

PONTIFÍCIA UNIVERSIDADE CATÓLICA DE MINAS GERAIS  
Programa de Pós-Graduação em Odontologia

Eduardo da Costa Soares

**EFEITO DO USO DO SILANO E DO TIPO DE SISTEMA ADESIVO NA  
RESISTÊNCIA AO CISALHAMENTO DE UM CIMENTO AUTOADESIVO EM  
CERÂMICA DE ZIRCÔNIA**

Belo Horizonte

2021

Eduardo da Costa Soares

**EFEITO DO USO DO SILANO E DO TIPO DE SISTEMA ADESIVO NA  
RESISTÊNCIA AO CISALHAMENTO DE UM CIMENTO AUTOADESIVO EM  
CERÂMICA DE ZIRCÔNIA**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Odontologia da Pontifícia Universidade Católica de Minas Gerais, como requisito parcial para a obtenção do título de Mestre em Odontologia, Área de Concentração: Clínicas Odontológicas, Área Temática: Prótese Dentária.

Linha de Pesquisa: Propriedades físicas, químicas e biológicas dos materiais odontológicos.

Orientador: Prof. Dr. Alberto Nogueira da Gama Antunes

Belo Horizonte

2021

#### FICHA CATALOGRÁFICA

Elaborada pela Biblioteca da Pontifícia Universidade Católica de Minas Gerais

|       |                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                  |
|-------|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| S676e | <p>Soares, Eduardo da Costa</p> <p>Efeito do uso do silano e do tipo de sistema adesivo na resistência ao cisalhamento de um cimento autoadesivo em cerâmica de zircônia / Eduardo da Costa Soares. Belo Horizonte, 2021.</p> <p>52 f. : il.</p> <p>Orientador: Alberto Nogueira da Gama Antunes</p> <p>Dissertação (Mestrado) - Pontifícia Universidade Católica de Minas Gerais. Programa de Pós-Graduação em Odontologia</p> <p>1. Cerâmica odontológica. 2. Materiais cerâmicos odontológicos. 3. Restauração (Odontologia). 4. Cimentos dentários. 5. Resinas acrílicas dentárias - Avaliação. 6. Resistência ao cisalhamento. 7. Materiais dentários. 8. Adesivos dentários. I. Antunes, Alberto Nogueira da Gama. II. Pontifícia Universidade Católica de Minas Gerais. Programa de Pós-Graduação em Odontologia. III. Título.</p> <p>CDU: 616.314-08</p> |
|-------|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|

Eduardo da Costa Soares

**EFEITO DO USO DO SILANO E DO TIPO DE SISTEMA ADESIVO NA RESISTÊNCIA AO CISALHAMENTO DE UM CIMENTO AUTOADESIVO EM CERÂMICA DE ZIRCÔNIA**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-graduação em Odontologia da Pontifícia Universidade Católica de Minas Gerais, como requisito parcial para obtenção do título de Mestre em Odontologia. Área de Concentração: Clínicas Odontológicas – Área Temática: Prótese Dentária.

**COMPOSIÇÃO DA BANCA EXAMINADORA:**

- 1- Prof. Dr. Ricardo Rodrigues Vaz – UFMG
- 2- Prof. Dr. Pedro Américo Almeida Magalhães Júnior – PUC Minas
- 3- Prof. Dr. Alberto Nogueira da Gama Antunes – PUC Minas

**DATA DA APRESENTAÇÃO E DEFESA: 20 de dezembro de 2021**

**A dissertação, nesta identificada, foi aprovada pela Banca Examinadora**

Prof. Dr. Alberto Nogueira da Gama Antunes

**Orientador**

Prof. Dr. Rodrigo Villamarim Soares

**Coordenador do Programa de Pós-graduação em Odontologia**

À minha mãe, Clélia Lúcia.

## **AGRADECIMENTOS**

Agradeço a Deus por ter me permitido concluir mais uma importante etapa profissional e ter me guiado com sabedoria, saúde e discernimento.

À minha família, pela compreensão e carinho, especialmente ao meu pai Darcy Soares Filho (*in memoriam*) e à minha mãe Clélia Lúcia, por todo o apoio e importância dados à minha educação e formação pessoal e profissional.

Ao meu orientador e professor Alberto Nogueira da Gama Antunes, pela generosidade e tempo a mim dedicados através do seu precioso dom de ensinar e compartilhar.

Aos meus colegas de mestrado, pelo carinho, respeito e convívio compartilhados.

À PUC Minas e seu corpo docente, pela excelência e comprometimento como ensino de qualidade.

## RESUMO

O objetivo deste estudo foi de avaliar o efeito da aplicação de diferentes adesivos universais e convencionais na resistência de união de um cimento resinoso autoadesivo em uma cerâmica de zircônia. Foram utilizados fragmentos de zircônia (Prettau Anterior, Zirkonzahn, Liechtenstein), onde foram cimentados cilindros de resina Z100 (3M ESPE, EUA), formando 10 grupos, totalizando 160 amostras, de acordo com o tratamento de superfície (com e sem associação silano), utilizando os diferentes adesivos contendo ou não 10-MDP (Single Bond Universal, Single Bond 2, 3M ESPE EUA; Ambar Universal APS, FGM; Prime e Bond 2.1, Dentsply). As amostras foram fotoativadas por 20 segundos utilizando o aparelho fotoativador Valo (Ultradent, EUA) na potência de  $1000 \text{ mW/cm}^2$  e armazenados em água destilada por 24 horas, em temperatura ambiente. O ensaio de resistência ao cisalhamento ( $0,5 \text{ mm/minuto}$ ) na máquina de ensaios universais Emic 500 (Emic Model 500; São José dos Pinhais, Brasil) foi usado com o intuito de avaliar quantitativamente a união entre o cimento resinoso e a cerâmica de zircônia. A força em Newtons (N) da quebra dos corpos de prova foi anotada e posteriormente convertida em MegaPascal (MPa). Após a obtenção dos valores em Mpa, os dados foram submetidos ao teste estatístico de Kolmogorov-Smirnov para verificação da normalidade. Em seguida, o teste estatístico apropriado foi usado para posterior verificação de diferença entre os valores de resistência de união entre os grupos experimentais. A análise estatística foi feita com o teste de Análise de variância convencional e Análise de variância 1-fator de Dunnet bilateral, com nível de significância de 5% para obtenção dos valores e diferenças estatísticas entre os grupos analisados. Dentro das limitações do presente estudo, foi possível concluir que sem aplicar o agente silano, a adesão do U200 à cerâmica foi melhorada com o uso dos adesivos convencionais. Na condição de uso do agente silano, apenas o Prime & Bond 2.1 apresentou aumento do valor de resistência de união entre cimento e cerâmica quando comparado ao grupo controle. Finalmente, o uso do silano não representa aumento dos valores de resistência de união em relação aos adesivos que não tiveram a aplicação prévia deste material.

Palavras-chave: Cerâmica. Resistência ao cisalhamento. Materiais. Silanos. Adesivos.

## ABSTRACT

The objective of this study was to evaluate the effect of applying different universal and conventional adhesives on the bond strength of a self-adhesive resin cement to a zirconia ceramic. Zirconia fragments (Prettau Anterior, Zirkonzahn, Liechtenstein) were used, where Z100 resin cylinders (3M ESPE, USA) were cemented, forming 10 groups totaling 160 samples, according to the surface treatment (with and without silane association) to cement temperature (ambient) using different primers containing or not 10-MDP (Single Bond Universal, Single Bond 2, 3M ESPE USA; Ambar Universal APS, FGM; Prime and Bond 2.1, Dentsply). The samples were photoactivated for 20 seconds using the Valo photoactivated device (Ultradent, USA) at 1000 mW/cm<sup>2</sup> and stored in distilled water for 24 hours at room temperature. The shear bond strength test (0.5mm/minute) in the universal testing machine Emic 500 (Emic Model 500; São José dos Pinhais, Brazil) was used in order to quantitatively evaluate the bond between resin cement and ceramic. zirconia. The force in Newtons (N) of the breaking of the specimens was noted and later converted to MegaPascal (Mpa). After obtaining the values in MPa, the data were submitted to the Kolmogorov-Smirnov statistical test to verify normality. Then, the appropriate statistical test was used to further verify the difference between the bond strength values between the experimental groups. Statistical analysis was performed using the conventional analysis of variance test and bilateral Dunnett's 1-factor analysis of variance, with a significance level of 5% to obtain the values and statistical differences between the groups analyzed. Within the limitations of the present study, it was possible to conclude that without applying the silane agent, the adhesion of U200 to ceramics was improved with the use of conventional adhesives. In the condition of using the silane agent, only Prime & Bond 2.1 showed an increase in the bond strength value between cement and ceramic when compared to the control group. Finally, the use of silane does not represent an increase in bond strength values in relation to adhesives that have not had the prior application of this material.

Keywords: Ceramic. Shear bond strength. Materials. Silane. Adhesives.



## LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

|                    |                                                           |
|--------------------|-----------------------------------------------------------|
| 10-MDP             | 10-Metacriloxidecil dihidrogênio fosfato                  |
| °C                 | Graus Celsius                                             |
| μm                 | Micrometro                                                |
| H                  | Horas                                                     |
| mJ                 | Microjaule                                                |
| mm                 | Milímetro                                                 |
| MPa                | Mega Pascal                                               |
| n                  | Número de amostras por grupo                              |
| N                  | Newtons                                                   |
| nW/cm <sup>2</sup> | Miliwatts por centímetro quadrado                         |
| Y-TZP              | Zircônia Policristalina Tetragonal estabilizada por Ítrio |

## LISTA DE FIGURAS

|                                                                                                         |    |
|---------------------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| Figura 1: Fragmentos de zircônia embutidos em resina acrílica autopolimerizável em uma junta dePVC..... | 27 |
| Figura 2: Confeção de cilindros utilizando resina z100 .....                                            | 28 |
| Figura 3: Amostras dos corpos de prova.....                                                             | 28 |
| Figura 4: Cimentação cilindros de resina à zircônia .....                                               | 30 |
| Figura 5: Armazenamento água destilada por 24h.....                                                     | 30 |
| Figura 6: Ensaio mecânico Emic 500 .....                                                                | 31 |
| Figura 7: Dispositivo para ensaio ao cisalhamento.....                                                  | 32 |

## LISTA DE QUADROS

|                                                                             |    |
|-----------------------------------------------------------------------------|----|
| Quadro 1: Organização dos grupos a serem cimentados com o cimento U200..... | 29 |
| Quadro 2: Materiais utilizados .....                                        | 33 |

## SUMÁRIO

|                                 |    |
|---------------------------------|----|
| 1 INTRODUÇÃO.....               | 21 |
| 2 OBJETIVOS .....               | 25 |
| 2.1 Objetivo geral .....        | 25 |
| 2.2 Objetivos específicos ..... | 25 |
| 3 MATERIAL E MÉTODOS .....      | 27 |
| 4 ARTIGO CIENTÍFICO .....       | 35 |
| 5 CONSIDERAÇÕES FINAIS.....     | 49 |
| REFERÊNCIAS .....               | 51 |

## 1 INTRODUÇÃO

Tradicionalmente, na Odontologia, as cerâmicas foram aplicadas sobre superfícies metálica chamadas de infraestruturas metálicas. Este conjunto ficou conhecido como restauração do tipo metalocerâmica.

A parte metálica sustenta o material cerâmico, além de ser a responsável por conferir resistência mecânica aos esforços mastigatórios. Esta característica permitia que restaurações de espaços protéticos extensos pudessem ser conduzidas com as metalocerâmicas. Adicionalmente, o metal permitia adequados valores de adaptação marginal aos preparos protéticos durante o planejamento de reabilitações orais.

No entanto, a estética muitas vezes não era satisfatória. Em algumas ocasiões era difícil escolher a aparência do metal com as cerâmicas conhecidas como opacas. Isso resultava em uma restauração muito artificial. Outra característica era que o metal apresentava corrosão ao longo do tempo e os óxidos metálicos acabavam manchando a face estética cerâmica. A solução para este problema foi a de criar cerâmicas reforçadas com aditivos químicos, de modo que dispensassem o uso da infraestrutura metálica.

Atualmente, são várias as técnicas de processamento e tipos de cerâmicas que estão disponíveis para serem usadas sem metal. A tentativa de solucionar problemas em relação aos materiais restauradores levaram os pesquisadores a buscar soluções que desenvolvessem materiais com características de resistência similares às metalocerâmicas e, ao mesmo tempo, com uma estética, estabilidade de cor e biocompatibilidade com os tecidos bucais.

As pesquisas na ciência de materiais cerâmicos levaram ao desenvolvimento e introdução de uma classe de materiais na odontologia a base de zircônia, alumina, leucita e dissilicato de lítio (ATAOL, 2018; BALDISSARA *et al.*, 2010; BLATZ; SADAN; KERN, 2003). Estes sistemas totalmente cerâmicos têm sido amplamente utilizados na odontologia para restaurar indiretamente os dentes fraturados, perdidos e cariados, principalmente devido à crescente demanda para tratamento estético. Mecanicamente, é seguro dizer que estes materiais cerâmicos reforçados são capazes de suportar os esforços mastigatórios sem apresentar fraturas. Porém, o sucesso clínico depende de outros fatores, entre eles, o fator cimentação.

A etapa de cimentação pode ser descrita como a colocação de um material entre a parte interna da restauração protética e o remanescente dental. Este material

é chamado de cimento e, logo após sua manipulação, deve ser fluido o suficiente para promover preenchimento das micro irregularidades disponíveis nas superfícies envolvidas. O sucesso clínico a longo prazo da ligação entre cerâmica dentária e cimentos resinosos depende principalmente da composição do material cerâmico e do procedimento da cimentação (TIAN *et al.*, 2014).

O tipo de cimento e a técnica de cimentação desempenham papéis significativos no sucesso clínico e na longevidade das restaurações totalmente em cerâmica. Nessa situação, recomenda-se o uso de cimentos resinosos para a cimentação de restaurações totalmente em cerâmica, especialmente aquelas que utilizam cerâmicas à base de sílica (GUNDOGDU; ALADAG, 2018). O cimento resinoso penetra nas irregularidades da superfície interna da restauração, e a interface dente-cimento resinoso-cerâmica permite uma transferência efetiva da tensão gerada durante a função mastigatória da cerâmica ao dente, o que impedirá o início da trinca e posteriores fraturas. As vantagens adicionais dos cimentos resinosos são que eles são mais translúcidos que os cimentos de ionômero de vidro e fosfato de zinco e estão disponíveis em cores diferentes (GUNDOGDU; ALADAG, 2018).

A união cimento resinoso/cerâmica rica em silício pode ser reforçada por meio de uma superfície porosa, aplicando-se ácido fluorídrico (5% a 9,5%) e um agente de silanização logo em seguida. Dessa forma cria-se uma superfície cerâmica apta a se unir quimicamente aos materiais resinosos da cimentação. Conceitualmente, a zircônia é uma cerâmica policristalina de zircônia tetragonal polimorfo, estabilizada por ítrio (Y-TZP), utilizada na odontologia como biomaterial de características e propriedades marcantes, como alta resistência à fratura, versatilidade e estabilidade de cor superiores às demais cerâmicas odontológicas (DENRY; KELLY, 2008; KIM *et al.*, 2013).

Embora as restaurações de zircônia sejam cada vez mais indicadas para a reabilitação dentária, elas possuem uma limitação quanto à adesão da resina, devido à sua inércia e baixa energia superficial. A fase vítrea não existe na estrutura da zircônia, ou é muito pouca, o que torna a zircônia inerte ao ácido fluorídrico. Por esse motivo, os métodos convencionais de preparação de superfície são ineficazes para a cerâmica de zircônia e são necessárias técnicas alternativas (TANIS *et al.*, 2018).

A limitação quanto ao seu tratamento de superfície tem como consequência a dificuldade no processo de união dos cimentos resinosos com a superfície de cerâmicas à base de zircônia. Tradicionalmente, a zircônia vem sendo tratada pelo

método mecânico, isto é, jateamento com partículas de alumina de 50 µm de tamanho. Porém, essa modalidade de tratamento recebe crítica de alguns autores por causa da criação de trincas durante o jateamento. Assim sendo, a adesão cimento-zircônia pode ser melhorada por meio de alguns métodos como uso de monômeros autocondicionantes presentes em *primers* para metal e, mais recentemente, em *primers* para cerâmica (BLATZ *et al.*, 2007; FRANKENBERGER; KRAMER; SINDEL, 2000; OZCAN; ALKUMRU; GEMALMAZ, 2001).

O 10-MDP foi introduzido em *primers* cerâmicos e usado junto a ácidos carboxílicos, silanos ou outros monômeros de resina adesiva para promover a ligação química à zircônia (KITAYAMA *et al.*, 2010). O uso de monômeros que contêm radical fosfato, como é o caso do MDP (10-metacriloiloxidecil fosfato de di-hidrogênio), pode ser usado como método de tratamento químico desta superfície de zircônia (ALHELOU, 2016; FOXTON *et al.*, 2011; MATTIELLO *et al.*, 2013; QEBLAWI *et al.*, 2010). Acredita-se que a inclusão de todos os reagentes em um único frasco desempenha papéis distintos na ligação zircônia-resina, com 10-MDP usado para formação de ligações químicas fortes, silano para modificação de energia de superfície do material em que o produto é aplicado e o HEMA como co-solvente (CHEN; SHEN; SUH, 2013). Atualmente, os adesivos universais contendo estes monômeros autocondicionantes para serem aplicados de maneira multiuso surgiram como alternativa para hibridização dos tecidos dentais. Como possuem em sua composição uma quantidade destes monômeros, estes materiais poderiam ser usados como forma de tratamento químico da superfície da zircônia. Recentes tentativas vêm sendo testadas por autores com o intuito de definir e/ou testar a união cerâmica/cimento resinoso (TAGUCHI *et al.*, 2018; YAGAWA *et al.*, 2018; YANG *et al.*, 2018).

Em razão do número de possibilidades do tratamento da superfície da zircônia, dúvidas a respeito da combinação de materiais podem acontecer. Portanto, o objetivo do presente estudo foi o de analisar o efeito de aplicação de diferentes *primers* na resistência ao cisalhamento de um cimento resinoso autoadesivo a uma cerâmica de zircônia com ou sem a cobertura com agente silano.

## **2 OBJETIVOS**

### **2.1 Objetivo geral**

Avaliar o efeito dos materiais envolvidos na cimentação no valor da resistência ao cisalhamento de um cimento resinoso autoadesivo.

### **2.2 Objetivos específicos**

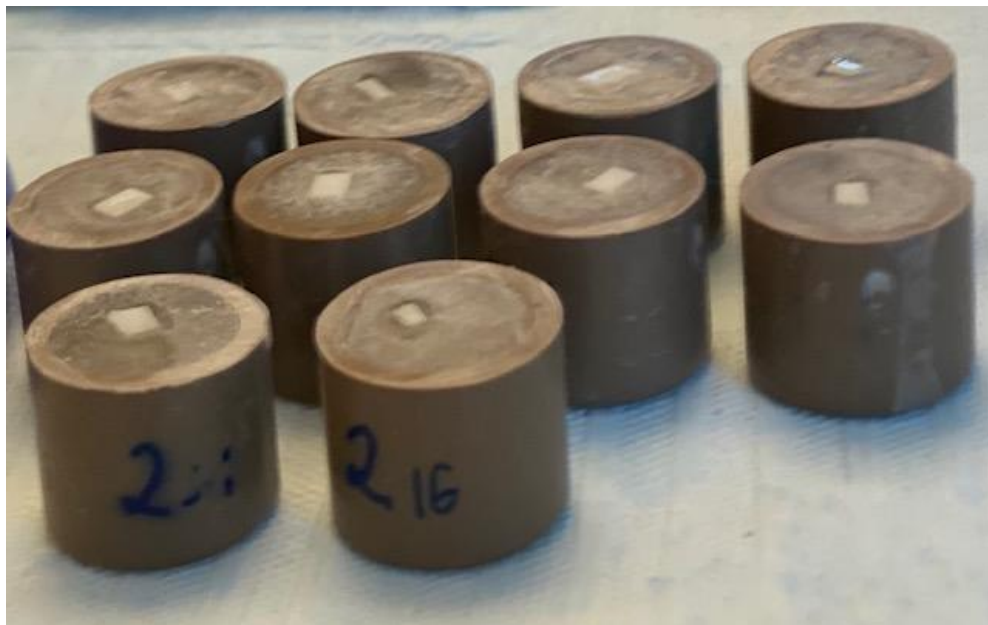
- a) avaliar o efeito do tipo de adesivo na resistência de união do cimento resinoso autoadesivo em cerâmica de zircônia, sem o prévio tratamento com silano;
- b) avaliar o efeito do tipo de adesivo na resistência de união do cimento resinoso autoadesivo em cerâmica de zircônia, tratada previamente com o silano;
- c) avaliar o efeito do uso do silano no valor de resistência ao cisalhamento de cada um dos sistemas adesivos testados.



### 3 MATERIAL E MÉTODOS

Foram produzidos 160 fragmentos de zircônia (Prettau Anterior, Zirkonzahn, Liechtenstein) nas seguintes dimensões: 5 mm x 5 mm x 2 mm. Cada fragmento foi embutido em resina acrílica, em um molde de Policloreto de Polivinila (PVC) de meia polegada (Tigre, Brasil). Após a presa da resina acrílica, a superfície deste conjunto foi polida com lixa 600 (3M, EUA) grão P600 de carbeto de silício com o intuito de homogeneizar as superfícies, removendo irregularidades que poderiam interferir no teste a ser realizado. As peças foram lavadas em seguida.

**Figura 1: Fragmentos de zircônia embutidos em resina acrílica autopolimerizável em uma junta dePVC**



**Fonte: Elaborado pelo autor**

Também foram confeccionados 160 cilindros de resina composta Z100 (3M ESPE, EUA), na cor A2, com o auxílio de elástico de afastamento interdental ortodôntico (Morelli, BR). Tais cilindros foram confeccionados com o diâmetro da base de 3 mm. A escolha da resina se baseou no seu custo-benefício e às suas propriedades quanto à resistência ao desgaste, dureza, compressão e fratura, totalizando 160 corpos de prova ou 160 amostras.

**Figura 2: Confeção de cilindros utilizando resina z100**



Fonte: Elaborado pelo autor

**Figura 3: Amostras dos corpos de prova**



Fonte: Elaborado pelo autor

Estes conjuntos foram aleatoriamente distribuídos em 2 grupos: G1 e G2, ambos subdivididos em grupo controle e tratamento, em que foi associada ou não a aplicação do agente silano, conforme critérios descritos abaixo:

**Quadro 1: Organização dos grupos a serem cimentados com o cimento U200**

| <b>Grupo</b> | <b>Silano</b> | <b>Adesivo</b>        | <b>Denominação</b> |
|--------------|---------------|-----------------------|--------------------|
| <b>G1</b>    | não           | não                   | G1 controle        |
|              | não           | Single Bond Universal | G1 SBU             |
|              | não           | Single Bond 2         | G1 SB2             |
|              | não           | Ambar Universal APS   | G1 AU              |
|              | não           | Prime e Bond 2.1      | G1 P&B 2.1         |
| <b>G2</b>    | sim           | não                   | G2 controle        |
|              | sim           | Single Bond Universal | G2 SBU             |
|              | sim           | Single Bond 2         | G2 SB2             |
|              | sim           | Ambar Universal APS   | G2 AU              |
|              | sim           | Prime e Bond 2.1      | G2 P&B 2.1         |

Fonte: Elaborado pelo autor

Dada a etapa de confecção, realizamos a cimentação dos cilindros de resina compostas nas superfícies de zircônia. Nos grupos onde o tratamento de superfície foi realizado, o *primer* selecionado foi aplicado de forma ativa por 10 segundos, 20 segundos e, por fim, a fotoativação por 20 segundos, utilizando o fotopolimerizador Valo (ULTRADENT, EUA), na potência 100 mW/cm<sup>2</sup> por cima do pequeno cilindro de resina composta. Em seguida, as amostras foram armazenadas em água destilada por 24 horas em temperatura ambiente. Este armazenamento permite um tempo maior para a reação química de presa do cimento. É sabido que a água destilada é um meio úmido mais padronizado com menor concentração de íons além de H<sub>2</sub>O.

**Figura 4: Cimentação cilindros de resina à zircônia**



Fonte: Elaborado pelo autor

**Figura 5: Armazenamento água destilada por 24h**



Fonte: Elaborado pelo autor

Após este período, foi realizado o ensaio mecânico de resistência ao cisalhamento, onde cada pequeno corpo de prova ( $n=16$ ) foi fixado em um dispositivo para ensaios de cisalhamento (Odeme; Luzema, Santa Catarina, Brasil), adaptado à máquina de ensaios universais Emic 500 (Emic Model 500; São José dos Pinhais,

Brasil). A velocidade de movimentação do cinzel foi de 0,5 mm por minuto. A força em Newtons (N) da quebra dos corpos de prova foi anotada para que posteriormente fosse convertida em MegaPascal (MPa), em função da área de contato de cada cimento com a cerâmica.

**Figura 6: Ensaio mecânico Emic 500**



Fonte: Elaborado pelo autor

**Figura 7: Dispositivo para ensaio ao cisalhamento**



**Fonte: Elaborado pelo autor**

A análise estatística foi conduzida com o GraphPad Software (EUA). Primeiro, os dados foram submetidos a análise de normalidade pelo teste de Kolmogorov-Smirnov, para depois o teste paramétrico ou não-paramétrico ser usado.

A análise estatística foi feita com Análise de variância 1-fator e post-hoc de Dunnet, com nível de significância de 5% para verificação de diferenças estatisticamente significantes entre os grupos que usaram adesivos em relação aos seus respectivos grupos controles. Em seguida, o teste t independente foi aplicado para comparação entre as condições experimentais com silano e sem silano.



**Quadro 2: Materiais utilizados**

| <b>Material/ Fabricante</b>                      | <b>Composição</b>                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                             |
|--------------------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| <b>Resina Z100/ 3M ESPE</b>                      | <ul style="list-style-type: none"> <li>. Bisfenol-A glicidilmetacrilato (Bis-GMA)</li> <li>. Trietilenoglicolmetacrilato (TEGDMA)</li> <li>. Zircônia (Sílica)</li> </ul>                                                                                                                                                                                                                                                     |
| <b>Cimento resinoso DualRelyX U200/ 3M ESPE.</b> | <ul style="list-style-type: none"> <li>. Monômeros mono, di e/ou multi-metacrilatos</li> <li>. Bisfenol-A glicidilmetacrilato (Bis-GMA)</li> <li>. Trietilenoglicol (TEGDMA)</li> <li>. Dimetacrilato de uretano (UDMA)</li> <li>. Hidroxietilmetacrilato (HDMA)</li> <li>. Metacriloiloxidecil dihidrogênio fosfato (10-MDP)</li> <li>. Partículas de carga inorgânica: quartzo, vidro de bário, sílica coloidal.</li> </ul> |
| <b>Zircônia/ Prettau Anterior/ Zirkonzahn</b>    | . ZrO <sub>2</sub> , Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (Max. 12%), Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (Max. 1%), SiO <sub>2</sub> (Max. 0,02%), Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (Max. 0,01%).                                                                                                                                                                                                                                          |
| <b>Single Bond 2/ 3M ESPE</b>                    | . BisGMA, HEMA, dimetacrilatos, etanol, água, copolímero funcional de metacrilato de ácidos poliacrílico e polialcenóico.                                                                                                                                                                                                                                                                                                     |
| <b>Ambar Universal APS/ FGM</b>                  | . MDP, monômeros metacrílicos, fotoiniciadores, coíniadores, estabilizante, nanopartículas de sílica, etanol.                                                                                                                                                                                                                                                                                                                 |
| <b>Prime Bond 2.1/DENTSPLY Silano/ Angelus</b>   | <ul style="list-style-type: none"> <li>. Monômeros metacrílicos, fotoiniciador, etanol, acetona e carga inerte.</li> <li>. Silano, etanol, grupo metileno, silício.</li> </ul>                                                                                                                                                                                                                                                |

Fonte: Elaborado pelo autor

#### 4 ARTIGO CIENTÍFICO

**Effect of the use of silane and adhesive system on the shear strength of a self-adhesive cement in zirconia**

Periódico para o qual o artigo será submetido: **International Journal of Dentistry (B2).**

As normas para submissão do periódico encontram-se no link abaixo:  
<https://periodicos.ufpe.br/revistas/dentistry/article/view/14123/16986>



## **Dentística**

### **Effect of the use of silane and adhesive system on the shear strength of a self-adhesive cement in zirconia**

*Effect of the silano and adhesive system in ceramic zirconia*

### **Efeito do uso do silano e de sistema adesivo na resistência de um cimento autoadesivo em zircônia**

*Efeito do silano e sistema adesivo em cerâmica de zircônia*

Eduardo da Costa Soares<sup>1</sup>, João Pedro Santos Nascimento<sup>2</sup>, Paulo Isaias Seraidarian<sup>3</sup>, Alberto Nogueira da Gama Antunes<sup>3</sup>

<sup>1</sup> Master's student of the Graduate Program in Dentistry, Pontifical Catholic University of Minas Gerais, Belo Horizonte, Minas Gerais, Brazil.

<sup>2</sup> Undergraduate Student of Dentistry, Department of Dentistry, Pontifical Catholic University of Minas Gerais, Belo Horizonte, Minas Gerais, Brazil.

<sup>3</sup> Adjunct Professor, Department of Dentistry, Pontifical Catholic University of Minas Gerais, Belo Horizonte, Minas Gerais, Brazil.

#### **Correspondence to the author:**

Dr. Alberto Nogueira da Gama Antunes

Graduate Program in Dentistry - PUC Minas

Av. Dom José Gaspar, 500, Building 46 / Room 101 - Eucharistic Heart

CEP: 30535-901 - Belo Horizonte / MG, Brazil

Phone: +55 31 9587-5312

Email: antunes1978@gmail.com

## RESUMO

**Objetivo:** O objetivo deste estudo foi de avaliar o efeito da aplicação de diferentes adesivos universais e convencionais na resistência de união de um cimento resinoso autoadesivo em uma cerâmica de zircônia. **Métodos:** Foram utilizados fragmentos de zircônia (Prettau Anterior, Zirkonzahn, Liechtenstein), onde foram cimentados cilindros de resina Z100 (3M ESPE, EUA), formando 10 grupos, totalizando 160 amostras, de acordo com o tratamento de superfície (com e sem associação silano), utilizando os diferentes adesivos contendo ou não 10-MDP (Single Bond Universal, Single Bond 2, 3M ESPE EUA; Ambar Universal APS, FGM; Prime e Bond 2.1, Dentsply). As amostras foram fotoativadas por 20 segundos utilizando o aparelho fotoativador Valo (Ultradent, EUA) na potência de 1000 mW/cm<sup>2</sup> e armazenados em água destilada por 24 horas, em temperatura ambiente. O ensaio de resistência ao cisalhamento (0,5 mm/minuto) na máquina de ensaios universais Emic 500 (Emic Model 500; São José dos Pinhais, Brasil) foi usado com o intuito de avaliar quantitativamente a união entre o cimento resinoso e a cerâmica de zircônia. A força em Newtons (N) da quebra dos corpos de prova foi anotada e posteriormente convertida em MegaPascal (MPa). **Resultados:** Após a obtenção dos valores em Mpa, os dados foram submetidos ao teste estatístico de *Kolmogorov-Smirnov* para verificação da normalidade. Em seguida, o teste estatístico apropriado foi usado para posterior verificação de diferença entre os valores de resistência de união entre os grupos experimentais. A análise estatística foi feita com o teste de Análise de variância convencional e Análise de variância 1-fator de Dunnett bilateral, com nível de significância de 5% para obtenção dos valores e diferenças estatísticas entre os grupos analisados. **Conclusão:** Dentro das limitações do presente estudo, foi possível concluir que sem aplicar o agente silano, a adesão do U200 à cerâmica foi melhorada com o uso dos adesivos convencionais. Na condição de uso do agente silano, apenas o Prime & Bond 2.1 apresentou aumento do valor de resistência de união entre cimento e cerâmica quando comparado ao grupo controle. Finalmente, o uso do silano não representa aumento dos valores de resistência de união em relação aos adesivos que não tiveram a aplicação prévia deste material.

**Palavras-chave:** Cerâmica; Resistência ao cisalhamento; Materiais; Silanos. Adesivos.

**ABSTRACT**

*Objective:* The objective of this study was to evaluate the effect of applying different universal and conventional adhesives on the bond strength of a self-adhesive resin cement to a zirconia ceramic. *Methods:* Zirconia fragments (Prettau Anterior, Zirkonzahn, Liechtenstein) were used, where Z100 resin cylinders (3M ESPE, USA) were cemented, forming 10 groups totaling 160 samples, according to the surface treatment (with and without silane association) to cement temperature (ambient) using different primers containing or not 10-MDP (Single Bond Universal, Single Bond 2, 3M ESPE USA; Ambar Universal APS, FGM; Prime and Bond 2.1, Dentsply). The samples were photoactivated for 20 seconds using the Valo photoactivated device (Ultradent, USA) at  $1000 \text{ mW/cm}^2$  and stored in distilled water for 24 hours at room temperature. The shear bond strength test (0.5 mm/minute) in the universal testing machine Emic 500 (Emic Model 500; São José dos Pinhais, Brazil) was used in order to quantitatively evaluate the bond between resin cement and ceramic. zirconia. The force in Newtons (N) of the breaking of the specimens was noted and later converted to MegaPascal (Mpa). *Results:* After obtaining the values in MPa, the data were submitted to the Kolmogorov-Smirnov statistical test to verify normality. Then, the appropriate statistical test was used to further verify the difference between the bond strength values between the experimental groups. Statistical analysis was performed using the conventional analysis of variance test and bilateral Dunnett's 1-factor analysis of variance, with a significance level of 5% to obtain the values and statistical differences between the groups analyzed. *Conclusion:* Within the limitations of the present study, it was possible to conclude that without applying the silane agent, the adhesion of U200 to ceramics was improved with the use of conventional adhesives. In the condition of using the silane agent, only Prime & Bond 2.1 showed an increase in the bond strength value between cement and ceramic when compared to the control group. Finally, the use of silane does not represent an increase in bond strength values in relation to adhesives that have not had the prior application of this material.

**Keywords:** Ceramic; Shear bond strength; Materials; Silane; Adhesives.

## INTRODUCTION

The combination of metal and ceramic was for a long time the only static solution for the rehabilitation of posterior teeth. The solution to developing more static materials was the development of ceramic systems that dispensed with the use of metallic alloys. Research in ceramic materials science has led to the creation of ceramics made from zirconia, alumina, leucite or lithium disilicate<sup>1-3</sup>. They are reinforced ceramic materials capable of withstanding masticatory efforts without breaking.

The cement-resin-to-ceramic bonding rich in silicon can be reinforced with hydrofluoric acid (5% to 9.5%) which causes surface porosity and, after removal of the acid, the use of silane to modify the surface, making it suitable for chemical bonding with the resinous cementing materials. Conceptually, zirconia is a polymorphous polymorphous tetragonal zirconia ceramic, stabilized by yttrium (Y-TZP), used in dentistry as a biomaterial with outstanding characteristics and properties, such as high fracture resistance, versatility and color stability superior to other dental ceramics<sup>4,5</sup>.

Although zirconia restorations are increasingly indicated for dental rehabilitation, they have a limitation in resin adhesion due to their inertness and low surface energy. The vitreous phase does not exist in the zirconia structure, or it is very little, which makes the zirconia inert to hydrofluoric acid. For this reason, conventional surface preparation methods are ineffective for zirconia ceramics and alternative techniques are needed<sup>6</sup>.

The limitation regarding its surface treatment results in the difficulty in the process of joining resin cements to the surface of ceramics based on zirconia. Traditionally, zirconia has been treated by the mechanical method, that is, blasting with alumina particles of 50 µm in size. However, this treatment modality is criticized by some authors because of the creation of cracks during blasting. Therefore, cement-zirconia adhesion can be improved through some methods such as the use of self-etching monomers present in metal primers and more recently in ceramic primers<sup>7-9</sup>.

10-MDP has been introduced into ceramic primers and used together with carboxylic acids, silanes or other adhesive resin monomers to promote chemical bonding to zirconia<sup>10</sup>. The use of monomers that contain phosphate radicals, such as MDP (10-methacryloyloxydecyl phosphate from dihydrogen), can be used as a chemical treatment method of this zirconia surface<sup>11-14</sup>. It is believed that the inclusion of all reagents in a single bottle plays distinct roles in zirconia-resin bonding, with 10-MDP used for strong chemical bond formation, silane for surface energy modification of material where the product is applied, and HEMA as Co-solvent<sup>15</sup>. Currently, universal adhesives containing these self-etching monomers to be applied

in a multimode way have emerged as an alternative for the hybridization of dental tissues. As they have in their composition a quantity of these monomers, these materials could be used as a form of chemical treatment of the zirconia surface. Recent attempts have been tested by authors in order to define and/or test the ceramic/resin cement bond<sup>16-18</sup>.

Due to the large number of possibilities for surface treatment of zirconia, doubts about the combination of materials can arise. Therefore, the aim of the present study was to analyze the effect of applying different primers on the shear strength of a self-adhesive resin cement to a zirconia ceramic with or without the application of a silane agent.

## **MATERIALS AND METHODS**

160 zirconia fragments were produced (Prettau Anterior, Zirkonzahn, Lietchenstein) in the following dimensions: 5 mm wide, 5 mm long and 2 mm thick. Each fragment was embedded in acrylic resin, in a half-inch Polyvinyl Chloride (PVC) mold (Tigre, Brazil) so that the ceramic surface was exposed for the application of the products. After the acrylic resin had set, the surface of this set was polished with 600 grit sandpaper (3M, USA) of silicon carbide in order to regularize and standardize the surfaces for adhesion.

Then, 160 cylinders of composite resin Z100 (3M, USA), in color A2, with the aid of an orthodontic interdental spacing elastic (Morelli, BR), such cylinders were manufactured with an internal diameter of 1.5 mm. The choice of resin was based on its cost-effectiveness and its properties and characteristics in terms of wear resistance, hardness, compression and fracture, totaling 200 specimens or 200 samples.

These sets were randomly distributed into 2 groups without the use of adhesives: G1 and G2, both using U200 cement (3M ESPE), called control group without silane and with silane, respectively: G1, Cement U200 without silane; G2, U200 with silane (ANGELUS, Brazil). The silane was actively applied to the ceramic surface for 10 seconds with the microbrush. Then, a light jet of air was applied over the ceramic for 10 seconds and after 60 seconds, another layer of silane was applied in the same manner as previously mentioned.

Both groups G1 (without silane) and G2 (with silane) were associated with the treatment groups using the following adhesives Single Bond Universal (3M, USA), Single Bond 2 (3M, USA), Ambar Universal APS (FGM, Brazil) and finally Prime and Bond 2.1 (DENTSPLY, USA). The distribution of groups is shown in Table 1. Thus, each ceramic fragment was treated with adhesives before cementation with U200. With the aid of a microbrush, each adhesive was actively applied to the entire ceramic surface for 10 seconds. A light jet of air from approximately 5 cm away was applied for 20 seconds to volatilize the solvent from each

adhesive. Finally, photoactivation with Valo at 1000 mW/cm<sup>2</sup> was held for 0 seconds. A new layer of adhesive was spread over the first layer in the same manner as previously described.

**Chart 1.** Organization of groups to be cemented with U200 cement

| Group     | Silane | Adhesive              | Group Name |
|-----------|--------|-----------------------|------------|
| <b>G1</b> | no     | no                    | G1 control |
|           | no     | Single Bond Universal | G1 SBU     |
|           | no     | Single Bond 2         | G1 SB2     |
|           | no     | Ambar Universal APS   | G1 AU      |
|           | no     | Prime and Bond 2.1    | G1 P&B 2.1 |
| <b>G2</b> | yes    | no                    | G2 control |
|           | yes    | Single Bond Universal | G2 SBU     |
|           | yes    | Single Bond 2         | G2 SB2     |
|           | yes    | Ambar Universal APS   | G2 AU      |
|           | sim    | Prime e Bond 2.1      | G2 P&B 2.1 |

The cementation step was followed by the time of application of the adhesives, as shown in table 1. The U200 cement was dispensed into a spatulation block so that the base and catalyst paste were properly mixed. After mixing, an explorer probe was used to take a small portion of this cement and take it to the center of the small cylinder of composite resin Z100. The Z100 cylinder and cement set was adapted to the ceramic surface with a clinical tweezer. Light digital pressure was performed with the tip of the same clinical probe to allow adequate spreading of the cementitious material. Excess cement was removed with the clinical probe before its polymerization. Finally, light curing for 40 seconds using a Valo curing light (ULTRADENT, USA), at 1000 mW/cm<sup>2</sup> power over the small composite resin cylinder was carried out. Immediately after photoactivation, the cemented set was stored in distilled water for 24 hours.

Waiting 24 hours, the mechanical test of shear strength was performed, in which each PVC assembly was fixed in a device for shear tests (Odeme, Brazil) adapted to the universal testing machine Emic (Emic Model 500, Brazil). The chisel movement speed was 0.5 mm per minute. The force in Newtons (N) of the breaking of the specimens (n=16) was noted so that it could later be converted into MegaPascal (MPa) as a function of the contact area of each cement with the ceramic (1.76 mm<sup>2</sup>). Statistical analysis was performed with Dunnett's 1-factor and

post-hoc analysis of variance, with a significance level of 5% to verify statistically significant differences between the groups that used adhesives in relation to their respective control groups. Then, the independent t test was applied to compare the experimental conditions with and without silane.

## RESULTS

**Table 1.** Shear strength of different types of surface treatment (condition G1, without silane)

| Groups     | Adhesive                 | n  | Mean(MPa)<br>and Standart<br>derivation | Grouping |
|------------|--------------------------|----|-----------------------------------------|----------|
| G1 control | -                        | 16 | 9.09 (5.01)                             | A        |
| G1 SBU     | Single Bond<br>Universal | 16 | 8.86 (3.23)                             | A        |
| G1 SB2     | Single Bond 2            | 16 | 15.39 (6.97)                            |          |
| G1 AU      | Ambar Universal          | 16 | 13.01 (5.30)                            | A        |
| G1 P&B 2.1 | Prime & Bond<br>2.1      | 16 | 16.19 (8.44)                            |          |

Statistical analysis performed with the Analysis of Variance test, 1-factor Dunnet, bilateral, with a significance level of 5% resulted in a p value of 0.0004. The grouping of groups is indicated by the letter A. If not, the group presents a statistically significant difference in relation to the control.

The results in Table 1, condition G1, show that when using universal type adhesives on zirconia, the bond strength values between U200 cement and ceramic do not present statistically significant differences compared to the control group (the one that used only U200). However, when treating ceramics with Single Bond 2 and Prime & Bond 2.1 adhesives, it was found that each of these adhesives achieved shear strength values statistically different from the control group. While the control group obtained 9.09 MPa, the group that used Single Bond 2 reached 15.39 MPa and the group that used Prime & Bond 2.1, 16.19 MPa, both values present significant differences in relation to the control within the G1 condition.

For the groups that were treated with silane prior to cementation (G2 condition), there was no statistically significant difference between any group and the control (in this case, U200 plus silane). Except for one condition showed a statistically significant difference, Prime Bond 2.1. With a shear strength value of 14.40 MPa, a statistically significant difference was found in relation to the control group with silane within the G2 condition.

**Table 2.** Shear strength of different types of surface treatment associated with the use of silane (condition G2, with silane)

| Groups     | Adhesives             | n  | Mean (MPa) and Standart derivation | Grouping |
|------------|-----------------------|----|------------------------------------|----------|
| G2 control | -                     | 16 | 9.84 (5.05)                        | A        |
| G2 SBU     | Single Bond Universal | 16 | 9.52 (4.76)                        | A        |
| G2 SB2     | Single Bond 2         | 16 | 13.44 (4.75)                       | A        |
| G2 AU      | Ambar Universal       | 16 | 12.97 (6.55)                       | A        |
| G2 P&B 2.1 | Prime & Bond 2.1      | 16 | 14.40 (6.54)                       |          |

Statistical analysis performed with the Analysis of Variance test, 1-factor of Dunnet, bilateral, with a significance level of 5% resulted in a p value of 0.0354. The grouping of groups is indicated by the letter A. If not, the group presents a statistically significant difference in relation to the control.

In the comparison between adhesives in G1 and G2, table 3 shows that after the t-test statistical analysis, there was no difference between the groups that used silane before cementation and those that did not.

**Table 3.** Shear strength in MPa and standard deviation of the evaluated groups (groups without silane vs groups with silane)

|                              | G1           | G2           | p.value |
|------------------------------|--------------|--------------|---------|
| <b>U200</b>                  | 9.09 (5.01)  | 9.24 (3.61)  | 0.9262  |
| <b>Single Bond Universal</b> | 8.86 (3.23)  | 9.52 (4.76)  | 0.6733  |
| <b>Single Bond 2</b>         | 15.39 (6.97) | 13.44 (4.75) | 0.122   |
| <b>Ambar Universal</b>       | 13.01 (5.30) | 12.97 (6.55) | 0.7336  |
| <b>Prime &amp; Bond 2.1</b>  | 16.19 (8.44) | 14.40 (6.54) | 0.26    |

Comparison between silane Ambar Universal and non-silane groups in-line, within each method of cementation. Data analyzed with t test, 5% significance level, between each adhesive.

## DISCUSSION

The purpose of every surface treatment of an indirect restoration is to modify its surface in order to make it more compatible with the cementing material. This modification can be done chemically or mechanically<sup>19</sup>. The basic difference between these two approaches is due to the materials involved. The use of chemical products, applied passively or actively on the ceramic



surface, is typical of the chemical surface treatment method. Mechanical treatment employs abrasive methods to treat the surface. Silicon-rich ceramics are traditionally treated with a combination of hydrofluoric acid and silane<sup>20</sup>. In this modality, hydrofluoric acid dissolves part of the silicon content causing surface porosity that will be filled by the cementing material. Before that happens, the silane agent must be applied over the ceramic to enable the formation of a chemical bond between the content of a resin cement and the ceramic wall<sup>21</sup>. In the present study, the choice to use silane as a method of treatment was due to the composition of the ceramic tested (contains 0.02% by weight of SiO<sub>2</sub>). There was, however, no use of hydrofluoric acid due to the abrasion previously created by the number silicon carbide sandpaper 600.

The use of sandblasting with aluminum oxide particles, modified by silica or not, can be another treatment option for the creation of surface porosity<sup>6</sup>. However, there is a concern with critical failures produced by the impact of these very hard particles that can become a source of stress concentration and accelerate the development of clinical failures. Concentrated stress points can trigger cracks and fractures<sup>22</sup>. That kind of consideration is especially critical for ceramics made from zirconia. In this situation, the damage is not immediate, it occurs due to fatigue over the clinical lifetime of the prosthesis<sup>23</sup>. Therefore, the present study sought the evaluation of treatment technologies that would not cause this type of failure. Even with all the improvements in zirconia, such as biocompatibility, resistance to occlusal loading and esthetics<sup>1,5,24,25</sup>, the difficulties related to the treatment Surface s persist and can be considered as limiting factors for ceramic<sup>1,26</sup>.

The present study analyzed the effect of using adhesives containing the molecule 10-MDP (10-methacryloyloxydecyl dihydrogen phosphate) and two-step adhesives on the value of cementation with the self-adhesive resin cement U200. shear strength of a resin cement when applied to zirconia ceramics with or without a silane coupling agent. The idea is to take advantage of the hydroxyl groups present on the surface of the zirconia for a possible chemical reaction, primary or secondary, with the phosphate group of 10-MDP. This would make the zirconia surface a hybrid compound (organic/inorganic), capable of reacting with resinous materials, increasing the value of the bond strength and its durability<sup>23,27</sup>.

Despite that, in table 1 it is shown that the use of Single Bond Universal (G1 SBU, 8.86 Mpa) and Ambar Universal (G1 AU, 13.01 MPa) were not statistically different from U200 in direct contact with zirconia (G1 control, 9.09 MPa). In the condition where there was no use of silane, it was verified that the two other adhesives, Single Bond 2 and Prime & Bond 2.1 produced higher values of shear strength compared to group 1. It is possible that the use of these two materials created an adhesive coating layer more apt to copolymerize with the monomers

of U200, or that its pH, thickness of the adhesive layer, have protected the union from contact with water in the first moments of storage. It was something the U200 alone did not have. In the case of the two adhesives with MDP, it is likely that the pH value, which is more acidic according to the manufacturers, prevented this initial protection. The experimental conditions presented in table 2 are for a ceramic previously treated with silane. The results are different from what is shown in Table 1. Only Prime & Bond 2.1 (G2 B&W 2.1, 14.40 MPa) was statistically different from the control group (G2 control, 9.84 MPa). The other treatments were not different from U200. Prime & Bond 2.1 is an adhesive made with acetone, easier to evaporate<sup>15</sup>. Thus, the covering layer over the zirconia must have been thin and with little solvent inside. This type of characteristic must have prevented the initial absorption of water, preserving the physical contact of the resin material with the ceramic. When receiving the lateral load during the shear test, the thinner adhesive may have promoted greater resistance to displacement of the resin block. Table 3 shows the comparison between the groups with and without silane. It was verified that applying the silane did not increase the shear strength values within each adhesive (G1 x G2). It is likely that the low silicon content within the ceramics was the cause for this difference. Interestingly, in those situations where the silane does not fulfill its main role, that is, to change the surface chemical characteristic of the material, it seems to increase the wetting capacity of adhesive materials that are applied from above<sup>27</sup>. This study addressed the treatment capacity of adhesives very narrowly. An unverified question was about a possible negative effect of artificial storage on the bond strength of the studied materials. Under conditions of greater hydrolysis action, the comparison G1 x G2 could show a scenario quite different, for example. Or the same idea could be seen within the internal comparison of G1 or G2. Therefore, future studies should create greater challenges for cementation methods and/or surface treatment.

## CONCLUSION

Within the limitations of the present study, it was possible to conclude that without applying the silane agent, the adhesion of U200 to ceramics was improved with the use of conventional adhesives. In the condition of using the silane agent, only Prime & Bond 2.1 showed an increase in the value of bond strength between cement and ceramic when compared to the control group. Finally, the use of silane does not represent an increase in bond strength values in relation to adhesives that have not had the prior application of this material.

## REFERENCES

1. Blatz MB, Sadan A, Kern M. Resin-ceramic bond: a literature review. *J Prosthet Dent.* 2003;89(3):268-74.
2. Baldissara P, Llukacej A, Ciocca L, Valandro FL, Scotti R. Translucency of zirconia copings made with different CAD/CAM systems. *J Prosthet Dent.* 2010;104(1):6-12.
3. Ataol AS. Repair bond strength of resin composite to bilayer dental ceramics. *J Advanc Prosthodont.* 2018;10(2):101-12.
4. Kim JH, Lee SJ, Park JS, Ryu JJ. Fracture load of monolithic CAD/CAM lithium disilicate ceramic crowns and veneered zirconia crowns as a posterior implant restoration. *Implant Dent.* 2013;22(1):66-70.
5. Denry I, Kelly JR. State of the art of zirconia for dental applications. *Dent Mater.* 2008;24(3):299-307.
6. Tanis MC, Akçaboy C. Effects of different surface treatment methods and MDP monomer on resin cementation of zirconia ceramics an in vitro study. *J Lasers Med Sci.* 2018;6(4):174-81.
7. Özcan M, Alkumru HN, Gemalmaz D. The effect of surface treatment on the shear strength of cementing cement to a glass-infiltrated alumina ceramic. *Int J Prosthodont.* 2001;14(4):335-9.
8. 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.
9. Frankenberger R, Kramer N, Sindel J. Repair strength of etched vs silica-coated metal-ceramic and all-ceramic restorations. *Oper Dent.* 2000;25(3):209-15.
10. Kitayama S, Nikaido T, Takahashi R, Zhu L, Ikeda M, Foxton RM, et al. Effect of primer treatment on bonding resin cements to zirconia ceramics. *Dent Mater.* 2010;26(5):426-32.
11. Qeblawi DM, Muñoz CAz, 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.
12. Foxton RM, Cavalcanti AN, Nakajima M, Pilecki P, Sherriff M, Melo L, et al. Durability of resin cement bond to aluminium oxide and zirconia ceramics after air abrasion and laser treatment. *J Prosthodont.* 2011;20(2):84-92.
13. Al-Helou H. Effect of metal type and surface treatment on shear bond strength of resin cement (in vitro study). *J Indian Prosthodont Soc.* 2016;16(1):49-52.

14. Mattiello RDL, Coelho TMK, Insaurrealde E, Coelho AAK, Terra GP, Kasuya AVB, et al. A review of surface treatment methods to improve the adhesive cementation of Zr-based ceramics. *ISRN Biomater Int Schol Res Notiles*. 2013;2013:1-10.
15. Chen L, Shen H, Suh BI. Effect of BisGMA resin incorporation on the binding properties of silane and zirconia primers. *J Prosthet Dent*. 2013;110(5):402-7.
16. Yang L, Chen B, Xie H, Chen Y, Chen Y, Chen C. Durability of resin bonding to zirconia using products containing 10-methacryloyloxydecyl dihydrogen phosphate. *J Adhes Dent*. 2018;20(4):279-87.
17. Yagawa S, Komine F, Fushiki R, Kubochi K, Kimura F, Matsumura H. Effect of priming agents on shear bond strengths of resin-based luting agents to a translucent zirconia material. *J Prosthodont Res*. 2018;62(2):204-9.
18. Taguchi S, Komine F, Kubochi K, Fushiki R, Kimura F, Matsumura H. Effect of a silane and phosphate functional monomer on shear bond strength of a resin-based luting agent to lithium disilicate ceramic and quartz materials. *J Oral Sci*. 2018;60(3):360-6.
19. Ozcan M, Pfeiffer P, Nergiz I. A brief history and current status of metal and ceramic surface conditioning concepts for resin bonding in dentistry. *Quintessence Int*. 1998;29(11):713-24.
20. Bailey LF, Bennett RJ. DICOR surface treatments for enhanced bonding. *J Dent Res*. 1988;67(6):925-31.
21. Matinlinna JP, Lung CYK, Tsoi JKH. Silane adhesion mechanism in dental applications and surface treatments: a review. *Dent Mater*. 2018;34(1):13-28.
22. Khan AA, Al Kheraif AAA, Jamaluddin S, Elsharawy M, Divakar DD. Recent trends in surface treatment methods for bonding composite cement to zirconia: a review. *J Adhes Dent*. 2017;19(1):7-19.
23. Zhang Y, Lawn BR, Malament KA, Van Thompson P, Rekow ED. Damage accumulation and fatigue life of particle-abraded ceramics. *J Prosthodont*. 2006;19(5):442-8.
24. Lohbauer U, Zipperle M, Rischka K, Petschelt A, Müller FA. Hydroxylation of dental zirconia surfaces: Characterization and bonding potential. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater*. 2008;87(2):461-7.
25. 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.
26. 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.

27. Inokoshi M, Poitevin A, De Munck J, Minakuchi S, Van Meerbeek B. Bonding effectiveness to different chemically pre-treated dental zirconia. Clin Oral Investig. 2014;18(7):1803-12.

## 5 CONSIDERAÇÕES FINAIS

Modificar a superfície de uma restauração indireta é geralmente conhecido como tratamento de superfície. Isso implica em uma alteração morfológica ou química da parte interna da restauração indireta. O uso de tratamentos de superfície ou métodos que resultam nesse tipo de modificação superficial antes da cimentação de peças cerâmicas é uma etapa necessária no momento da cimentação.

Em especial, no caso das cerâmicas que contêm silício na composição, o protocolo de tratamento de superfície já se encontra bem estabelecido. Este é baseado na criação de micro irregularidades com o uso do ácido fluorídrico e uso do silano logo em seguida.

A ideia é criar aumento da retenção entre a peça cerâmica e o agente de cimentação por meio da dissolução química parcial da fase vítrea da cerâmica, enquanto a aplicação do silano serve para modificar quimicamente esta superfície de modo a deixá-la mais reativa ao contato com materiais resinosos, ao mesmo tempo que este mesmo cimento, classificado como resinoso, adere da melhor maneira possível ao esmalte e dentina. Sem essa condição, a chance de uma função clínica adequada e longa é baixa. É em razão disso que há grande número de pesquisas ao longo do tempo que estudaram o efeito de diferentes tratamentos de superfície das restaurações indiretas. Estes não apenas abordaram cerâmica. Também é grande o número de trabalhos a respeito de cimentação e tratamento de superfície de resinas indiretas e peças metálicas.

Ao se deparar com as cerâmicas reforçadas com alumina e zircônia, a comunidade científica reconheceu o potencial de uso destes materiais em diferentes tipos de restaurações. Se há algum tempo existia um problema estético evidente, por causa da alta opacidade destas peças, hoje, as restaurações de zircônia são muito mais translúcidas e mais naturais. O problema persistente e que motiva a comunidade científica a testar hipóteses está no modo de tratar a parte interna das peças, afinal, o protocolo tradicional ácido fluorídrico e silano não produzem efeitos em sua superfície.

## REFERÊNCIAS

- AL-HELOU, H. Effect of metal type and surface treatment on shear bond strength of resin cement (*in vitro* study). **Journal of Indian Prosthodontic Society**, v.16, n.1, p. 49-52, Jan./Mar. 2016.
- ATAOL, A.S. Repair bond strength of resin composite to bilayer dental ceramics. **The Journal of Advanced Prosthodontics**, v.10, n.2, p. 101-112, Apr. 2018.
- BALDISSARA, P. *et al.* Translucency of zirconia copings made with different CAD/CAM systems. **The Journal of Prosthetic Dentistry**, v.104, n.1, p. 6-12, July 2010.
- BLATZ, M.B. *et al.* Influence of surface treatment and simulated aging on bond strengths of luting agents to zirconia. **Quintessence International**, v.38, n.9, p. 745-753, Oct. 2007.
- BLATZ, M.B.; SADAN, A.; KERN, M. Resin-ceramic bond: a literature review. **The Journal of Prosthetic Dentistry**, v.89, n.3, p. 268-274, Mar. 2003.
- CHEN, L.; SHEN, H.; SUH, B.I. Effect of BisGMA resin incorporation on the binding properties of silane and zirconia primers. **The Journal of Prosthetic Dentistry**, v.110, n.5, p. 402-407, Nov. 2013.
- DENRY, I.; KELLY, J.R. State of the art of zirconia for dental applications. **Dental Materials**, v.24, n.3, p. 299-307, Mar. 2008.
- FOXTON, R.M. *et al.* Durability of resin cement bond to aluminium oxide and zirconia ceramics after air abrasion and laser treatment. **Journal of Prosthodontics**, v.20, n.2, p. 84-92, Feb. 2011.
- FRANKENBERGER, R.; KRAMER, N.; SINDEL, J. Repair strength of etched vs silica-coated metal-ceramic and all-ceramic restorations. **Operative Dentistry**, v.25, n.3, p.209-215, May/June 2000.
- GUNDOGDU, M.; ALADAG, L.I. Effect of adhesive resin cements on bond strength of ceramic core materials to dentin. **Nigerian Journal of Clinical Practice**, v.21, n.3, p. 367-374, Mar. 2018.
- KIM, J.H. *et al.* Fracture load of monolithic CAD/CAM lithium disilicate ceramic crowns and veneered zirconia crowns as a posterior implant restoration. **Implant Dentistry**, v.22, n.1, p. 66-70, Jan. 2013.
- KITAYAMA, S. *et al.* Effect of primer treatment on bonding resin cements to zirconia ceramics. **Dental Materials**, v.26, n.5, p. 426-432, May 2010.
- MATTIELLO, R.D. *et al.* A review of surface treatment methods to improve the adhesive cementation of Zr- based ceramics. **ISRN Biomaterials International, Scholasly Research Notiles**, London, v.2013, p. 1-10, 2013.

ÖZCAN, M.; ALKUMRU, H.N.; GEMALMAZ, D. The effect of surface treatment on the shear strength of cementing cement to a glass-infiltrated alumina ceramic. **The International Journal of Prosthodontics**, v.14, n.4, p. 335-339, July/Aug. 2001.

QEBLAWI, D.M. *et al.* The effect of zirconia surface treatment on flexural strength and shear bond strength to a resin cement. **The Journal of Prosthetic Dentistry**, v.103, n.4, p. 210-220, Apr. 2010.

TAGUCHI, S. *et al.* Effect of a silane and phosphate functional monomer on shear bond strength of a resin-based luting agent to lithium disilicate ceramic and quartz materials. **Journal of Oral Science**, v.60, n.3, p. 360-366, Sept. 2018.

TANIS, M.C. *et al.* Effects of different surface treatment methods and MDP monomer on resin cementation of zirconia ceramics an in vitro study. **Journal of Lasers in Medical Sciences**, v.6, n.4, p. 174-181, 2018.

TIAN, T. *et al.* Aspects of between resin luting cements and glass ceramic materials. **Dental Materials**, v.30, n.7, p. e147-e102, July 2014.

YAGAWA, S. *et al.* Effect of priming agents on shear bond strengths of resin-based luting agents to a translucent zirconia material. **Journal of Prosthodontic Research**, v.62, n.2, p. 204-209, Apr. 2018.

YANG, L. *et al.* Durability of resin bonding to zirconia using products containing 10-methacryloyloxydecyl dihydrogen phosphate. **The Journal of Adhesive Dentistry**, v.20, n.4, p. 279-287, 2018.