

UNIVERSIDADE FEDERAL DA PARAÍBA
CENTRO DE CIÊNCIAS DA SAÚDE
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ODONTOLOGIA

**INFLUÊNCIA DE DIFERENTES TRATAMENTOS DE SUPERFÍCIE NA
DURABILIDADE DA UNIÃO ENTRE UM CIMENTO RESINOSO E UMA
CERÂMICA POLICRISTALINA DE ZIRCÔNIA TETRAGONAL PARCIALMENTE
ESTABILIZADA COM ÍTRIA.**

Laudenice de Lucena Pereira

SAPIENTIA AEDIFICAT

2014

Laudenice de Lucena Pereira

**INFLUÊNCIA DE DIFERENTES TRATAMENTOS DE SUPERFÍCIE NA
DURABILIDADE DA UNIÃO ENTRE UM CIMENTO RESINOSO E UMA CERÂMICA
POLICRISTALINA DE ZIRCÔNIA TETRAGONAL PARCIALMENTE ESTABILIZADA
COM ÍTRIA.**

Dissertação apresentada ao Programa de
Pós-Graduação em Odontologia, da
Universidade Federal da Paraíba, como
parte dos requisitos para obtenção do título
de Mestre em Odontologia – Área de
Concentração em Diagnóstico Bucal.

Orientador: Prof. Dr. Rodrigo Othávio de Assunção e Souza

Co-orientadora: Prof^a Dra Mutlu Ozcan

João Pessoa

2014

Laudenice de Lucena Pereira

Influência de diferentes tratamentos de superfície na durabilidade da união entre um cimento resinoso e uma cerâmica policristalina de zircônia tetragonal parcialmente estabilizada com ítria.

Banca Examinadora

Prof. Dr. Rodrigo Othávio de Assunção e Souza

Orientador - UFPB

Prof. Dr. André Ulisses Dantas Batista

Examinador - UFPB

Prof. Dr. Hugo Carlo Lemes

Examinador - UFPB

Prof.^a Dr.^a Fabíola Galbiatti de Carvalho Carlo

Examinadora - UFPB

P436i Pereira, Laudenice de Lucena.

Influência de diferentes tratamentos de superfície na durabilidade da união entre um cimento resinoso e uma cerâmica policristalina de zircônia tetragonal parcialmente estabilizada com ítria / Laudenice de Lucena Pereira.-- João Pessoa, 2014.

29f. : il.

Orientador: Rodrigo Othávio de Assunção e Souza

Coorientadora: Mutlu Ozcan

Dissertação (Mestrado) - UFPB/CCS

1. Odontologia. 2. Diagnóstico bucal. 3. Aderência. 4. Força de cisalhamento. 5. Zircônia tetragonal. 6. Ítria.

UFPB/BC

CDU: 616.314(043)

DEDICATÓRIA

Dedico este trabalho à Deus que me concedeu o dom da vida e das condições para execução de todas as minhas atividades.

À minha mãe que sempre pensa e espera o melhor para mim e ao meu pai (*in memoriam*) que certamente estaria muito orgulhoso em vivenciar esse momento.

À Tony que me auxiliou na execução do mesmo desde o início até as formatações finais.

E a todos que dele queiram se beneficiar!

AGRADECIMENTOS

Ao Espírito Santo de Deus, pelo dom da vida, pelas condições necessárias à vida em toda sua plenitude; pela sabedoria e força concedida em todos os momentos, e pela convicção de que nada sou, de que nada tenho, e que só vemos sentido na nossa jornada quando estamos em comunhão com Ele.

Aos meus pais: Laudelino Francisco de Sousa Pereira (*in memorian*) e Girlene de Lucena Pereira, que fomentaram meu caráter e personalidade, que, concederam-me condições aos saberes e reais valores humanos, que sempre me apoiaram e acreditaram em mim. Aos meus irmãos: Laudilene e Laudelino, que sempre tiveram participações especiais na minha vida, que souberam transpor as diferenças, dar as mãos e sempre me apoiaram nos momentos em que precisei. E a todos os demais familiares meu muito obrigado!

Ao meu orientador, Prof. Dr. Rodrigo Othávio de Assunção e Souza, pela confiança, apoio e pelo auxílio com insumos materiais e intelectuais sempre que foram necessários, pela paciência e pelos ensinamentos. Meu agradecimento também a minha Co-orientadora Prof.^a Dra Mutlu Ozcan.

Ao meu esposo Antônio Modesto de Souza Neto, companheiro fiel nas demonstrações de amor e paciência, pela força e apoio em todas as vezes que dele precisei.

A amiga Anne Catão que me incentivou, vibrou e auxiliou nas correções ortográficas e nas traduções necessárias.

A CAPES que me concedeu auxílios financeiros indispensáveis à realização dessa pesquisa.

A UFPB na pessoa dos professores e demais funcionários e pelas instalações físicas. Em especial ao prof. Dr. Antônio Gouveia de Souza (LACOM) pelos insumos materiais, orientações e palavras de incentivo que me foram dadas. Bem como, ao Prof. Severino Jakcson Guedes de Lima, pela sessão de uso dos equipamentos e liberação dos funcionários do Laboratório de Solidificação Rápida dos Materiais/CT, que permitiram a concretização desse estudo.

A todos que fazem parte do NEMOP: Maria Luiza, Rafael, Amanda, Laísa, Alana e Elis, que sempre chegaram junto e tornaram as coisas mais fáceis, e à

Doutoranda Fernanda Campos pelo prestimoso auxílio na parte prática dessa pesquisa.

Aos meus amigos do Mestrado: Hélio Igor, Julyana, Maria Auxiliadora, Manuela, Leonardo, Patrícia, Sabrina, Palmira, Ramon e Rebeca; e aos demais de Odontologia Preventiva e Infantil: Aretha, Camila, Danilo, Jamila, Jossária, Kássia, Laís, Patrícia, Thiago e Tânia, com os quais pude compartilhar momentos de ansiedade, alegria, aprendizado e, acima de tudo amizade!

A Bibliotecária e amiga Maria José que me auxiliou com sua experiência, paciência e fé.

E a todos que direta e indiretamente me auxiliaram de forma que o projeto se tornasse real, que souberam entender minhas ausências, meus sinceros agradecimentos e reconhecimento.

*“Talvez não tenha conseguido fazer o melhor,
mas lutei para que o melhor fosse feito. Não
sou o que deveria ser, mas graças a Deus, não
sou o que era antes.”*

(Marthin Luther King).

RESUMO

Objetivo: Este estudo avaliou a influência do jateamento com partículas de O_2Al_3 e de diferentes soluções na resistência ao cisalhamento entre um cimento resinoso e à cerâmica de zircônia (Y-TZP). **Materiais e método:** Blocos de zircônia sinterizados ($N = 180$) (Lava, 3M ESPE), com dimensões finais de $5,25 \times 3,74 \times 4,5$ mm foram incluídos em resina acrílica, polidos e aleatoriamente distribuídos em 18 grupos ($n = 10$), de acordo com os fatores: "solução" (8 níveis) e "jateamento" (2 níveis): Ctr (controle sem tratamento), AP- Alloy Primer/Kuraray, MP- Monobond Plus/Ivoclar, MZP- Metal zircônia Primer/Ivoclar, MZ- MZ Primer/Angelus, Rex- Relyx Primer para Cerâmica/3M ESPE, Sg- Signum Zircônia Bond/Kulzer, SbU- Scotchbond Adesivo Universal/3M ESPE e ZP- Z Prime Plus/Bisco. As mesmas soluções também foram utilizadas após o jateamento da zircônia: Ctr.S, AP.S, MP.S, MZ.S, ReX.S, Sg.S, SbU.S e ZP.S(* S = jateamento). Anteriormente ao Jateamento os bloco de zircônia foram submetidos à limpeza em ultrassom por 5min (Vitasonic, Alemanha). Os grupos ".S" foram jateados com Al_2O_3 ($110\mu m$, 2,5 bar, 20s à 10 mm), com o auxílio de um microjateador (Bioarte, Brasil) e outra limpeza ultrassônica foi realizada. Depois de secos, as soluções foram aplicadas de acordo com as recomendações dos fabricantes. Cilindros do cimento resinoso (Rely X ARC, 3M ESPE) foram colados e polimerizados na superfície da zircônia com auxílio de um molde de silicone ($\varnothing = 3,5$, altura= 3 mm). Todas as amostras foram armazenadas em água destilada (60 dias a $37^\circ C$), e depois submetidas ao teste de cisalhamento (1mm/min). Os dados foram analisados pela análise de variância (dois- fatores) e teste de Tukey ($\alpha=5\%$). **Resultados:** "Os fatores "jateamento com O_2Al_3 " ($p = 0,0001$) e "solução" ($p=0,0001$) afetou significativamente a resistência de união (ANOVA). Todas as amostras dos grupos Ctr, Ctr.S, Rex, MZ.S e MZP, MZP.S mostraram uma falha prematura (descolamento). Assim, não foram incluídos na análise estatística. Além disso, o jateamento aumentou a resistência de união (com: 110.78^A MPa; sem: 70.92^B MPa) e a solução SbU (142.91^a MPa) promoveu maior adesão entre cimento resinoso/cerâmica. O MP (100.15^{bc} MPa), AP (90.03^c MPa), ReX (34.03^d MPa) e MZ (23.66^d MPa), e foi semelhante ao Sg (131.78^{ab} MPa) e ZP (113.37^{bc} MPa) (Tukey). **Conclusão:** Jateamento com O_2Al_3 seguido pela aplicação de soluções aumentou a resistência de união à zircônia, com exceção do SbU, que apresentou o maior valor de resistência de união .

Palavras-chave: aderência, óxido de alumínio, força de cisalhamento, zircônia tetragonal estabilizada com ítria.

Abstract

Purpose: This study evaluated the influence of air-particle-abrasion and different solutions application on the shear bond strength of resin cement to zirconia ceramic (Y-TZP). **Materials and method:** Sintered zirconia blocks (N=180) (Lava, 3M ESPE), with final dimensions of 5.25 x 3.74 x 4.5 mm, were embedded in acrylic resin, polished and randomly distributed among 18 groups (n=10), according to the factors: "solution" (8 levels) and "air-particle-abrasion" (2 levels): Ctr (control without treatment), AP- Alloy Primer/Kuraray, MP- Monobond Plus/Ivoclar, MZP- Metal Zircônia Primer/Ivoclar, MZ- MZ Primer/Angelus, ReX- Relyx Ceramic Primer/3M ESPE, Sg- Signum Zirconia Bond/Kulzer, SbU- Scotchbond Universal/3M ESPE and ZP- Z Prime Plus/Bisco. The same solutions were also used after zirconia sandblasting: Ctr.S, AP.S, MP.S, MZ.S, ReX.S, Sg.S, SbU.S and ZP.S (*.S = sandblasting). Prior sandblasting, the zirconia/acrylic resin assemblents were ultrasonic cleaned for 5min (Vitasonic, Germany). The ".S" groups were air abraded with Al₂O₃ particles (110µm, 2.5 bar, 20s at 10mm), with an assistance of a chairside air-abrasion device (Bioart, Brazil) and another ultrasonic cleaned was performed. After dry the solutions were applied according to the manufacturers' recommendations. The resin cement (Rely X ARC, 3M ESPE) cylinders were bonded and polymerized to zirconia surface, with the aid of a silicone mold (Ø = 3.5, height = 3 mm). All samples were stored in distilled water (60 days at 37⁰ C), and after were subjected to shear test (1 mm/min). Data were analyzed by ANOVA (e-way) and Tukey test (α=5%). **Results:** "Air-particle abrasion" (p=0.0001) and "solution" (p=0.0001) factors significantly affected the bond strength (ANOVA) All samples of the groups Ctr, Ctr.S, ReX, MZ.S and MZP, MZP.S showed premature failure (debonding). Thus, they were not included in the statistical analysis. In addition, air-abrasion increased the bond strength (With: 110.78^A MPa; Without: 70.92^B MPa) and the solution SbU (142.91^a MPa) promoted higher adhesion between ceramic/resin cement than MP (100.15^{bc} MPa), AP (90.03^c MPa), ReX (34.03^d MPa) and MZ (23.66^d MPa), and was similar to Sg (131.78^{ab} MPa) and ZP (113.37^{bc} MPa) (Tukey). **Conclusion:** Air-abrasion with 110 µm Al₂O₃ followed by solutions application increased the bond strength to zirconia, except for SbU, that presented the highest value of bond strength.

Keywords: adhesion, aluminum oxide, shear strength, yttria stabilized tetragonal zirconia.

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

Y-TZP = Zircônia tetragonal parcialmente estabilizada por Ítria

PPF = Prótese parcial fixa

IE = Infraestrutura

CAD = Computer Aided Design, unidade computadorizada acessória

CAM = Computer Aided Machine, unidade fresadora acessória

Mo = Fase monoclinica

Te = Fase tetragonal

MDP = Monômero 10-metacriloxidecil dihidrogênio fosfato

bis-GMA = Bisfenol A-glicidil metacrilato

VBATDT= 6-(N-(4-vinylbenzyl) propylamino) – 1, 3, 5 – triazine- 2, 4 - dithione

MMA= Metacrilato de metila

mm = Unidade de comprimento, milímetro

MEV = Microscopia eletrônica de varredura

SIE = Selective infiltration etching (ataque por infiltração seletiva)

nº = Número

Gr = Grupo

Tab= Tabela

Fig= Figura

EUA = Estados Unidos da América

Al₂O₃= Óxido de alumínio

ZrO₂= Óxido de zircônio

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO.....	11
2. CAPÍTULO 1.....	14
3. CONSIDERAÇÕES GERAIS.....	26
4. CONCLUSÕES.....	27
5. REFERÊNCIAS.....	28

1. INTRODUÇÃO

Originária do grego “*keramos*”, a palavra cerâmica, significa matéria queimada. A cerâmica é descrita como material inorgânico, não metálico, fabricado a partir de matérias primas naturais cuja composição básica é: argila, feldspato, sílica, caulim, quartzo, filito, talco, calcita, dolomita, magnesita, cromita, bauxito, grafita e zirconita^{1,2}. De acordo com a quantidade de cada um desses constituintes, bem como da agregação de outros produtos químicos inorgânicos a composição pode apresentar-se de forma variada, o que resulta numa grande variedade de cerâmicas, desde simples vasos de barro até as cerâmicas odontológicas³.

Um dos primeiros registros na literatura do uso das cerâmicas na odontologia restauradora data do ano de 1794, quando o francês Alexis Duchateau observando a durabilidade e resistência do material ao manchar e à abrasão quando utilizados em utensílios domésticos, substituiu suas próteses totais confeccionadas com dentes de marfim por próteses de cerâmica⁴.

A cerâmica odontológica apresenta propriedades óticas e durabilidade química, que lhe confere aparência semelhante ao dente natural, sendo denominada de “porcelana dental”. Elas também se caracterizam por possuírem biocompatibilidade, natureza refratária, inércia química, friabilidade e baixa resistência à tração. Além dessas propriedades, possuem excelente estética e dureza, tornando-as amplamente aceitas tanto pelo profissional quanto pelo paciente da sociedade moderna, e possibilitando o rápido desenvolvimento deste material no contexto científico, preconizando avanços na odontologia⁵.

De acordo com a sua fase cristalina, a classificação atual das cerâmicas dentais é: feldspática, reforçada com leucita, dissilicato de lítio, aluminizada infiltrada por vidro, alumina densamente sinterizada e cerâmicas a base de zircônia⁵.

As cerâmicas a base de óxido de zircônio têm sido bastante estudadas em virtude de suas excelentes propriedades mecânicas, que são muito superiores em relação às demais cerâmicas odontológicas⁶. Garvie, em 1975, sugeriu a denominação de “aço cerâmico”, devido às altas propriedades mecânicas da zircônia⁷. Segundo Xible *et al.*⁸, a cerâmica policristalina a base de zircônia tetragonal parcialmente estabilizada por ítrio (Y-TZP) é composta de dióxido de zircônio (ZrO_2) exibindo uma estrutura polimórfica, que pode se apresentar em diferentes fases cristalinas, de acordo com a temperatura: monoclinica, tetragonal ou cúbica.

Com o objetivo de estabilizar a fase cúbica ou tetragonal na temperatura ambiente, o óxido de ítrio é adicionado na zircônia pura, gerando um material polifásico conhecido como zircônia estabilizada. A estabilização na fase tetragonal é responsável pela alta tenacidade à fratura de Y-TZP⁹. Este tipo de cerâmica foi inicialmente empregado na Medicina, pelos ortopedistas, devido ao sucesso com as suas propriedades e biocompatibilidade¹⁰. Na Odontologia pode-se destacar a viabilidade de uso das cerâmicas a base de Y-TZP na confecção de infra-estrutura de prótese parcial fixa, núcleos intrarradiculares^{11,12}, bem como para confecção de pilares para próteses sobre implantes⁷.

As cerâmicas de Y-TZP são comercialmente apresentadas apenas na forma de blocos, os quais, quando para confecção de infraestruturas de PPFs ou de *copings* podem ser fresados por um sistema computadorizado denominado *Computer Aided Design* - Unidade Computadorizada Acessória/*Computer Aided Machine* - Unidade Fresadora Acessória (CAD/CAM) ou por um Pantógrafo, o qual utiliza um sistema de fresagem manual para confecção das IEs.

Apesar da zircônia possuir excelentes características, dentre elas: alta resistência, dureza, módulo de elasticidade e estética favorável à dentição biológica^{13, 6}, a literatura tem demonstrado que a união entre o agente cimentante e a cerâmica de Y-TZP pode ser considerada ineficiente^{14,15}, fato que limita a sua indicação clínica, principalmente nos casos onde os preparos protéticos estão curtos ou com acentuada expulsividade, como nos casos de próteses parciais adesivas (*inlay bridge*).

Então, diversos procedimentos clínicos e laboratoriais têm sido utilizados para melhorar a união entre as cerâmicas de Y-TZP e o cimento resinoso, como o jateamento com diversos tipos de partículas ou a aplicação de soluções específicas (*primers*), a fim de tratar as superfícies a serem cimentadas¹⁶⁻¹⁸.

A técnica de jateamento com partículas de óxido de alumínio é preconizada por vários autores, devidos aos bons resultados de adesão. Contudo, a maioria dos estudos não apresentam investigações em longo prazo¹⁹⁻²². O jateamento além de remover a contaminação, promover um grau aceitável de rugosidade às cerâmicas policristalinas aumentando a área de contato e energia de superfície, resultando em melhoe molhamento e maior ângulo de contato^{23,24}. Tal tratamento de superfície se completa com aplicação de soluções no substrato cerâmico. O monômero ácido funcional Monômero, como o 10 metacriloxidecil dihidrogênio

fosfato (MDP) promove uma união estável com a zircônia, devido a capacidade de reação química com o dióxido de zircônia²⁵.

Há certo consenso na literatura acerca das vantagens e indicações da cimentação adesiva, que tem mostrado capacidade de conferir maior longevidade em tais restaurações, por reforçar a estrutura e aumentar a resistência à fratura. A literatura já demonstrou que as técnicas de cimentação convencional não promovem valores de adesão suficientes. Dentre as vantagens, citam-se melhor selamento de possíveis falhas da superfície interna, provocadas pela abrasão das partículas após o jateamento¹⁸.

Visando avaliar a influência de utilização de *primer* para tratar a superfície da zircônia quando do uso de cimentos resinosos, Dias de Souza *et al.* 2011²⁶, constataram uma maior resistência na união entre zircônia e cimento resinoso quando da utilização de um *primer*, mesmo após envelhecimento dessas amostras.

Behr *et al* 2011²⁷ estudaram a resistência ao cisalhamento de amostras que foram jateadas com partículas de óxido de alumínio previamente a cimentação, e submetidas 24 horas e 90 dias de armazenamento. Os valores acima de 10 Mpa foram considerados clinicamente suficientes, e as médias obtidas ultrapassaram esse valor.

O procedimento de cimentação é imprescindível para efetividade e longevidade na união da zircônia com o substrato dentário. Considerando-se que ocorre degradação do material em ambientes úmidos e em baixas temperaturas^{28,29}. Ademais, é importante haver uma coerência entre o tratamento de superfície e o cimento resinoso, a fim de que não haja maior possibilidade de infiltração, pela diminuição da resistência adesiva³⁰.

Em nosso estudo, buscou-se aumentar consideravelmente o tempo de envelhecimento, 60 dias, a fim de mimetizar as degradações hidrolíticas as quais tal união é submetida quando em condições do meio bucal.

Neste sentido, a proposta do presente estudo foi avaliar a influência de diferentes soluções, com ou sem jateamento com óxido de alumínio, na resistência de união entre um cimento resinoso e uma cerâmica de Y-TZP, verificar o efeito do tipo de solução nessa resistência de união e avaliar pela MEV e Esteriomicroscópio os tipos de fratura provenientes das falhas da união entre um cimento resinoso e a Y-TZP.

2. CAPÍTULO 1

O artigo a seguir foi submetido para publicação no periódico “Journal of Adhesive Dentistry”.

Title: Can Application of Universal Primers Alone be a Substitute for Air-borne Particle Abrasion to Improve Adhesion of Resin Cement to Zirconia?

Laudenice de Lucena Pereira, DDS, MSci^a / Fernanda Campos, DDS, MSci^b / Amanda Maria de Oliveira Dal Piva, DDS^c / Laísa Daniel Gondim, DDS^c / Rodrigo Othávio de Assunção e Souza, DDS, MSci, PhD^d / Mutlu Özcan, Dr.med.dent., PhD^e

^a *PhD Student, Federal University of Rio Grande do Norte (UFRN), Natal, Brazil*

^b *PhD Student, Univ. Estadual Paulista (UNESP), Institute of Science and Technology, Sao Jose dos Campos, Brazil*

^c *Federal University of Paraíba (UFPB), João Pessoa, Brazil*

^d *Adjunct Professor, Federal University of Rio Grande do Norte, Department of Restorative Dentistry, Division of Prosthodontics, Natal, Brazil*

^e *Professor, University of Zurich, Dental Materials Unit, Center for Dental and Oral Medicine, Clinic for Fixed and Removable Prosthodontics and Dental Materials Science, Zurich, Switzerland*

Short title: Effect of universal primers on adhesion to zirconia.

**Part of this study has been presented at the 90th General Session and Exhibition of the International Association for Dental Research (IADR), June, 20th-23rd, 2012, Iguacu Falls, Brazil.*

Contribution to the paper: Laudenice de Lucena Pereira, Fernanda Campos, performed the experiments, analyzed the data, wrote the manuscript, Amanda Maria de Oliveira Dal Piva, Laísa Daniel Gondim, performed a specific test, Rodrigo Othávio de Assunção e Souza, designed the study, wrote the manuscript, Mutlu Özcan designed the study, analyzed the data, and wrote the manuscript. All authors discussed the results and commented on the manuscript at all stages.

Correspondance to: *Adjunct Prof. Rodrigo O. A. Souza, DDS, MSc, PhD, Federal University of Rio Grande do Norte (UFRN), Department of Dentistry, Av. Salgado Filho,*

ABSTRACT

Purpose: This study evaluated whether universal primers alone could deliver similar level of adhesion of resin cement to zirconia ceramic when compared to their application in conjunction with air-borne particle abrasion. **Material and methods:** Sintered zirconia blocks (N=160) (Lava, 3M ESPE), (5.25 x 5.25 x 3 mm³) were embedded in acrylic resin, polished and randomly distributed into 16 groups (n=10 per group), according to the factors: "Universal primer" (8 levels) and "air-particle abrasion" (2 levels): Ctr (control without application of n universal primer), AP- Alloy Primer (Kuraray), MP- Monobond Plus (Ivoclar), MZP- Metal Zirconia Primer (Ivoclar Vivadent), MZ- MZ Primer (Angelus), Sg- Signum Zirconia Bond (Kulzer), SbU- Singlebond Universal (3M ESPE) and ZP- Z Prime Plus (Bisco). The universal primers were also used after air-abrasion (A) of zirconia composing the following groups: Ctr-A, AP-A, MP-A, MZP-A, MZ-A, Sg-A, SbU-A and ZP-A. Air-abrasion was achieved using Al₂O₃ particles (110 µm, 2.5 bar, 20 s at 10 mm) in a chairside air-abrasion device. After ultrasonic cleaning again, universal primers were applied according to each manufacturer's recommendation. The resin cement (RelyX ARC, 3M ESPE) were built incrementally and photo-polymerized on the zirconia surface using a silicone mold (Ø=3.5, height=3 mm). All specimens were stored in distilled water (60 days at 37°C) and then subjected to shear bond strength test (SBS) in a Universal Testing Machine (1 mm/min). On a separate set of zirconia specimens, contact angle measurements were made using the sessile drop technique with a goniometer after the application of universal primers on control and air-abraded zirconia surfaces. Data (MPa) were analyzed using one-way ANOVA and Tukey's, and Student's T-tests (alpha=0.05). **Results:** When universal primers were used alone, SbU presented significantly higher mean SBS (19.49±5.84) than those of other primers (0-9.93±6.61) (p=0.001). When air-abraded, the groups AP-A (14.06±6.05)^{ab}, MP-A (15.85±5.41)^{ab}, ZP-A (16.91±7.25)^{ab}, SG-A (19.1±2.06)^a, SbU-A (11.99±1.45)^b showed significant difference (p=0.03). Adhesive performance of all universal primers was enhanced after the air-abrasion, with the exception of the SbU and MZ primers. After air-abrasion, contact angle measurements were lower for the each primer (Without air-abrasion: 28.92-83.94; With air-abrasion: 27.16-63.01), except for MZP. **Conclusion:** Air-abrasion with 110 µm Al₂O₃ followed by universal primer application increased the bond strength of tested resin cement to zirconia, with the exception of SbU and MZ.

Key words: Adhesion, aluminum oxide, shear bond strength, wettability, yttria stabilized tetragonal zirconia

Introduction

Zirconia is a polycrystalline ceramic free of silica with higher chemical stability and resistance to corrosion. This ceramic presents high mechanical resistance, radiopacity and biocompatibility but clinical failures such as debonding,⁷ and chipping⁹ could limit its indication especially for resin-bonded fixed dental prosthesis (RBFDP).

It is generally accepted that air-borne particle abrasion procedures followed by silane application increases adhesion of resin cements to zirconia compared to other surface conditioning methods.^{1,6,8} This method coupled with resin cement containing 10-methacryloxydecyl dihydrogen phosphate monomer (MDP) delivers satisfactory adhesion results.⁶ However, air-abrasion procedures and the related deposition parameters may cause phase transformation from tetragonal to monoclinic, which may be detrimental for the durability of this ceramic.^{10,11} Hence, the use of other methods, without air-abrasion such as etchable glaze layer application^{3,4} or the use of universal primers^{1,2} on the cementation surface of zirconia FDPs were suggested. The primers used for zirconia are typically either based on γ -methacryloxypropyltrimethoxysilane (MPS),⁵ MDP or a combination of them both creating covalent bond between the crystalline ceramics and the resin cement.^{1,2} In addition, some universal primers also contain methacrylate monomers, fillers and solvents in their composition affecting their wettability properties.^{1,2} Currently, clinicians are under the dilemma of whether or not to air-abrade zirconia due to possible damaging effect of particles.

The objectives of this study therefore were to evaluate whether universal primers or silanes alone could deliver similar level of adhesion of resin cement to zirconia ceramic when compared to their application in conjunction with air-borne particle abrasion. The hypotheses tested were that a) the use of universal primers would increase adhesion and wettability of resin cement to zirconia and b) that all universal primers would perform similar in terms of adhesive strength.

Materials and Methods

The materials used in this study and their respective chemical compositions and manufacturers, are presented in the Table 1.

Specimens, Bonding Procedures and Testing

Zirconia blocks (N=160) (Lava, 3M ESPE, Seefeld, Germany) (5.25 x 5.25 x 3 mm³) (Lava, 3M ESPE, Seefeld, Germany) were cut from pre-sintered blanks, ground finished using silicon carbide papers of #600 to #800, (3M, St. Paul, USA) and sintered in a specific furnace (Lava Furnace 200, 3M ESPE) according to the manufacturer's recommendations. These as-sintered blocks were embedded in acrylic resin (Classic, São Paulo, Brazil), ground finished again using silicon carbide papers of #600 to #2000 (3M) and polished with polishing paste with a particle size of 10 μ m (Diamond Excel, FGM Dental Products, Joinville, SC, Brazil). Specimens were then ultrasonically cleaned in isopropyl alcohol for 5 minutes (Ultrasonic Cleaner, Cristófoli, Campo Mourão, Paraná, Brazil) The blocks were randomly allocated into

16 experimental groups, according the factors: "Universal primer/silane" (8 levels) and "air-particle abrasion" (2 levels) (Table 2).

Air-abrasion was achieved using Al_2O_3 particles (110 μm , 2.5 bar, 20 s at 10 mm) in a chairside air-abrasion device (Bio-Art, Sao Paulo, Brazil) attached to a metallic device. The specimens were again ultrasonically cleaned in isopropyl alcohol for 5 minutes. After ultrasonic cleaning, universal primers/silanes were applied according to each manufacturer's recommendation (Table 2). Control group received no primer.

The resin cement (RelyX ARC, 3M ESPE) were built incrementally in 3 layers and photo-polymerized on the zirconia surface using a silicone mold ($\varnothing=3.5$, height=3 mm). Each cement layer was photo-polymerized for 40 s (Radii Cal, SDI, Bayswater, Victoria, Australia) (light intensity=600mW/cm²).

All specimens were stored in distilled water (60 days at 37°C) and then subjected to shear bond strength test (SBS) in a Universal Testing Machine (1 mm/min) (Autograph AG-X 10KN, Shimadzu, Kyoto, Japan).

Failure Analysis

After debonding, failure types were analyzed ($\times 100$) using a stereomicroscope (Stemi 2000-C, Carl Zeiss, Jena, Germany). Failure types were classified as follows: PTF: Pre-test failures during aging; AD: Adhesive failure; CCer: Cohesive failure in the ceramic; CRes: Cohesive failure of resin cement and MIX: Mixed failure (adhesive failure together with cohesive failure in the cement).

Contact Angle Measurement

On a separate set of zirconia specimens of each group, contact angle measurements were made at room temperature (25°C). For this, the sessile drop technique (One Attension, Biolin Scientific Inc., Stockholm, Sweden) was used with a goniometer (Theta Lite II, Biolin Scientific Inc.). After the application of universal primers, a drop of distilled water was applied on the ceramic surface by a syringe and contact angle was measured for 10 seconds (30 frames per second).

Statistical Analyses

The means of each group were analyzed by 1-way analysis of variance (ANOVA) in two sets of group (with and without air-abrasion), with shear bond strength as the dependent variable and universal primers as the independent factors (Statistix 8.0 for Windows, Analytical Software Inc, Tallahassee, FL, USA). *P* values less than 0.05 were considered to be statistically significant in all tests. Multiple comparisons were made by Tukey's adjustment test and Student's t-test.

Results

While all specimens of groups Ctr and Ctr.A showed PTF failures during the specimen preparation, the specimens of the groups MZ-A, MZP and MZP-A presented PTFs during aging. PTFs were considered as 0 MPa.

When universal primers were used alone, SbU presented significantly higher mean SBS (19.49 ± 5.84) than those of other groups ($0-9.93 \pm 6.61$) ($p=0.001$) (Table 3). When air-abraded, the groups AP-A (14.06 ± 6.05)^{ab}, MP-A (15.85 ± 5.41)^{ab}, ZP-A (16.91 ± 7.25)^{ab}, SG-A (19.1 ± 2.06)^a, SbU-A (11.99 ± 1.45)^b showed significant difference ($p=0.03$). Adhesive performance of all universal primers was enhanced after the air-abrasion, with the exception of the SbU and MZ (Table 4).

Besides the PTFs, AD failure types were more frequently experienced followed by MIX failures (figure 1).

After air-abrasion, contact angle measurements were lower for each primer (Without air-abrasion: $28.92-83.94$; With air-abrasion: $27.16-63.01$), except for MZP (Table 4).

Discussion

Since durable adhesion between zirconia and resin cements is still a clinical challenge, the present study evaluated adhesion to this ceramic after application of universal primers/silanes with or without incorporation of air-particle abrasion. The use of almost all primers improved the adhesion between resin cement and zirconia, compared to the untreated control group. In addition, air-particle abrasion increased the adhesion and wettability for the majority of universal primers. Therefore, the first hypotheses could be accepted. Yet, with and without air-abrasion, universal primers/silanes showed significant difference in terms of adhesion. Thus, the second hypothesis is rejected. Although adhesion studies on zirconia often indicate favorable results with the use of silica-coated alumina particles followed by silanization, in this study, only alumina particles were used in order to eliminate the possible additional effect of silica particles and siloxane bonds formed through silane on zirconia.^{5,8} Air-particle abrasion with alumina particles increases the surface roughness, modifying the surface energy and wettability of the ceramic, improving the micromechanical retention. Indeed, this surface conditioning increased the adhesion almost two fold even after aging, with the exception of SbU which was a one-component primer based on MDP, dimetacrylate, HEMA, Vitrebond copolymer, filler, ethanol, water, initiators, silane. Possibly the water absorption of this primer resulted in decreased adhesion as a consequence of aging. Thus, it has to be noted that even though air-abrasion procedures may increase adhesion, hydrolytic degradation after aging may surpass the advantage gained from micromechanical retention. On the other hand, the high incidence of PTFs with MZ and MZP that contain practically no MDP, clearly indicates the necessity of this monomer for better conditioning of zirconia for either cementation or repair. Yet, the absence of cohesive failures in the zirconia substrate and the high incidence of adhesive failures, truly denote poor quality of adhesion to zirconia with or without air-abrasion.

In general, surface wettability of the universal primers increased after air-particle abrasion, characterized by reduction in the contact angle measurements. This property may

be of importance for microleakage between the resin material and zirconia but did not essentially contribute to improved bond strength.

Conclusions

1. Air-abrasion with 110 μm Al_2O_3 followed by universal primer application increased the bond strength of tested resin cement to zirconia, with the exception of SbU and MZ primers.
2. Adhesive failures were more commonly observed in all groups.
3. Air-abrasion improved wettability of zirconia.

Clinical Relevance

Except Scotchbond Universal, all universal primers showed increased bond strength of RelyX ARC to zirconia compared to control group and the results increased even further after air-abrasion. Scotchbond Universal may not necessitate air-abrasion when used in combination with this cement, providing that aging in water decreased its adhesion. The use of universal primers alone could not completely substitute air-abrasion in bonding to zirconia.

Acknowledgements This study was based on a master thesis submitted to the Dental School, Federal University of Paraíba (UFPB), João Pessoa, PB, Brazil, as part of the requirements for the MSci degree.

References

1. Amaral M, Belli R, Cesar PF, Valandro LF, Petschelt A, Lohbauer U. The potential of novel primers and universal adhesives to bond to zirconia. *J Dent* 2014;42:90-98.
2. Azimian F, Klosa K, Kern M. Evaluation of a new universal primer for ceramics and alloys. *J Adhes Dent* 2012;14:275-282.
3. Cura C, Özcan M, Isik G, Saracoglu A. Comparison of alternative adhesive cementation concepts for zirconia ceramic: glaze layer vs zirconia primer. *J Adhes Dent* 2012;14:75-82.
4. Everson P, Addison O, Palin WM, Burke FJT. Improved bonding of zirconia substructures to resin using a "glaze-on" technique. *J Dent* 2012;40:347-351.
5. Matinlinna JP, Heikkinen T, Özcan M, Lassila LV, Vallittu PK. Evaluation of the resin adhesion to zirconia ceramic using some organosilanes. *Dent Mater*. 2006; 22:824-31.
6. May LG, Passos SP, Capelli DB, Özcan 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;95:69-74.
7. Molin MK, Karlsson SL. Five-year clinical prospective evaluation of zirconia-based Denzir 3-unit FPDs. *Int J Prosthodont* 2008;21:223-227.
8. Özcan M, Kerkdijk S, Valandro LF. Comparison of resin cement adhesion to Y-TZP ceramic following manufacturers' instructions of the cements only. *Clin Oral Investig* 2008;12:279-282.

9. Raigrodski AJ, Hillstead MB, Meng GK, Chung KH. Survival and complications of zirconia-based fixed dental prostheses: a systematic review. J Prosthet Dent 2012;107:170-177.
10. Sato H, Yamada K, Pezzotti G, Nawa M, Ban S. Mechanical properties of dental zirconia ceramics changed with sandblasting and heat treatment. Dent Mater J 2008;27:408-414.
11. Souza ROA, Valandro LF, Melo RM, Machado JPB, Bottino MA, Özcan M. Air-particle abrasion on zirconia ceramic using different protocols: Effects on biaxial flexural strength after cyclic loading, phase transformation and surface topography. J Mech Behav Biomed Mater 2013;26:155-163.

Tables:

Brands	Material	Chemical Composition	Manufacturer	Batch number
Lava [®]	Y-TZP ceramics blocks	Zirconia (52% to 59%), oxygen (26% to 34%), Hafnium (3% to 5%), traces of alumina, silica and sodium (0.8% to 1.63%), pigments for coloring shading infrastructure: iron (0.2% to 1.6%), magnesium (0.2% to 0.4%), traces of erbium 66, cerium and praseodymium	3M ESPE, Seefeld, Germany	391266
Aluminum oxide (#110)	Aluminum oxide (110 µm)	Particles of aluminum oxide (110 µm)	Polidental Ltd, Sao Paulo, SP, Brazil	21567
Rely X [™] ARC	Dual polymerized resin cement	bis-GMA, TEGDMA, silica and zirconia glass powder, methacrylated phosphoric acid esters, silane-treated silica, sodium persulfate, glass powder, substituted dimethacrylate, sodium p-toluene sulfinate, calcium hydroxide	3M ESPE, Seefeld, Germany	N303733 e N389041
Alloy Primer	Metal Primer	MDP, VBATDT, acetone	Kuraray, Tokyo, Japan	0420AA
MZ Primer	Primer for metal, zirconia and alumina	P-HEMA, methacrylate acid, PMDM, Benzoyl peroxide, acetone	Angelus, Londrina, PR, Brazil	23942

Metal/ Zirconia Primer	Primer for zirconia	Phosphonic acid acrylate, dibenzoyl peroxide, Methylisobutylketon, tert- butylalcohol	Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein	P86951
Monobond Plus	Universal Primer	MDP, γ -MPTS, sulfide methacrylate, ethanol	Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein	P20536
Signum Zirconia Bond	Primer for zirçônia	Bond I: Acetone, MDP, acetic acid; Bond II: Methyl methacrylate, diphenyl(2,4,6- trimethylbenzoyl)phosphinoxide	Heraeus Kulzer, Hanau, Germany	010132
Z Prime Plus	Primer for zirconia, metal and alumina	MDP, BPDM, HEMA, ethanol	Bisco, Schaumburg, IL, USA	1200005007
Scotchbond Universal Adhesive	Primer for zirconia, metal alumina and silane	MDP, dimetacrylate, HEMA, Vitrebond copolymer, filler, ethanol, water, initiators, silane	3M ESPE, Seefeld, Germany	458640

bis-GMA: 2,2-bis[4(2-hydroxy-3-methacryloyloxy-propyloxy)-phenyl]-propane; TEGDMA: triethylene-glycoldimethacrylate; MDP: 10- Metacriloloxdecil dihydrogen phosphate; VBATDT: 6-(4- vinylbenzyl-n-propyl) amino-1,3,5- triazine-2,4-dithione; PMDM: bis(2-Methacryloyloxyethyl) Pyromellitate; γ -MPTS: 3-(trimethoxysilyl)propyl methacrylate; BPDM: Biphenyl dimethacrylate; HEMA: 2-hydroxyethyl methacrylate.

Table 1. Brands, types, chemical compositions, manufacturers and batch numbers of the materials used in this study.

Groups		Primer	Application protocol
Air-abrasion			
Without	With		
Ctr	Ctr-A	----	-
AP	AP-A	Alloy Primer	Apply one drop / wait for 10 s / gently air-dry for 5 s

MZ	MZ-A	MZ Primer	Apply one drop / wait for 180 s / gently air-dry for 5 s
MP	MP-A	Monobond Plus	Apply one drop / wait for 60 s / gently air-dry for 5 s
MZP	MZP-A	Metal/Zirconia Primer	Apply one drop / wait for 180 s / strongly air-dry for 5 s
SbU	SbU-A	Scotchbond Universal Adhesive	Apply one drop / agitate for 20 s / gently air-dry for 5 s/ photo- polymerize for 20 s
SG	Sg-A	Signum Zirconia Bond	Apply one drop from bottle 1 / wait for 60 s/ gently air-dry for 10 s / Apply one drop from bottle 2 / photo-polymerize for 40 s
ZP	ZP-A	Z Primer	Apply one drop / wait for 10 s / gently air-dry for 5 s

Table 2. Experimental groups according to the factors “air-particle abrasion”, “primer” and application protocol of primers according to each manufacturer`s instruction.

Groups	Pre-test Failures (n=10)	Shear Bond Strength (SD) (MPa)	p value
Ctr	10	0	0.001*
MZP	10	0	
MZ	0	5.10 (3.90) ^B	
AP	0	5.76 (2.66) ^B	
MP	1	6.21 (2.88) ^B	
ZP	0	8.06 (3.86) ^B	
SG	0	9.93 (6.61) ^B	
SbU	0	19.49 (5.84) ^A	
Ctr-A	10	0	
MZP-A	10	0	

MZ-A	10	0	0.039*
AP-A	0	14.06 (6.05) ^{ab}	
MP-A	0	15.85 (5.41) ^{ab}	
ZP-A	2	16.91 (7.25) ^{ab}	
SG-A	1	19.10 (2.96) ^a	
SbU-A	0	11.99 (1.45) ^b	

Table 3. Number of pre-test failures (debonding) and mean shear bond strength (Standard deviations) (MPa) for the experimental groups. Same uppercase capital letters for non air-abraded group and same uppercase small letters for air-abraded groups do not show significant difference (*p<0.05).

Primer	Shear Bond strength (MPa)		p-value	Contact angle (degrees)	
	Without APA	With APA		Without APA	With APA
Ctr	0	0	-	40.39	35.50
AP	5.76 (2.66)	14.06 (6.05)	0.001*	63.61	55.51
MP	6.21 (2.88)	15.85 (5.41)	0.000*	51.59	27.16
MZP	0	0	-	28.92	31.84
MZ	5.10 (3.90)	0	-	31.77	27.31
SG	9.93 (6.61)	19.10 (2.96)	0.000*	83.94	63.01
SbU	19.49 (5.84)	11.99 (1.45)	0.001*	70.05	44.68
ZP	8.06 (3.86)	16.91 (7.25)	0.004*	55.15	37.42

Table 4. Mean shear bond strength (standard deviations) (MPa) for primers with and without air particle-abrasion (APA) and contact angle measurements with and without air-abrasion (*p<0.05).

Figures:

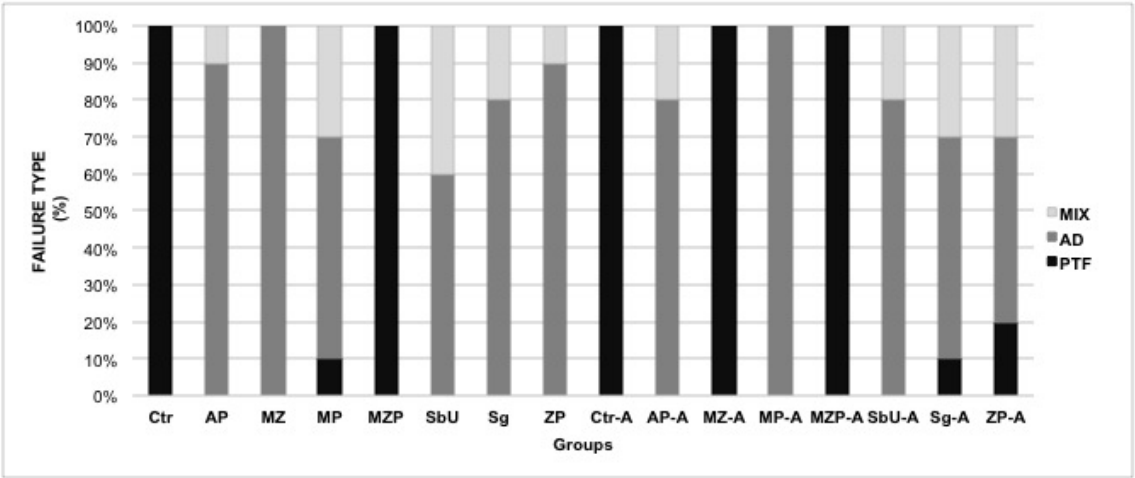


Fig. 1 Distribution of failure types (%) in each experimental group. PTF: Pre-test failures during aging; AD: Adhesive failure; C Cer: Cohesive failure in the ceramic; C Res: Cohesive failure of resin cement and MIX: Mixed failure (adhesive failure together with cohesive failure in the cement).

3. CONSIDERAÇÕES GERAIS

A utilização da cerâmica na odontologia é uma realidade devido às qualidades já consagradas. Atualmente o uso da cerâmica a base de óxido de zircônio Y-TZP tem sido bastante estudadas e utilizadas para confecção de *coopings* ou estruturas de próteses parciais fixas e próteses sobre implante. cerâmicas odontológicas, tais como: alta Apresenta excelentes propriedades mecânicas, bem superiores às demais resistência, dureza, baixo módulo de elasticidade e estética favorável.

A inexistência de um protocolo de união consagrado na literatura é um fator limitante para utilização da cerâmica de Y-TZP, em situações de preparos protéticos curtos e com expulsividade acentuada. Ademais, a zircônia é uma cerâmica policristalina ácido resistente, que não se enquadra aos tratamentos utilizados na cimentação de cerâmicas vítreas.

Dentre os vários tipos de tratamentos de superfície existentes, que visam melhorar a resistência de união entre a superfície cerâmica e o agente cimentante, o jateamento com partículas de óxido de alumínio associadas à aplicação de primers contendo MDP, possuem a capacidade de reagir e unir-se aos óxidos que compõem a estrutura dessa cerâmica, apresentando bons resultados.

Além da necessidade de obtenção de resistência de união adequada, a permanência dessa propriedade frente às alterações de temperatura, presença de umidade e fadiga mecânica são de suma importância para indicação de uso com adequada vida clínica. Logo, protocolos de envelhecimento que mimetizem as condições do meio bucal a fim de possibilitar análises da real influência sobre a durabilidade da união desta interface, precisam ser realizados.

4. CONCLUSÕES

1. O jateamento com partículas de óxido de alumínio com 110 µm seguido de aplicação do primer universal aumentou a resistência de união de cimento resinoso testado para zircônia, com exceção da Scotchbond Universal Adesivo e MZ primer;
2. As falhas mais comumente observadas em todos os grupos foram Adesivas; e
3. O jateamento com partículas de óxido de alumínio melhorou molhabilidade de zircônia.

5. REFERÊNCIAS¹

1. Craig RG, Powers JM. Materiais dentários restauradores. 11 ed. São Paulo: Ed Santos, 2004.
2. Noort R. Introdução aos materiais dentários. 2. ed. Porto Alegre: Artmed, 2004.
3. Kina S. Cerâmicas dentárias. R Dental Press Estét – v.2, n.2, p. 112-128, abr./maio/junho. 2005.
4. Kelly JR, Nishimura I, Campbell SD. J. Prosthet. Dent. 75, 1 (1996) 18.
5. Gomes EA, Assunção WG, Rocha EP, Santos PH. Cerâmicas odontológicas: o estado atual. São Paulo. 2008.
6. Sundh A, Molin M, Sjögren G. Fracture resistance of yttrium oxide partially-stabilized zirconia all-ceramic bridges after veneering and mechanical fatigue testing. Dent Mater, 2005; 2: 476–482.
7. Manicone, P F, Iommetti, P R, Rafaelli, L. An overview of zirconia ceramics: Basic properties and clinical applications. J. of Dentistry - v.35, p. 819-826. 2007.
8. Xible AA, de Jesus Tavares RR, de Araujo CR, 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: 224-9.
9. Luthard RG, Sandkuhl O, Reitz B. Zirconia-TZP and alumina advanced technologies for the manufacturing of single crowns. Eur J Prosthodont Rest Dent 1999; 7: 113-9.
10. Piconi C, Maccauro G: Zirconia as a ceramic biomaterial. Biomaterials 1999; 20: 1-25.
11. Suttor D, Bunke K, Hoescheler S, Hauptmann H, Hertlein G., Int. J. Comput. Dent. 4 (2001) 195.
12. Luthardt RG, Sandkuhl O, Reitz B. Eur. J. Prosthodont. Restor. Dent. 7 (1999) 113.
13. Zhang Y, Pajares A, Lawn BR. Fatigue and damage tolerance of Y-TZP ceramics in layered biomechanical systems. J Biomed Mater Res B Appl Biomater, 2004; 71: 166-171.
14. Dérand P, Dérand T. Bond strength of luting cements to zirconium oxide ceramics. Int J Prosthodont, 2000; 13(2): 131-5.
15. VALANDRO, L. F.; ÖZCAN, M.; AMARAL, R.; LEITE, F. P.; BOTTINO, M. A. Microtensile bond strength of a resin cement to silica-coated and silanized In-Ceram

¹ De acordo com as normas do PPGO/UFPB, baseadas na norma do International Committee of Medical Journal Editors - Grupo de Vancouver. Abreviatura dos periódicos em conformidade com o Medline.

- Zirconia before and after aging. *International Journal of Prosthodontics*, Lombard IL, 2007, v. 20, n. 1, p. 70-72, jan-fev.
16. Bottino MA, Valandro LF, Scotti R, *et al*: Effect of Surface Treatments on the Resin Bond to Zirconium-Based Ceramic. *The Int J of Prosthodont*, 2005; 18: 60–65.
 17. Della Bona A, Borba M, Benetti P, Cecchetti D. Effect of surface treatments on the bond strength of a zirconia-reinforced ceramic to composite resin. *Braz Oral Res* 2007; 21: 10-15.
 18. Qeblawi, D M, Muñoz, C A, Brewer, J D, Monaco, E A. The effect of zircônia surfasse treatment on flexural strenght shear bond strength to a resin cement. *J. of Prosthetic Dentristry*. 2010, V.103, n 4, p 210-220.
 19. Ozcan M; Kerkdijk S.; Valandro L.F. Comparision of resin cement adhesion to Y-TZP ceramic following manufactures' instructions of the cements only. *Clin Oral Investig*. 2008a; 12(3): 279-282.
 20. de Souza G M, Silva NR, Paulillo LA. De Goes MF, Rekow ED, Thompson VP. Bond strenght to high-crystalline content zirconia after diferentes surfaces treatments. *J Biomed Mater Res B Apply Biomater*. 2010: 93 (2): 318-323.
 21. Monaco C., Cardelli P., Scotti R., Valandro LF. Pilot evaluation of four experimental conditioning treatments to improve the bond strenght between resin cement and Y-TZP ceramic. *J. Prosthodont*. 2011: 20 (2): 97-100.
 22. Kulunk S., Kulunk T, Ural C., Kurt M. Baba S. Effect of air abrasion particles on the bond strength of adhesive resin cement to zirconia core. *Acta Odontologica Scandinavica*. 2011. 69 (2): 88-94.
 23. Oyague, R. C.; Monticelli, F.; Toledano, E. O.; Ferrari, M.; Osorio R. Influence of surface treatments and resin cement seletion on bonding to denselysintered zirconium-oxide ceramic. *Dental Material*, v. 25, p. 172-179, 2009
 24. Amaral R, Ozcan M, Bottino MA, Valandro LF,. Microtensile bond strength of a resin cement to glass infiltred zirconia-reinforced ceramic: the effect of surface conditioning. *Dent Mater* 2006; 22: 283-90.
 25. Kern M, Wegner S: Bonding to zirconia ceramic: adhesion methods and their durability. *Dent Mater* 1998; 14: 64-71.
 26. Dias de Souza GM, Thompson VP, Braga RR. Effect of metal primers on microtensile bond strength between zircônia and resin cements. *J Prosthet Dent* 2011;105: 296-303.
 27. Behr M, Proff P. Kolbeck C, Langrieger S. Kunze G et al. The bond strength of the resin-to-zirconia interface using different bonding concepts. *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Material*, 2011: 4 (1): 2-8.
 28. Mirmohammadi H. Aboushelib MNM, Salameh Z. Feilzer AJ, Kleverlaan CJ. Innovations in bonding to zirconia based ceramics: Part III. Phosphate monomer resin cements. *Dental Materials*. 2010: 26 (8) :786-92.

29. Nakamura T, Usami H, Ohnishi H, Takeuchi M, Nishida H, Sekino T, et al. The effect of adding silica to zirconia to counteract zirconia's tendency to degrade at low temperatures. *Dental Materials Journal*. 2011; 30 (3): 330-5.
30. Kim MJ, Kim Y K, Kim K-H, K Won T-Y. Shear bond strength of various luting cements to zirconia ceramic: surface chemical aspects. *Journal of Dentistry*. 2011; 39 (11): 795-803.