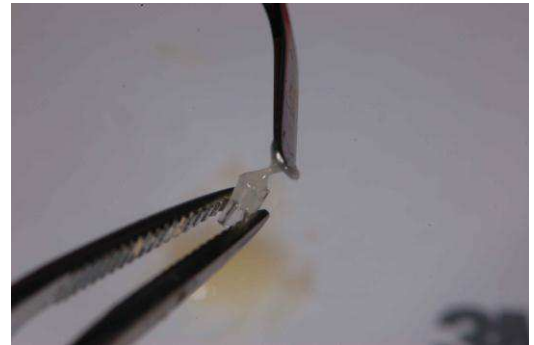


Fig. 21. Visualização do preenchimento do volume interno do tubo.



Fig. 22. Aspecto dos postes confeccionados sobre a superfície cerâmica.



Fig. 23. Amostras posicionadas sobre dispositivo na máquina de ensaio universal.



Fig. 24. Postes submetidos ao ensaio mecânico.

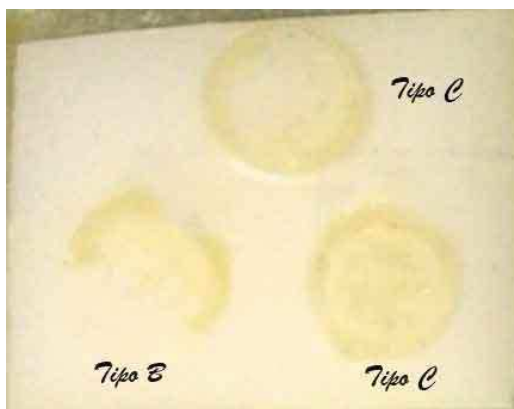


Fig. 25. Análise das interfaces após fraturas, pode-se observar falha coesiva (Tipo C) e Falha mista (tipo B).

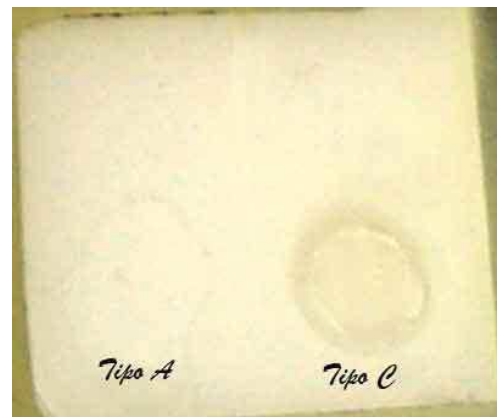


Fig. 26. Análise das interfaces após fraturas, pode-se observar falha adesiva (Tipo A) e Falha coesiva (tipo C).

ANEXOS

ANEXO A - Certificados de correção da língua inglesa fornecido pelo site: American Journal Experts - www.journalexperts.com.



AMERICAN JOURNAL EXPERTS

EDITORIAL CERTIFICATE

This document certifies that the manuscript listed below was edited for proper English language, grammar, punctuation, spelling, and overall style by one or more of the highly qualified native English speaking editors at American Journal Experts.

Manuscript title:

Influence of different surface treatments and cements on bond strength of a zircon based ceramics.

Authors:

Marcelo Massaroni Peçanha, Ana Christina Claro Neves, Cristiane Aparecida de Assis Claro, Fausto Frizzera, Lais Regiane Silva-Concílio, PhD*

Date Issued:

August 1, 2013

Certificate Verification Key:

CB73-78C8-CF59-1F1E-2A42



This certificate may be verified at www.journalexperts.com/certificate. This document certifies that the manuscript listed above was edited for proper English language, grammar, punctuation, spelling, and overall style by one or more of the highly qualified native English speaking editors at American Journal Experts. Neither the research content nor the authors' intentions were altered in any way during the editing process. Documents receiving this certification should be English-ready for publication; however, the author has the ability to accept or reject our suggestions and changes. To verify the final AJE edited version, please visit our verification page. If you have any questions or concerns about this edited document, please contact American Journal Experts at support@journalexperts.com.

American Journal Experts provides a range of editing, translation and manuscript services for researchers and publishers around the world. Our top-quality PhD editors are all native English speakers from America's top universities. Our editors come from nearly every research field and possess the highest qualifications to edit research manuscripts written by non-native English speakers. For more information about our company, services and partner discounts, please visit www.journalexperts.com.



AMERICAN JOURNAL EXPERTS

EDITORIAL CERTIFICATE

This document certifies that the manuscript listed below was edited for proper English language, grammar, punctuation, spelling, and overall style by one or more of the highly qualified native English speaking editors at American Journal Experts.

Manuscript title:

Effect of thermal cycling in bond of interface zirconium-oxide ceramic surface and differents cements resin

Authors:

Marcelo Massaroni Peçanha, Erica Dorigatti Avila, Ana Christina Claro Neves, Cristiane Aparecida de Assis Claro, Laís Regiane Silva-Concílio, PhD*

Date Issued:

August 1, 2013

Certificate Verification Key:

44C9-707D-E66E-FE3C-65C3



This certificate may be verified at www.journalexperts.com/certificate. This document certifies that the manuscript listed above was edited for proper English language, grammar, punctuation, spelling, and overall style by one or more of the highly qualified native English speaking editors at American Journal Experts. Neither the research content nor the authors' intentions were altered in any way during the editing process. Documents receiving this certification should be English-ready for publication; however, the author has the ability to accept or reject our suggestions and changes. To verify the final AJE edited version, please visit our [verification page](#). If you have any questions or concerns about this edited document, please contact American Journal Experts at support@journalexperts.com.

American Journal Experts provides a range of editing, translation and manuscript services for researchers and publishers around the world. Our top-quality PhD editors are all native English speakers from America's top universities. Our editors come from nearly every research field and possess the highest qualifications to edit research manuscripts written by non-native English speakers. For more information about our company, services and partner discounts, please visit www.journalexperts.com.

Autorizo a reprodução e divulgação total ou parcial desta obra, por qualquer meio convencional ou eletrônico, para fins de estudo e pesquisa, desde que citada a fonte.

Marcelo Massaroni Peçanha

Taubaté, agosto de 2013.