

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

Karina Silveira de Castro Namorato

**RESISTÊNCIA DE UNIÃO ENTRE ZIRCÔNIA E RESINA COMPOSTA
UTILIZANDO PRODUTOS A BASE DE MDP, ASSOCIADO A TEMPERATURA DO
CIMENTO RESINOSO E TRATAMENTO MECÂNICO**

Belo Horizonte

2021

Karina Silveira de Castro Namorato

**RESISTÊNCIA DE UNIÃO ENTRE ZIRCÔNIA E RESINA COMPOSTA
UTILIZANDO PRODUTOS A BASE DE MDP, ASSOCIADO A TEMPERATURA DO
CIMENTO RESINOSO E TRATAMENTO MECÂNICO**

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.

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

N174r Namorato, Karina Silveira de Castro
Resistência de união entre zircônia e resina composta utilizando produtos a base de MDP, associado a temperatura do cimento resinoso e tratamento mecânico / Karina Silveira de Castro Namorato. Belo Horizonte, 2021.
58 f. : il.

Orientador: Alberto Nogueira da Gama Antunes
Dissertação (Mestrado) - Pontifícia Universidade Católica de Minas Gerais.
Programa de Pós-Graduação em Odontologia

1. Cerâmica - Odontologia. 2. Cisalhamento. 3. Cimentos dentários. 4. Restauração (Odontologia). 5. Resinas dentárias. 6. Zircônio. 7. Adesivos dentinários. 8. Cerâmica odontológica. I. Antunes, Alberto Nogueira da Gama. II. Pontifícia Universidade Católica de Minas Gerais. Programa de Pós-Graduação em Odontologia. III. Título.

CDU: 616.314-08

Ficha catalográfica elaborada por Fernanda Paim Brito - CRB 6/2999

Karina Silveira de Castro Namorato

**RESISTÊNCIA DE UNIÃO ENTRE ZIRCÔNIA E RESINA COMPOSTA
UTILIZANDO PRODUTOS A BASE DE MDP, ASSOCIADO A TEMPERATURA DO
CIMENTO RESINOSO E TRATAMENTO MECÂNICO**

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. Altair Soares de Moura – UNIMONTES
- 2- Prof. Dr. Ricardo Rodrigues Vaz – UFMG
- 3- Prof. Dr. Alberto Nogueira da Gama Antunes – PUC Minas

DATA DA APRESENTAÇÃO E DEFESA: 26 de fevereiro 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**

Aos meus filhos Lucas e Davi.

AGRADECIMENTOS

Agradeço à minha família, por todo o amor, educação e exemplo. Especialmente aos meus pais Tuca e Mariazinha pelas renúncias e sacrifícios, sempre priorizando a importância de uma boa formação educacional e moral.

Ao meu marido Rogério e aos meus filhos Lucas e Davi por todo o suporte e compreensão nos grandes períodos de ausência pelos compromissos acadêmicos.

À Tia Dolores pelo apoio e acolhida amorosa durante todo esse período.

Aos colegas de mestrado, pelo convívio, aprendizado e amizade.

Às queridas amigas Lorrany e Maria Letícia por todo o companheirismo e parceria durante esta jornada. Vocês são especiais!

À PUC Minas e o seu corpo docente que demonstrou estar comprometido com a qualidade e excelência do ensino.

Ao meu orientador, Professor Dr. Alberto Nogueira da Gama Antunes, pelos ensinamentos, generosidade e confiança que me permitiram construir novas habilidades e aperfeiçoar outras, tanto no exercício do ensino quanto da pesquisa. Será sempre para mim uma referência de dedicação e amor à docência.

À Deus por ter me guiado e permitido que eu tivesse saúde e determinação durante a realização desse trabalho.

RESUMO

O objetivo desse estudo foi avaliar a combinação de métodos de tratamento de superfície físico-químicos (jateamento associado a primers e adesivo contendo a molécula 10-MDP), bem como procedimentos com a tentativa de melhorar as propriedades do material cimentante, como o aquecimento prévio a polimerização. Foram usados fragmentos de zircônia (Prettau Anterior, Zirkonzahn, Lietchenstein), onde foram cimentados discos de resina Z100 (3M ESPE, EUA). Foram formados 12 grupos, de acordo com o tratamento de superfície (com e sem jateamento com óxido de alumínio 50 µm), a temperatura do cimento (temperatura ambiente e pré-aquecidos a 69°C) e os diferentes primers contendo 10-MDP (Clearfil ceramic primer, Kuraray Noritake, Japão; Clearfil SE Bond Primer, Kuraray Noritake, Japão) e o adesivo Single Bond Universal, 3M Espe EUA). Após os procedimentos de cimentação utilizando a versão light cure do cimento NX3 (Kerr, EUA), as amostras foram fotopolimerizadas por 20 segundos utilizando o aparelho fotopolimerizador Valo (Ultradent, EUA) na potência de 1000 mW/cm² e armazenadas em água destilada por 48 horas em temperatura ambiente. Após esse período, foi realizado o ensaio mecânico utilizando o teste de resistência ao cisalhamento, na máquina de ensaios universais Emic 500 (Emic Model 500; São José dos Pinhais, Brasil). A velocidade de teste foi de 0,5 mm por minuto. A força em Newtons (N) da quebra dos corpos de prova foi anotada e posteriormente convertida em MegaPascal (MPa). Com este estudo foi possível concluir que em grupos jateados o melhor resultado de resistência de união foi provido pelo adesivo universal contendo MDP com o cimento sendo aquecido ou não. Este grupo apresentou maior número de fraturas do tipo mista e adesiva. Para a condição sem jateamento, foi notado em temperatura ambiente o Clearfill SE Bond e o Single Bond Universal foram os tratamentos que forneceram os melhores valores de resistência de união. Ao aquecer o cimento, o adesivo universal determinou maiores valores de resistência de união. O padrão de fratura nos grupos jateados foi de maior número de fraturas adesivas.

Palavras-chave: Cerâmica. Cimentação. Resistência ao cisalhamento.

ABSTRACT

The aim of this study was to evaluate the combination of physical-chemical surface treatment methods (blasting associated with primers and adhesive containing the 10-MDP molecule), as well as procedures with the attempt to improve the properties of the cementing material, such as pre-polymerization heating. Fragments were used zirconia (Prettau Anterior, Zirkonzahn, Lietchenstein), where Z100 resin discs were cemented (3M ESPE, USA). 12 groups were formed, according to the surface treatment (with and without blasting with 50 μm aluminum oxide), the cement temperature (room temperature and preheated to 69°C) and the different primers containing 10-MDP (Clearfil ceramic primer, Kuraray Noritake, Japan; Clearfil SE Bond Primer, Kuraray Noritake, Japan) and the Single Bond Universal adhesive, 3M Espe USA). After the cementation procedures using the light cure version of the NX3 cement (Kerr, USA), the samples were light-cured for 20 seconds using the Valo light-curing device (Ultradent, USA) at the power of 1000 mW/cm² and stored in distilled water for 48 hours at room temperature. After that period, the mechanical test was carried out using the shear strength test, on the universal testing machine Emic 500 (Emic Model 500; São José dos Pinhais, Brazil). The test speed was 0.5 mm per minute. The Newtons force (N) of the breaking of the specimens was noted and later converted to MegaPascal (MPa). With this study it was possible to conclude that in blasted groups the best result of bond strength was provided by the universal adhesive containing MDP with the cement being heated or not. This group had a higher number of mixed and adhesive fractures. For the blast-free condition, Clearfill SE Bond and Single Bond Universal were the treatments that provided the best bond strength values at room temperature. When heating the cement, the universal adhesive determined higher bond strength values. The fracture pattern in the blasted groups was the highest number of adhesive fractures.

Keywords: Ceramics. Cementation. Shear strength.

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

°C	Graus Celsius
μm	Micrometro
10-MDP	10-Metacriloxydecil dihidrogênio fosfatado
Al ₂ O ₃	Óxido de Alumínio
H	Horas
mJ	Microjoule
Mm	Milímetro
mW/cm ²	Miliwatts por Centímetro Quadrado
Mpa	Mega Pascal
N	Número de amostras por grupo
N	Newtons
Y-TZP	Zircônia Policristalina Tetragonal Estabilizada por Ítrio

LISTA DE FIGURAS

Figura 1: Fragmento de Zircônia embutido em resina acrílica em uma junta de PVC	27
Figura 2: Discos de resina cimentados no fragmento de Zircônia	28
Figura 3: Ensaio mecânico na máquina de ensaios universais Emic 500	29

LISTA DE QUADROS

Quadro 1: Materiais utilizados	30
Quadro 2: Grupos de acordo com de acordo com o tratamento de superfície, a temperatura do cimento e os diferentes primers e adesivo	31

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO.....	21
2 OBJETIVOS	25
2.1 Objetivo geral	25
2.2 Objetivos específicos	25
3 MATERIAIS E MÉTODOS	27
4 ARTIGO CIENTÍFICO	33
5 CONSIDERAÇÕES FINAIS	34
REFERÊNCIAS	57

1 INTRODUÇÃO

As cerâmicas odontológicas são materiais com alto potencial estético devido à sua capacidade de mimetizar a estrutura dentária. Atualmente há uma grande demanda por trabalhos protéticos totalmente livres de metal. As cerâmicas de zircônia tetragonal parcialmente estabilizadas com ítrio (Y-TZP) possuem várias propriedades vantajosas, como sua estética agradável, alta tenacidade à fratura, alto desempenho mecânico, alta resistência à flexão e biocompatibilidade adequada (DE PAULA *et al.*, 2017; DE SOUZA *et al.*, 2010; LIMA *et al.*, 2019; NAGAOKA *et al.*, 2017; YUE *et al.*, 2019).

A introdução da tecnologia de sistemas de desenho e processamento assistidos por computador (CAD/CAM) tem ajudado a simplificar a fabricação de próteses dentárias, contribuindo ainda mais para o uso de materiais restauradores cerâmicos em substituição às coroas e próteses fixas com infraestruturas metálicas. Essas cerâmicas com alto teor cristalino são usadas como material de estrutura, permitindo restaurações sem metal de forma mais previsível (LIMA *et al.*, 2019; MIYAZAKI *et al.*, 2013).

O sucesso clínico das restaurações indiretas não depende apenas do conhecimento e manuseio correto do material, é amplamente dependente de uma ligação forte e estável entre os materiais cerâmicos, os sistemas adesivos e os tecidos dentários. Adesão confiável e integridade marginal são essenciais para a durabilidade de restaurações cerâmicas (LIMA *et al.*, 2019; LLERENA-ICOCHEA *et al.*, 2017; MIRAGAYA *et al.*, 2011; MIYAZAKI *et al.*, 2013).

O protocolo para cimentação de superfícies cerâmicas vítreas à base de sílica é bem definido e envolve condicionamento da cerâmica com ácido fluorídrico seguido de silanização para estabelecimento de ligação química (LIMA *et al.*, 2019). O ácido fluorídrico ataca a rede de sílica da estrutura cerâmica formando hexafluorossilicatos. Esse processo forma uma superfície microrretentiva com alta energia livre que aumenta a interação entre a cerâmica e o cimento resinoso (MIRAGAYA *et al.*, 2011). Já a zircônia tetragonal policristalina estabilizada por ítrio ainda tem protocolos com diretrizes controversas. Essa cerâmica tem baixa proporção de fase vítrea e não contém dióxido de silício, por isso nem o condicionamento ácido nem a silanização resultam em uma boa ligação entre esse material e os cimentos resinosos (MIRAGAYA *et al.*, 2011). O grande conteúdo de

policristais confere estabilidade química à zircônia reduzindo assim a reatividade com ácidos. É difícil estabelecer uma ligação físico-química durável devido às suas superfícies inertes (NAGAOKA *et al.*, 2017) e à dificuldade de criar microrretenção na superfície densamente sinterizada. As estruturas altamente cristalinas fornecem uma resistência ao ácido e a estrutura livre de sílica e vidro não pode formar uma rede de siloxilano com agentes de acoplamento silano (DE PAULA *et al.*, 2017; GO; SHIN; PARK, 2019; NAGAOKA *et al.*, 2017; SKIENHE *et al.*, 2018).

Diante da necessidade de um protocolo que resulte em uma adesão mais confiável, diferentes procedimentos foram propostos para modificar a superfície da zircônia e aumentar a resistência de união à estrutura subjacente, como por exemplo asperização com instrumentos rotatórios e pontas diamantadas, irradiação com laser de érbio, corrosão por infiltração seletiva, jateamento com óxido de alumínio de diferentes tamanhos de partículas (antes ou depois da sinterização), revestimento triboquímico com sílica. Todos os métodos buscam melhorar o intertravamento micromecânico através do aumento da rugosidade de superfície (KHAN *et al.*, 2017; LIMA *et al.*, 2019; LLERENA-ICOCHÉA *et al.*, 2017; NAGAOKA *et al.*, 2017; ŞANLI *et al.*, 2015).

O jateamento é considerado essencial para adesão adequada ao cimento resinoso. A aplicação do jato com óxido de alumínio resulta em um aumento da rugosidade superficial acompanhada da perda de material da superfície. A rugosidade se deve à transição da fase tetragonal para monocíclica resultando em tensão e tração e ruptura. O processo abrasivo remove as camadas contaminadas soltas, aumenta a área de superfície disponível para colagem e melhora a molhabilidade do material de cimentação (DOS SANTOS *et al.*, 2019; KHAN *et al.*, 2017). Existe uma preocupação com falhas superficiais produzidas por partículas que podem se tornar fonte de concentração de estresse e acelerar o desenvolvimento de falhas clínicas. Os pontos de tensão concentrada podem desencadear rachaduras e fraturas (DOS SANTOS *et al.*, 2019; KHAN *et al.*, 2017).

Novas técnicas de modificação de superfície abriram uma infinidade de opções de tratamento. No entanto, esses tratamentos individualmente não são suficientes para gerar uma ligação confiável de longo prazo entre o cimento e a zircônia. Portanto uma combinação de métodos de pré-tratamento é imprescindível (KHAN *et al.*, 2017; LLERENA-ICOCHÉA *et al.*, 2017). Uma técnica alternativa deve conter uma interação química entre a zircônia e o sistema de cimentação sem exigir

danos mecânicos (SKIENHE *et al.*, 2018). A combinação de jateamento e pré-tratamento químico aumentou a força de ligação entre a zircônia e os cimentos à base de resina (LIMA *et al.*, 2019).

Pesquisas tem se concentrado no uso de primers e cimentos contendo monômeros de fosfato que tem afinidade por óxidos de metal, sendo o 10-metacrilóiloxidecil dihidrogenofosfato (10-MDP) um dos monômeros mais utilizados (LLERENA-ICOCHEA *et al.*, 2017). O 10-MDP é um monômero adesivo funcional amplamente utilizado em odontologia, conhecido por ser capaz de se ligar quimicamente a diferentes substratos como dentina, cerâmica e metal, além de permitir reparo intra-oral (DOS SANTOS *et al.*, 2019). Os grupos fosfato do monômero MDP reagem quimicamente com os grupos hidroxila da zircônia, aumentando consequentemente a resistência de união por um período mais longo (GO; SHIN; PARK, 2019). A ligação do 10-MDP com a zircônia não é apenas iônica, mas também uma ligação de hidrogênio. O 10-MDP é um monômero funcional ácido que possui um grupo éster de fosfato que se liga diretamente à óxidos de metal como o óxido zircônio (ŞANLI *et al.*, 2015).

A presença do 10-MDP no primer e no cimento resinoso aumenta a resistência ao microcisalhamento da cerâmica à base de zircônia (MIRAGAYA *et al.*, 2011). A aplicação do primer pode aumentar a resistência de união à zircônia plana e lisa (DE SOUZA *et al.*, 2010), sendo que concentrações mais altas de 10-MDP produzem forças de ligação significativamente maiores, com uma clara dependência da concentração (NAGAOKA *et al.*, 2017).

Os tratamentos químicos afetam a topografia da superfície enquanto os físico-químicos afetam a rugosidade, molhabilidade e energia livre de superfície (LIMA *et al.*, 2019). Alguns estudos mostraram que a combinação do jateamento simples com óxido de alumínio, seguido da aplicação do 10-MDP resulta em altos valores de adesão e afinidade química (DOS SANTOS *et al.*, 2019; KOMINE; BLATZ; MATSUMURA, 2010; LE; LARSSON; PAPIA, 2019; ŞANLI *et al.*, 2015; YUE *et al.*, 2019) mesmo quando o 10-MDP é parte de sistemas multi-componentes como os adesivos universais (DOS SANTOS *et al.*, 2019; LLERENA-ICOCHEA *et al.*, 2017), sendo que nesses casos o jateamento da superfície de zircônia é essencial para uma ligação satisfatória (DOS SANTOS *et al.*, 2019).

Os materiais usados para cimentação de cerâmicas são a base de resina composta. A reação de polimerização das resinas deixa uma porção significativa de

grupos metacrilato sem reagir. A reação é autolimitada. Uma conversão incompleta resulta em monômeros residuais que não foram reagidos e que podem ser lixiviados pela saliva. Monômeros não reagidos agem como plastificantes, reduzindo a resistência mecânica (DARONCH; RUEGGEBERG; DE GOES, 2005).

Uma forma de melhorar o grau de conversão das resinas é pré-aquecê-la. O pré-aquecimento a 60°C antes da polimerização diminui sua viscosidade permitindo uma maior mobilidade dos radicais livres. Consequentemente esses materiais alcançam uma maior conversão dos monômeros em polímeros do que quando utilizadas em temperatura ambiente. O grau de conversão está intimamente relacionado às propriedades mecânicas do polímero. Sendo assim, são esperados aumento da dureza, aumento da resistência à flexão e aumento da resistência ao desgaste (AL-AHDAL; SILIKAS; WATTS, 2014; COELHO *et al.*, 2019; DARONCH; RUEGGEBERG; DE GOES, 2005; SILVA *et al.*, 2015; TOMASELLI *et al.*, 2019).

Além disso, a cimentação com resinas pré-aquecidas pode aumentar o efeito de fortalecimento das cerâmicas. Com a diminuição gradual da viscosidade conforme o aumento da temperatura, elas infiltram nas porosidades da interface da cerâmica, aumentando a resistência de união e a resistência à fratura, promovendo um maior fortalecimento da cerâmica (COELHO *et al.*, 2019).

É de grande interesse desenvolver um meio eficaz de ligação à zircônia para permitir uma melhor retenção a longo prazo. Sendo assim, justifica-se a execução de estudos para avaliar a combinação de métodos de tratamento de superfície físico-químicos (jateamento associado a *primers* contendo a molécula 10-MDP), bem como procedimentos com a tentativa de melhorar as propriedades do material cimentante, como o aquecimento prévio a polimerização.

2 OBJETIVOS

2.1 Objetivo geral

Comparar a resistência de união entre um cimento resinoso, em diferentes temperaturas, e cerâmica de zircônia tetragonal policristalina estabilizada por ítrio com diferentes protocolos de tratamento de superfície, por meio de teste de cisalhamento.

2.2 Objetivos específicos

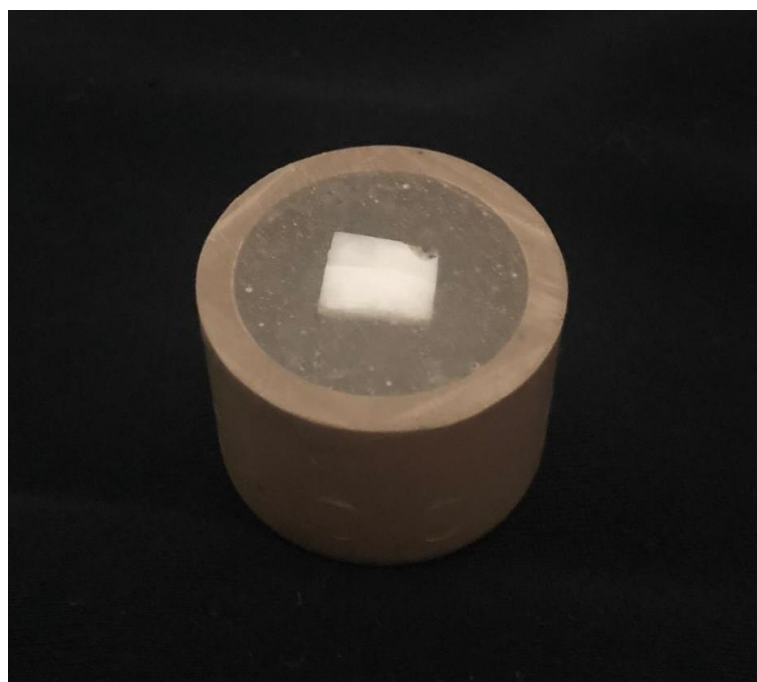
- a) comparar os resultados de adesão entre diferentes primers contendo substâncias que apresentam afinidade com o óxido zircônio;
- b) avaliar a influência da temperatura do cimento na resistência de união;
- c) avaliar a eficácia do jateamento com óxido de alumínio da superfície da zircônia na resistência de união.

3 MATERIAIS E MÉTODOS

Para a execução da metodologia experimental, foi utilizada uma resina composta para restauração direta, um cimento resinoso universal, três sistemas de união e zircônia. Os nomes comerciais, fabricantes e composição estão descritos no quadro 1.

Foram produzidos 110 fragmentos de zircônia (Prettau Anterior, Zirkonzahn, Lietchenstein) nas dimensões 5 mm x 5 mm x 2 mm. Cada fragmento foi sinterizado a 1450° por 120 minutos, e a 700° por 15 minutos, seguindo recomendações do fabricante. Os fragmentos foram embutidos em resina acrílica autopolimerizável (JET Artigos Odontológicos Clássico LTDA, Brasil) em um molde de junta de pvc de meia polegada (Tigre, Brasil). Após a presa da resina acrílica, a superfície do conjunto foi polida com lixa 211Q, grão P600 (3M, EUA), por 1 minuto para regularizar a superfície e lavados em seguida.

Figura 1: Fragmento de Zircônia embutido em resina acrílica em uma junta de PVC

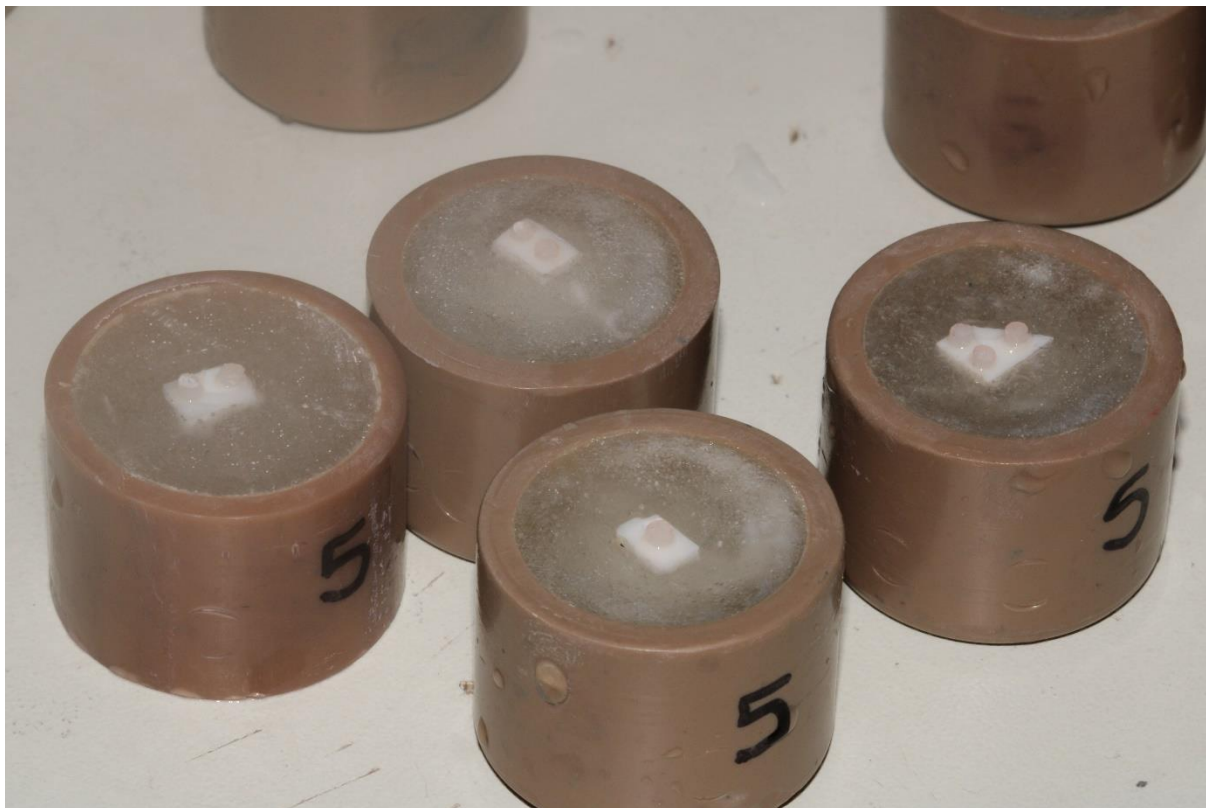


Fonte: Elaborado pela autora

Foram confeccionados discos de resina Z100 (3M ESPE, EUA), na cor A1, com auxílio de elástico de afastamento interdental (Morelli, Brasil), de 1,0 mm

de diâmetro e 1,0 mm de altura. Os discos de resina foram lixados com lixa 211Q, grão P600 (3M, EUA) e, posteriormente, cimentados nos blocos de zircônia.

Figura 2: Discos de resina cimentados no fragmento de Zircônia



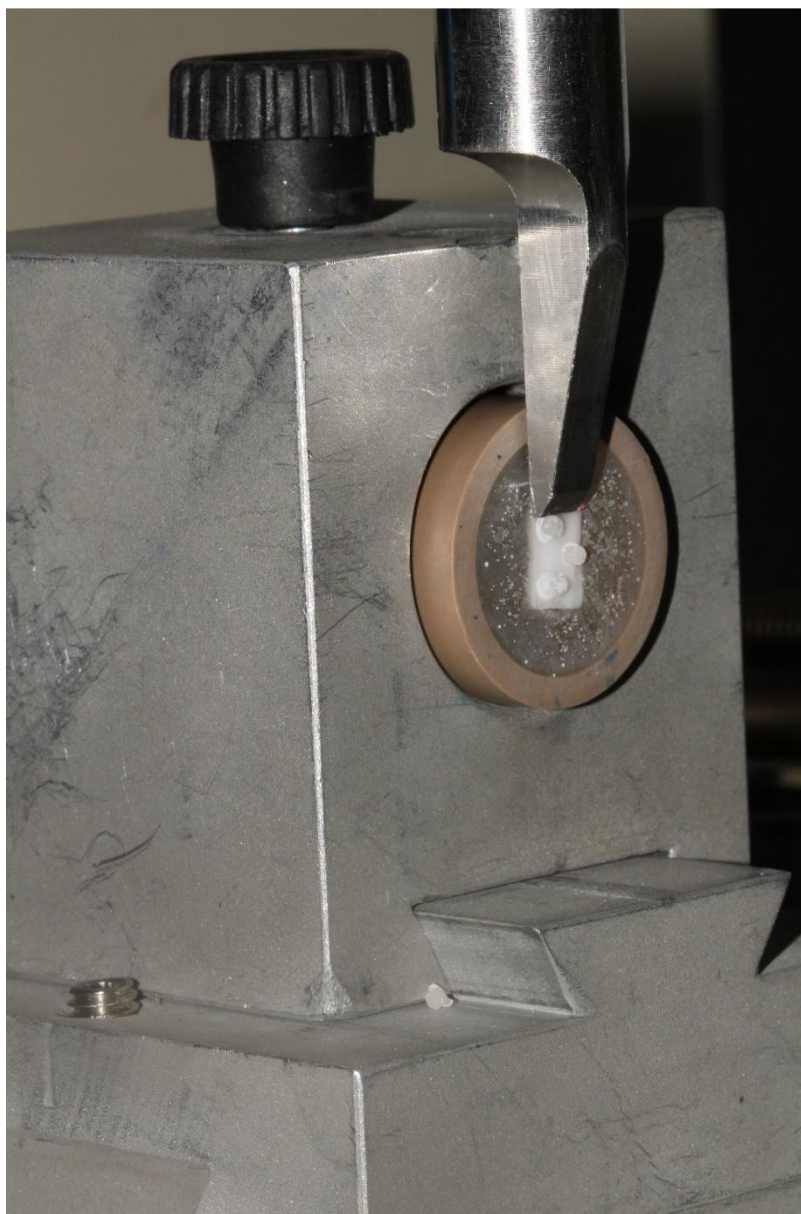
Fonte: Elaborado pela autora

Foram formados 12 grupos (Quadro 2), de acordo com o tratamento de superfície, a temperatura do cimento e os diferentes sistemas de união. Nos seis primeiros grupos foi realizado jateamento prévio com óxido de alumínio 50 μm (Bioart, Brasil) por 10 segundos. Após esse tratamento, foram lavados. O cimento resinoso NX3 light-cure (Kerr, EUA) foi pré-aquecido a 69°C utilizando o dispositivo de aquecimento Hot Set (Technolife, Brasil). Após os procedimentos de cimentação, as amostras foram fotopolimerizadas por 20 segundos utilizando o aparelho fotopolimerizador Valo (Ultradent, EUA) na potência de 1000 mW/cm^2 e armazenadas em água destilada por 48 horas em temperatura ambiente.

Após esse período, foi realizado o ensaio mecânico utilizando o teste de resistência ao cisalhamento, em que cada conjunto cerâmica e resina compostas (N=30) foi fixado em um dispositivo para ensaios de cisalhamento (Odeme;

Luzerna, Santa Catarina, Brasil) adaptado à máquina de ensaios universais Emic 500 (Emic Model 500; São José dos Pinhais, Brasil). A velocidade de teste foi de 0,5 mm por minuto. A força em Newtons (N) da quebra dos corpos de prova foi anotada e posteriormente convertida em MegaPascal (MPa) em função da área de contato de cada cimento com a cerâmica.

Figura 3: Ensaio mecânico na máquina de ensaios universais Emic 500



Fonte: Elaborado pela autora

Após o descolamento as amostras foram examinadas com o objetivo a determinação do padrão de fratura. Após a análise, eles foram caracterizados da

seguinte maneira: adesiva (entre cimento/zircônia); coesiva (no cimento); mista (falhas adesivas e coesivas na mesma superfície de fratura).

A análise estatística foi conduzida com o GraphPad (GraphPad Software, San Diego, Califórnia EUA). Primeiro os dados foram submetidos ao teste de normalidade *Kolmogorov-Smirnov* e, em seguida, ao teste de Análise de variância 2-fatores e post hoc de Tukey para determinação de diferenças entre grupos.

Quadro 1: Materiais utilizados

Material Fabricante/Lote	Composição
NX3 light cure yellow Lot 7294920	Metacrilato de bisfenol A diglicidil; dimetacrilato de trietilenoglicol; dimetacrilato de bisfenol A etoxilado; dimetacrilato de uretano; canforquinona; 4 - dimetilaminobenzoato de etila; -hidroxi-4-metoxibenzofenona; sílica; vidro de aluminoborosilicato bário; fluoreto de sódio e pigmento.
Clearfil SE Bond Primer (KURARAY NORITAKE, JAPÃO) Lot 2J0351	Principais ingredientes: - 10-metacriloxidecil diidrogeniofosfato (MDP) - 2-hidroxietil metacrilato (HEMA) - Dimetacrilato hidrófilo - Canforoquinona - N.N-dietanol-p-toluidina água.
Single Bond Universal / 3M ESPE Lot 658324	Silano, água, iniciadores, etanol, copolímero do ácido polialcenóico modificado por metacrilato, HEMA, resina dimetacrilato, MDP e partículas de carga.
Clearfil Ceramic Primer / KURARAY NORITAKE Lot A50015	Etanol, 3-methacriloloiloxipropil-trimetoxisilano, 10-metacriloxidecil di-hidrogênio fosfato
Zircônia / Prettau Anterior / Zirkonzahn	ZrO ₂ , Y ₂ O ₃ (Max. 12%), Al ₂ O ₃ (Max. 1%), SiO ₂ (Max. 0,02%), Fe ₂ O ₃ (Max. 0,01%).
3M ESPE Z100 Lot 1826900854	Composição: - Bisfenol-A glicildimetacrilato (Bis-GMA) - Trietilenoglicoldimetacrilato (TEGDMA) - Zircônia / sílica.

Fonte: Elaborado pela autora

Quadro 2: Grupos de acordo com o tratamento de superfície, a temperatura do cimento e os diferentes primers e adesivo

Grupo	Tratamento de Superfície realizado	Primer Utilizado	Cimento
G1	Jateamento com óxido de alumínio 50 μ	Clearfil Ceramic Primer (KURARAY NORITAKE, JAPÃO)	NX3 light cure yellow (Kerr, EUA) Temperatura ambiente
G2	Jateamento com óxido de alumínio 50 μ	Clearfil SE Bond Primer (KURARAY NORITAKE, JAPÃO)	NX3 light cure yellow (Kerr, EUA) Temperatura ambiente
G3	Jateamento com óxido de alumínio 50 μ	Single Bond Universal (3M ESPE, EUA)	NX3 light cure yellow (Kerr, EUA) Temperatura ambiente
G4	Jateamento com óxido de alumínio 50 μ	Clearfil Ceramic Primer (KURARAY NORITAKE, JAPÃO)	NX3 light cure yellow (Kerr, EUA) Aquecido a 69°C
G5	Jateamento com óxido de alumínio 50 μ	Clearfil SE Bond Primer (KURARAY NORITAKE, JAPÃO)	NX3 light cure yellow (Kerr, EUA) Aquecido a 69°C
G6	Jateamento com óxido de alumínio 50 μ	Single Bond Universal (3M ESPE, EUA)	NX3 light cure yellow (Kerr, EUA) Aquecido a 69°C
G7	Sem tratamento	Clearfil Ceramic Primer (KURARAY NORITAKE, JAPÃO)	NX3 light cure yellow (Kerr, EUA) Temperatura ambiente
G8	Sem tratamento	Clearfil SE Bond Primer (KURARAY NORITAKE, JAPÃO)	NX3 light cure yellow (Kerr, EUA) Temperatura ambiente
G9	Sem tratamento	Single Bond Universal (3M ESPE, EUA)	NX3 light cure yellow (Kerr, EUA) Temperatura ambiente
G10	Sem tratamento	Clearfil Ceramic Primer (KURARAY NORITAKE, JAPÃO)	NX3 light cure yellow (Kerr, EUA) Aquecido a 69°C
G11	Sem tratamento	Clearfil SE Bond Primer (KURARAY NORITAKE, JAPÃO)	NX3 light cure yellow (Kerr, EUA) Aquecido a 69°C
G12	Sem tratamento	Single Bond Universal (3M ESPE, EUA)	NX3 light cure yellow (Kerr, EUA) Aquecido a 69°C

Fonte: Elaborado pela autora

4 ARTIGO CIENTÍFICO

Bond strength between zirconia and composite resin using MDP-based products, associated with the temperature of the resin cement and mechanical treatment

Periódico para o qual o artigo será submetido: **International Journal of Adhesion and Adhesives (A2).**

Endereço eletrônico para acesso as normas do periódico:
<https://www.journals.elsevier.com/international-journal-of-adhesion-and-adhesives>

Bond strength between zirconia and composite resin using MDP-based products, associated with the temperature of the resin cement and mechanical treatment

Karina Silveira de Castro Namorato¹, Lorrany Raicy Costa¹, Raquel Braga de Paula²,
Alberto Nogueira da Gama Antunes³

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

^{two} Undergraduate Student of Dentistry, Department of Dentistry, Pontifical Catholic University of Minas Gerais, Belo Horizonte, Minas Gerais, Brazil.

³ Adjunct Professor I, 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

ABSTRACT

The aim of this study was to evaluate the combination of physical-chemical surface treatment methods (blasting associated with primers and adhesive containing the 10-MDP molecule), as well as procedures with the attempt to improve the properties of the cementing material, such as pre-polymerization heating. Fragments were used zirconia (Prettau Anterior, Zirkonzahn, Lietchenstein), where Z100 resin discs were cemented (3M ESPE, USA). 12 groups were formed, according to the surface treatment (with and without blasting with 50 μm aluminum oxide), the cement temperature (room temperature and preheated to 69°C) and the different primers containing 10-MDP (Clearfil ceramic primer, Kuraray Noritake, Japan; Clearfil SE Bond Primer, Kuraray Noritake, Japan) and the Single Bond Universal adhesive, 3M Espe USA). After the cementation procedures using the light cure version of the NX3 cement (Kerr, USA), the samples were light-cured for 20 seconds using the Valo light-curing device (Ultradent, USA) at a power of 1000 mW/cm² and stored in distilled water for 48 hours at room temperature. After that period, the mechanical test was carried out using the shear strength test, on the universal testing machine Emic 500 (Emic Model 500; São José dos Pinhais, Brazil). The test speed was 0.5 mm per minute. The Newtons force (N) of the breaking of the specimens was noted and later converted to MegaPascal (MPa). With this study it was possible to conclude that in blasted groups the best result of bond strength was provided by the universal adhesive containing MDP with the cement being heated or not. This group had a higher number of mixed and adhesive fractures. For the condition without blasting, Clearfill SE Bond and Single Bond Universal were the treatments that provided the best bond strength values at room temperature. When heating the cement, the universal adhesive determined higher bond strength values. The fracture pattern in the blasted groups was the highest number of adhesive fractures.

Keywords: Zirconia. Adhesive cementation. Surface treatment. MDP. Bond strength.

1. Introduction

Tetragonal zirconia ceramics partially stabilized with yttrium have several advantageous properties, such as their pleasant aesthetics, high fracture toughness, high mechanical performance, high flexural strength, and adequate biocompatibility [1-5]. The introduction of computer-aided design and processing (CAD/CAM) technology has helped to simplify the manufacture of dental prostheses, further contributing to the use of ceramic restorative materials to replace crowns and fixed prostheses with metallic infrastructures. These ceramics with a high crystalline content are used as structural material, allowing restorations without metal in a more predictable way [3,6].

Reliable adhesion and marginal integrity are essential for the durability of ceramic restorations [3,6-8]. Zirconia, on the other hand, still has cementation protocols with controversial guidelines [3,7]. This ceramic has a low proportion of glass phase and does not contain silicon dioxide, so neither acid conditioning nor silanization results in a good connection between this material and resin cements [7]. The large content of polycrystals gives chemical stability to zirconia, thus reducing reactivity with acids. It is difficult to establish a durable physical-chemical bond due to its inert surfaces and the difficulty of creating micro-retention on the densely sintered surface.

In view of the need for a protocol that results in a more reliable adhesion, different procedures have been proposed to modify the zirconia surface and increase the bond strength to the underlying structure. However, these treatments individually are not sufficient to generate a reliable long-term bond between cement and zirconia. Therefore, a combination of pre-treatment methods is essential [8,11]. An alternative technique must contain a chemical interaction between the zirconia and the

cementation system without requiring mechanical damage [10]. The combination of sandblasting and chemical pretreatment increased the bond strength between zirconia and resin-based cements [3].

Chemical treatments affect the topography of the surface while physicochemical affect roughness, wettability, and free surface energy [3]. Some studies have shown that the combination of simple blasting with aluminum oxide, followed by the application of 10-MDP results in high values of adhesion and chemical affinity [2,12-15], even when 10-MDP is part of multi-systems. components such as universal adhesives [8,13], in which case blasting of the zirconia surface is essential for satisfactory bonding [13].

The materials used for cementation of ceramics are based on composite resin and one way to improve the degree of conversion of the resins is to preheat it. The degree of conversion is closely related to the mechanical properties of the polymer. Therefore, an increase in hardness, an increase in flexural strength and an increase in wear resistance are expected [16-19]. In addition, cementation with preheated resins can increase the strengthening effect of ceramics. With the gradual decrease in viscosity as the temperature increases, they infiltrate the porosities of the ceramic interface, increasing the bond strength and the fracture resistance [17].

It is of great interest to develop an effective means of bonding to zirconia to allow for better long-term retention. Therefore, it is justified to carry out studies to evaluate the combination of physical-chemical surface treatment methods (blasting associated with primers containing the 10-MDP molecule), as well as procedures with the attempt to improve the properties of the cementing material, such as heating prior to polymerization.

2. Materials and methods

For the execution of the experimental methodology, a composite resin was used for direct restoration, a universal resin cement, three joining systems and zirconia. Trade names, manufacturers and composition are described in Table 1.

110 fragments of zirconia (Prettau Anterior, Zirkonzahn, Lietchenstein) were produced in dimensions 5 mm x 5 mm x 2 mm. Each fragment was sintered at 1450° for 120 minutes, and at 700° for 15 minutes, following the manufacturer's recommendations. The fragments were embedded in self-curing acrylic resin (JET Odontological Articles Classic LTDA, Brazil) in a half-inch PVC joint mold (Tigre, Brazil). After setting the acrylic resin, the surface of the set was polished with 211Q sandpaper, grain P600 (3M, USA), for 1 minute to smooth the surface and then washed. Z100 resin discs (3M ESPE, USA), in color A1, were made with the aid of an interdental clearance elastic band (Morelli, Brazil), 1.0 mm in diameter and 1.0 mm high. The resin discs were sanded with sandpaper 211Q, P600 grain (3M, USA) and, later, cemented on the zirconia blocks.

Twelve groups were formed (Chart 2), according to the surface treatment, the cement temperature, and the different joining systems. In the first six groups, prior blasting was performed with 50 µm aluminum oxide (Bioart, Brazil) for 10 seconds. After this treatment, they were washed. The resin cement NX3 light-cure (Kerr, USA) was preheated to 69°C using the Hot Set heating device (Technolife, Brazil). After the cementation procedures, the samples were light cured for 20 seconds using the Valo curing device (Ultradent, USA) at a power of 1000 mW/cm² and stored in distilled water for 48 hours at room temperature.

After this period, a mechanical test was carried out using the shear strength test, in which each composite ceramic and resin set ($N = 30$) was fixed in a device for shear tests (Odeme; Luzerna, Santa Catarina, Brazil) adapted to the universal testing machine Emic 500 (Emic Model 500; São José dos Pinhais, Brazil). The test speed was 0.5 mm per minute. The Newtons force (N) of the breaking of the specimens was noted and later converted into Megapascal (MPa) as a function of the contact area of each cement with the ceramic.

After detachment, the samples were examined with the objective is to determine the fracture pattern. After analysis, they were characterized as follows: adhesive (between cement/zirconia); cohesive (in cement); mixed (adhesive and cohesive failures on the same fracture surface).

Statistical analysis was conducted with GraphPad (GraphPad Software, San Diego, California USA). First, the data were subjected to the Kolmogorov-Smirnov normality test and then to the 2-factor analysis of variance test and Tukey's post hoc test to determine differences between groups.

3. Results

The MPa values of the blasted groups were subjected to the Kolmogorov-Smirnov normality test and then to the 2-factor analysis of variance test (Table 1) and Tukey's post hoc test to determine differences between groups (Table 2).

After the analysis of variance analysis of the groups with blasting (Table 2), the Tukey test revealed that at room temperature the best treatment method was achieved by applying the Single Bond Universal (group 3, with 39.36 MPa), being

statistically different groups 1 and 2 ($p < 0.05$). There were no differences between Clearfill Ceramic Primer (30.54 Mpa) and Clearfill SE Bond (29.91 Mpa).

When the resin cement was heated (Table 2, blasting groups), group 6 (Single Bond Universal as a treatment method) reached an average of 43.70 MPa, statistically different from groups 4 and 5. In addition, there was a statistically significant difference between the groups 4 and 5

In the comparison between the cement temperatures, it was observed that only for the groups that used the Clear Fill Ceramic Primer there was no statistically significant increase in the shear strength value. In the others, there was always a significant increase in the bond strength value.

After the classification of the fracture pattern, it was observed that all groups had a high number of fractures classified as adhesive, except group 6 (Single Bond Universal, with aluminum oxide blasting). In this group, a high number of mixed and cohesive fractures was noted (Fig. 1).

The MPa values of the non-blasted groups were subjected to the Kolmogorov-Smirnov normality test and then to the 2-factor analysis of variance test (Table 3) and Tukey's post hoc test to determine differences between groups (Table 2).

After the 2-factor analysis of variance test of the groups without blasting, the Tukey test (Table 4) revealed that at room temperature the best treatment method was achieved by applying the Single Bond Universal (39.72 Mpa) and Clearfill SE Bond (38.62 Mpa), both being statistically equal and different in relation to the group that used the Clearfill Ceramic Primer (36.48 Mpa), $p < 0.05$.

When the resin cement was heated, group 12 (Single Bond Universal as a treatment method) reached an average of 39.89 Mpa and the Clearfill SE Bond group had an average of 37.35 Mpa. These two groups were statistically different in relation

to group 7 (Clearfill Ceramic Primer), which reached an average of 34.85 Mpa ($p < 0.05$). In the comparison between temperatures, it was seen that there are no differences between the cement temperatures.

After the classification of the fracture pattern for the non-blasted groups, it was observed that the adhesive-type fracture pattern was predominant in all groups (Fig. 2).

Tables 5 and 6 show the comparison between the groups that were shot or not. It was possible to observe that only in Clearfill SE Bond, at room temperature, there was a statistically significant difference ($p = 0.001146$).

4. Discussion

Several methods have been used to modify the zirconia surface in an attempt to improve its reactivity, thus increasing its bond strength to resin cement. Among the possible treatments, the association between mechanical and chemical methods has been considered a reliable alternative [3]. In the present study, the influence of different primers and a commercially available universal adhesive containing the 10-MDP molecule, associated or not with sandblasting with aluminum oxide, on the shear strength of a light cure resin cement fixed to zirconia and used at temperature was analyzed. room and preheated. The tested null hypothesis was, however, rejected due to the observed results.

Primers and an adhesive containing the 10-MDP molecule were used, which was used as a chemical method to improve adhesion to resin cement. 10-MDP is today one of the most efficient functional monomers in terms of chemical bonding, widely used in dentistry, known for being capable of chemically bonding to different

substrates such as dentin, ceramics and metal [8,13]. Phosphate groups of the MDP monomer react chemically with the hydroxyl groups of zirconia, consequently increasing the bond strength for a longer period [9]. The bond of 10-MDP with zirconia is not only ionic, but also a hydrogen bond [10]. 10-MDP is an acid functional monomer that has a phosphate ester group that binds directly to metal oxides such as zirconium oxide [12].

The most used mechanical method is sandblasting with aluminum oxide particles to increase the surface area and produce micromechanical retention. After the shear strength test, it was found that there was no statistical difference between blasted and non-blasted samples in most groups. Only in one group, at Clearfill SE Bond, at room temperature, there was a statistically significant difference ($p = 0.001146$) as can be seen in Table 5. The group without blasting showed higher strength values than the blasted group. This data is in line with published studies that demonstrate that the association between blasting and the use of 10-MDP primers significantly increases the bond strength of resin cement to zirconia [3,4,8, 11-13],

At room temperature, the best treatment method was achieved by applying the Single Bond Universal (group 3, with 39.36 MPa), being statistically different from groups 1 and 2 ($p < 0.05$). There were no differences between Clearfill Ceramic Primer and Clearfill SE Bond. Universal bonding agents recently entered the market and were designed to be able to adhere to different substrates and have already been shown to be able to join zirconia in previous work [13].

When the cement temperature variable was tested, and the cement was previously heated to 69°C, in the blasted samples (table 2), it was observed that only for the groups that used the Clear Fill Ceramic Primer (groups 1 and 4) there was not statistically increase significant effect on the shear strength values. In the others,

there has always been a significant increase in the value of the bond strength. Preheating before polymerization decreases its viscosity, allowing greater mobility of free radicals. Consequently, these materials achieve greater conversion of monomers into polymers, and the degree of conversion is closely related to the mechanical properties of the polymer (16-19). In the non-blasted samples, there were no statistical differences in the values between the cement temperatures.

Regarding the fracture pattern, in the blasted samples, it was observed that all groups had a high number of fractures classified as adhesive, except group 6 (Single Bond Universal as a treatment method and heated cement). In this group, a high number of mixed and cohesive fractures was noted in comparison to the other groups. In the samples of the non-blasted groups, it was observed that the adhesive-type fracture pattern was predominant in all groups.

The use of a resinous adhesive containing MDP in association with blasting, with or without heating, seems to indicate an interesting and viable possibility of treating zirconia ceramics. Universal adhesives containing monomers with acidic phosphate radicals are easily found on the market and the use of sandblasting is already a widespread approach. However, further studies are needed to verify whether this type of method can in fact be used as a form of mechanical / chemical treatment of indirect restorations produced with zirconia. Since the present study used only one method of challenge to the union, shear strength test, in just one time, shortly after the cementation step, the doubt remains as to how the groups would behave in the presence of a long period of cementing. wet storage, for example. Mechanical or thermal challenges could be other ways to better evaluate the methods of treating the zirconia surface. The chemical bonds that were produced

through the MDP, in their different commercial forms, could not withstand the phenomena of expansion and contraction over time, for example.

5. Conclusion

Within the limitations of the study, it was possible to conclude that in blasted groups the best result of bond strength was provided by the Single Bond Universal adhesive containing MDP with the cement being heated or not. This group had a higher number of mixed and adhesive fractures. The fracture pattern in the blasted groups was the highest number of adhesive fractures for the Clearfil Ceramic Primer and Clearfill SE Bond groups.

For the condition without blasting, Clearfill SE Bond and Single Bond Universal were the treatments that provided the best bond strength values at room temperature. When heating the cement, the Single Bond Universal adhesive determined higher bond strength values. The fracture pattern in the blasted groups was the highest number of adhesive fractures.

References

- [1] de Souza GMD, Silva NR, Paulillo LA, De Goes MF, Rekow ED, Thompson VP. Bond strength to high-crystalline content zirconia after different surface treatments. *J Biomed Mater Res B: Appl Biomater*. 2010; 93 (2): 318-23.
- [2] Yue X, Hou X, Gao J, Bao P, Shen J. Effects of MDPbased primers on shear bond strength between resin cement and zirconia. *Exp Ther Med*. 2019; 17 (5): 3564-72.
- [3] Lima RBW, Barreto SC, Alfrisany NM, Porto TS, De Souza GM, De Goes MF. Effect of silane and MDP-based primers on physico-chemical properties of zirconia and its bond strength to resin cement. *Dental Mater*. 2019; 35 (11): 1557-67.
- [4] Nagaoka N, Yoshihara K, Feitosa VP, Tamada Y, Irie M, Yoshida Y, et al. Chemical interaction mechanism of 10-MDP with zirconia. *Sci Rep*. 2017; 7 (1): 1-7.
- [5] De-Paula DM, Loguercio AD, Reis A, NM Fleet, Melo R, Yoshihara K, et al. Micro-raman vibrational identification of 10-MDP bond to zirconia and shear bond strength analysis. *BioMed Res Int*. 2017; 2017:8756396.
- [6] Miyazaki T, Nakamura T, Matsumura H, Ban S, Kobayashi T. Current status of zirconia restoration. *J Prosthodont Res*. 2013; 57 (4): 236-261.
- [7] Miragaya L, Maia LC, Sabrosa CE, by Goes MF, da Silva EM. Evaluation of self-adhesive resin cement bond strength to yttria-stabilized zirconia ceramic (Y-TZP) using four surface treatments. *J Adhes Dent*. 2011; 13 (5): 473-80.

- [8] Llerena-Icochea AE, Costa RM, Borges AFS, Bombonatti JFS, Furuse AY. Bonding polycrystalline zirconia with 10-MDP – containing adhesives. *Oper Dent*. 2017; 42 (3): 335-41.
- [9] Go EJ, Shin Y, Park JW. Evaluation of the Microshear Bond Strength of MDP-containing and Non – MDP-containing Self-adhesive Resin Cement on Zirconia Restoration. *Oper Dent*. 2019; 44 (4): 379-85.
- [10] Skienhe H, Habchi R, Ounsi H, Ferrari M, Salameh Z. Evaluation of the effect of different types of abrasive surface treatment before and after zirconia sintering on its structural composition and bond strength with resin cement. *BioMed Res Int*. 2018;20181803425.
- [11] Komine F, Blatz MB, Matsumura H. Current status of zirconia-based fixed restorations. *J Oral Sci*. 2010; 52 (4): 531-9.
- [12] Şanlı S, Çömlekoğlu MD, Çömlekoğlu E, Sonugelen M, Pamir T, Darvell BW. Influence of surface treatment on the resin-bonding of zirconia. *Dent Mater*. 2015; 31 (6): 657-68.
- [13] Le M, Larsson C, Papia E. Bond strength between MDP-based cement and translucent zirconia. *Dent Mater J*. 2019; 38 (3): 480-9.
- [14] Daronch M, Rueggeberg FA, De Goes MF. Monomer conversion of pre-heated composite. *J Dent Res*. 2005; 84 (7): 663-67.
- [15] Coelho NF, Barbon FJ, Machado RG, Boscato N, Moraes RR. Response of composite resins to preheating and the resulting strengthening of luted feldspar ceramic. *Dent Mater*. 2019; 35 (10): 1430-8.
- [16] França FÁ, Oliveira MD, Rodrigues JA, Arrais CAG. Pre-heated dual-cured resin cements: analysis of the degree of conversion and ultimate tensile strength. *Braz Oral Res*. 2011; 25 (2): 174-9.

- [17]Morais A, Santos ARAD, Giannini M, Reis AF, Rodrigues JA, Arrais CAG. Effect of pre-heated dual-cured resin cements on the bond strength of indirect restorations to dentin. *Braz Oral Res.* 2012; 26 (2): 170-6.
- [18]Silva JCD, Rogério Vieira REGES, Rege ICC, Cruz CADS, Vaz LG, Estrela C, Castro FLAD. Pre-heating mitigates composite degradation. *J Appl Oral Sci.* 2015; 23 (6): 571-9.
- [19]Thompson JY, Stoner BR, Piascik JR, Smith R. Adhesion / cementation to zirconia and other non-silicate ceramics: where are we now?. *Dent Mater.* 2011; 27 (1): 71-82.

Tables

Table 1. Analysis of variance 2 - factors with a 95% significance level of the blasted groups

Variation Source	SQ	gl	MQ	F	p-value
Cement temperature	869.8805	1	869.8805	5,950415	0.015718
Treatment method	3480,998	two	1740,499	11.90588	0.000014
Interaction	279,142	two	139.5571	0.95464	0.386958
Residue	25436.75	174	146,1882		
Total	30066.74	179			

Table 2. Averages in MPa and standard deviation of the groups of the blasted groups

	Clearfill Ceramic Primer	Clearfill SE Bond (Primer)	Universal Single Bond
Room temperature	30.54 (11.13) Ba	29.91 (10.07) Bb	39.36 (10.29) Ab
Heated	31.91 (15.31) Ca	37.38 (11.23) Ba	43.70 (13.61) Aa

Different lowercase letters represent a statistically significant difference in the values arranged in columns by the Tukey test ($p < 0.05$). Different capital letters represent a statistically significant difference in the values arranged in lines by the Tukey test ($p < 0.05$).

Table 3. Analysis of variance 2 - factors with a 95% significance level of the groups without blasting

Variation Source	SQ	gl	MQ	F	p-value
Cement temperature	59.54701	1	59.54701	0.43943	0.508275
Treatment method	614,6417	two	307,3208	2,267891	0.106583
Interaction	47.82661	two	23,9133	0.17647	0.838374
Residue	23578.66	174	135.5095		
Total	24300.67	179			

Table 4. Averages in MPa and standard deviation of the groups without blasting

	Clearfill Ceramic Primer	Clearfill SE Bond (Primer)	Universal Single Bond
Room temperature	36.48 (14.80) Ba	38.62 (9.66) Aa	39.72 (8.61) Aa
Heated	34.85 (12.91) Ca	37.35 (10.93) Ba	39.89 (11.85) Aa

Different lowercase letters represent a statistically significant difference in the values arranged in columns by the Tukey test ($p < 0.05$). Different capital letters represent a statistically significant difference in the values arranged in lines by the Tukey test ($p < 0.05$).

Table 5. Averages in MPa and standard deviation of groups with cement at room temperature

	Clearfill Ceramic Primer	Clearfill SE Bond (Primer)	Universal Single Bond
With blasting	30.54 (11.13) A	29.91 (10.07) B	39.36 (10.29) A
Without blasting	36.48 (14.80) A	38.62 (9.66) A	39.72 (8.61) A
	P = 0.084005	p = 0.001146	p = 0.881017

Different capital letters represent a statistically significant difference in the values arranged in columns by the t-test ($p < 0.05$).

Table 6. Averages in MPa and standard deviation of the groups with heated cement

	Clearfill Ceramic Primer	Clearfill SE Bond (Primer)	Universal Single Bond
With blasting	31.91 (15.31) A	37.38 (11.23) A	43.70 (13.61) A
Without blasting	34.85 (12.91) A	37.35 (10.93) A	39.89 (11.85) A
	P = 0.545541	p = 0.99056	P = 0.25318

Different capital letters represent a statistically significant difference in the values arranged in columns by the t-test ($p < 0.05$).

List of Figures

Figure 1. Fracture pattern of blasted groups

Figure 2. Fracture pattern of groups without blasting

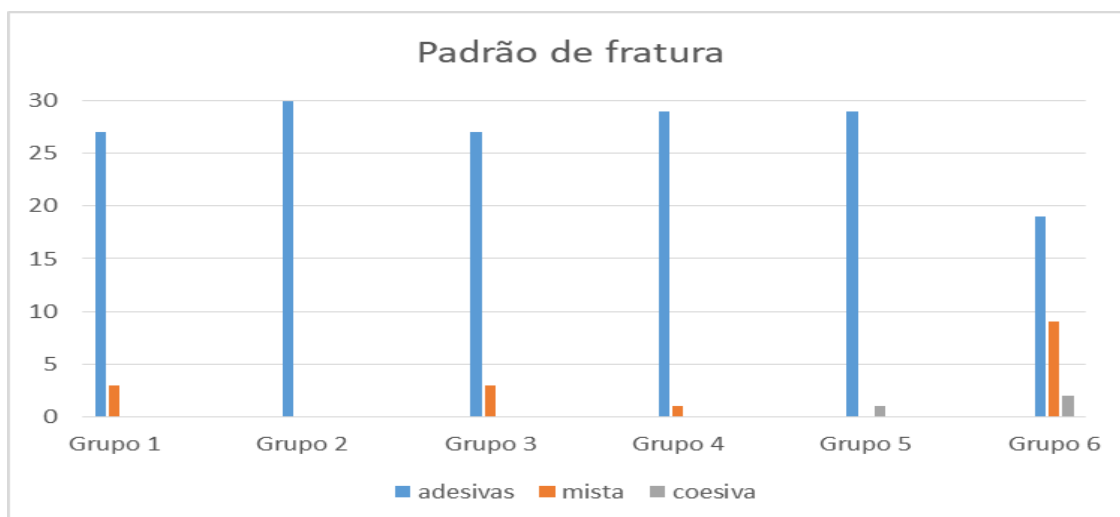


Fig. 1.

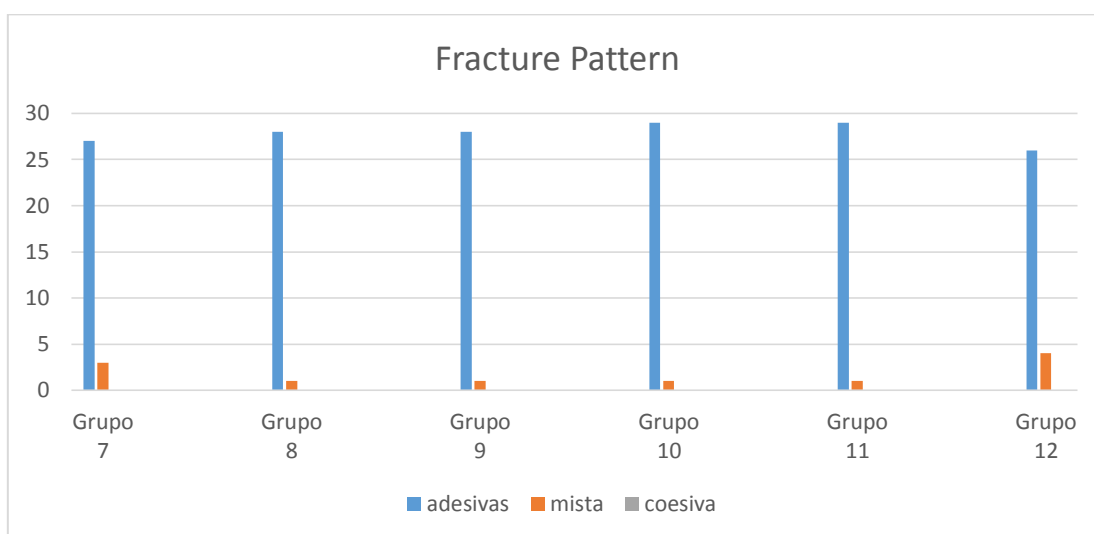


Fig. 2.

Table 1: Materials used

Material Manufacturer / Batch	COMPOSITION
NX3 light cure yellow Lot 7294920	Diglycidyl bisphenol A methacrylate; triethylene glycol dimethacrylate; bisphenol A dimethacrylate ethoxylate; urethane dimethacrylate; camphorquinone; 4 - ethyl dimethylaminobenzoate; -hydroxy-4-methoxybenzophenone; silica; barium aluminum borosilicate glass; sodium fluoride and pigment.
Clearfil SE Bond Primer (KURARAY NORITAKE, JAPAN) Lot 2J0351	Main ingredients: - 10-methacryloxydecyl dihydrogeniophosphate (MDP) - 2-hydroxyethyl methacrylate (HEMA) - Hydrophilic dimethacrylate - Camphorquinone - NN-diethanol-p-toluidine water.
Universal Single Bond / 3M ESPE Lot 658324	Silane, water, initiators, ethanol, methacrylate modified polyalkenoic acid copolymer, HEMA, dimethacrylate resin, MDP and filler particles.
Clearfil Ceramic Primer / KURARAY NORITAKE Lot A50015	Ethanol, 3-methacryloyloxypropyl-trimethoxysilane, 10-methacryloxydecyl dihydrogen phosphate
Zirconia / Prettau Anterior / Zirkonzahn	ZrO ₂ , Y ₂ O ₃ (Max. 12%), Al ₂ O ₃ (Max. 1%), SiO ₂ (Max. 0.02%), Fe ₂ O ₃ (Max. 0.01%).
3M ESPE Z100 Lot 1826900854	Composition: - Bisphenol-A glycidimethacrylate (Bis-GMA) - Triethylene glycolimethacrylate (TEGDMA) - Zirconia / silica.

Chart 2. Groups according to according to surface treatment, cement temperature and different primers

Group	Surface treatment performed	Primer Used	Cement
G1	Sandblasting with 50 μ aluminum oxide	Clearfil Ceramic Primer (KURARAY NORITAKE, JAPAN)	NX3 light cure yellow (Kerr, USA) Room temperature
G2	Sandblasting with 50 μ aluminum oxide	Clearfil SE Bond Primer (KURARAY NORITAKE, JAPAN)	NX3 light cure yellow (Kerr, USA) Room temperature
G3	Sandblasting with 50 μ aluminum oxide	Universal Single Bond (3M ESPE, USA)	NX3 light cure yellow (Kerr, USA) Room temperature
G4	Sandblasting with 50 μ aluminum oxide	Clearfil Ceramic Primer (KURARAY NORITAKE, JAPAN)	NX3 light cure yellow (Kerr, USA) Room temperature
G5	Sandblasting with 50 μ aluminum oxide	Clearfil SE Bond Primer (KURARAY NORITAKE, JAPAN)	NX3 light cure yellow (Kerr, USA) Room temperature
G6	Sandblasting with 50 μ aluminum oxide	Universal Single Bond (3M ESPE, USA)	NX3 light cure yellow (Kerr, USA) Room temperature
G7	No treatment	Clearfil Ceramic Primer (KURARAY NORITAKE, JAPAN)	NX3 light cure yellow (Kerr, USA) Room temperature
G8	No treatment	Clearfil SE Bond Primer (KURARAY NORITAKE, JAPAN)	NX3 light cure yellow (Kerr, USA) Room temperature
G9	No treatment	Universal Single Bond (3M ESPE, USA)	NX3 light cure yellow (Kerr, USA) Room temperature
G10	No treatment	Clearfil Ceramic Primer (KURARAY NORITAKE, JAPAN)	NX3 light cure yellow (Kerr, USA) Room temperature
G11	No treatment	Clearfil SE Bond Primer (KURARAY NORITAKE, JAPAN)	NX3 light cure yellow (Kerr, USA) Heated to 69°C
G12	No treatment	Universal Single Bond (3M ESPE, USA)	NX3 light cure yellow (Kerr, USA) Heated to 69°C

5 CONSIDERAÇÕES FINAIS

O uso da zircônia como material de infraestrutura e em coroas monolíticas sobre dentes e implantes tem aumentado bastante nos últimos anos. É um material com excelentes propriedades mecânicas e que tem apresentado grandes melhorias nas propriedades estéticas, que era um fator limitador especialmente para restaurações monolíticas em dentes anteriores devido à grande opacidade das zircônias da primeira geração.

Além das melhorias das propriedades estéticas, as pesquisas têm se concentrado na possibilidade de adesão à zircônia. A possibilidade de ligação previsível entre a superfície da zircônia e os cimentos resinosos poderiam aumentar ainda mais as indicações e uso desses materiais.

Atualmente não existe um tratamento de superfície universal para a zircônia, mas para alcançar uma resistência de ligação durável a superfície precisa ser tratada.

No presente estudo foi analisada a influência de diferentes primers comercialmente disponíveis contendo a molécula 10-MDP, associados ou não ao jateamento com óxido de alumínio, na resistência de cisalhamento de um cimento resinoso, utilizado em temperatura ambiente e pré-aquecido, à zircônia.

O uso de um adesivo resinoso contendo MDP em associação ao jateamento, com ou sem aquecimento, parece indicar uma possibilidade interessante e viável de tratamento de cerâmicas de zircônia. Porém novos estudos devem ser realizados para verificar se este tipo de método de fato pode ser usado como forma de tratamento mecânico/químico das restaurações indiretas produzidas com zircônia, utilizando diferentes desafios mecânicos ou térmicos, bem como testar o comportamento após envelhecimento das amostras.

REFERÊNCIAS

- AL-AHDAL, K.; SILIKAS, N.; WATTS, D.C. Rheological properties of resin composites according to variations in composition and temperature. **Dental Materials**, v.30, n.5, p. 517-524, May 2014.
- COELHO, N.F. *et al.* Response of composite resins to preheating and the resulting strengthening of luted feldspar ceramic. **Dental Materials**, v.35, n.10, p. 1430-1438, 2019.
- DARONCH, M.; RUEGGEBERG, F.A.; DE GOES, M.F. Monomer conversion of pre-heated composite. **Journal of Dental Research**, v.84, n.7, p. 663-667, 2005.
- DE SOUZA, G.M.D. *et al.* Bond strength to high-crystalline content zirconia after different surface treatments. **Journal of Biomedical Materials Research Part B: Applied Biomaterials**, v.93, n.2, p. 318-323, 2010.
- DE-PAULA, D.M. *et al.* Micro-Raman vibrational identification of 10-MDP bond to zirconia and shear bond strength analysis. **BioMed Research International**, v.2017, p. ID 8756396, 2017.
- DOS SANTOS, R.A. *et al.* Can universal adhesive systems bond to zirconia?. **Journal of Esthetic and Restorative Dentistry**, v.31, n.6, p. 589-594, 2019.
- GO, E.J.; SHIN, Y.; PARK, J.W. Evaluation of the Microshear Bond Strength of MDP-containing and Non-MDP-containing Self-adhesive Resin Cement on Zirconia Restoration. **Operative Dentistry**, v.44, n.4, p. 379-385, 2019.
- KHAN, A.A. *et al.* Recent trends in surface treatment methods for bonding composite cement to zirconia: a review. **The Journal of Adhesive Dentistry**, v.19, n.1, p. 7-19, 2017.
- KOMINE, F.; BLATZ, M.B.; MATSUMURA, H. Current status of zirconia-based fixed restorations. **Journal of Oral Science**, v.52, n.4, p. 531-539, 2010.
- LE, M.; LARSSON, C.; PAPIA, E. Bond strength between MDP-based cement and translucent zirconia. **Dental Materials Journal**, v.38, n.3, p. 480-489, June 2019.
- LIMA, R.B.W. *et al.* Effect of silane and MDP-based primers on physico-chemical properties of zirconia and its bond strength to resin cement. **Dental Materials**, v.35, n.11, p. 1557-1567, 2019.
- LLERENA-ICOCHÉA, A.E. *et al.* Bonding polycrystalline zirconia with 10-MDP-containing adhesives. **Operative Dentistry**, v.42, n.3, p. 335-341, 2017.
- MIRAGAYA, L. *et al.* Evaluation of self-adhesive resin cement bond strength to yttria-stabilized zirconia ceramic (Y-TZP) using four surface treatments. **Journal of Adhesive Dentistry**, v.13, n.5, p. 473-480, Oct. 2011.

MIYAZAKI, T. *et al.* Current status of zirconia restoration. **Journal of Prosthodontic Research**, v.57, n.4, p. 236-261, 2013.

NAGAOKA, N. *et al.* Chemical interaction mechanism of 10-MDP with zirconia. **Scientific Reports**, v.7, n.1, p. 1-7, 2017.

ŞANLI, S. *et al.* Influence of surface treatment on the resin-bonding of zirconia. **Dental Materials**, v.31, n.6, p. 657-668, 2015.

SILVA, J.C. *et al.* Pre-heating mitigates composite degradation. **Journal of Applied Oral Science**, v.23, n.6, p. 571-579, Nov./Dec. 2015.

SKIENHE, H. *et al.* Evaluation of the effect of different types of abrasive surface treatment before and after zirconia sintering on its structural composition and bond strength with resin cement. **BioMed Research International**, v.2018, p. 1803425, May 2018.

TOMASELLI, L.O. *et al.* Influence of pre-heating regular resin composites and flowable composites on luting ceramic veneers with different thicknesses. **Brazilian Dental Journal**, v.30, n.5, p. 459-466, 2019.

YUE, X. *et al.* Effects of MDP-based primers on shear bond strength between resin cement and zirconia. **Experimental and Therapeutic Medicine**, v.17, n.5, p. 3564-3572, 2019.