

RESSALVA

Atendendo solicitação do(a)
autor(a), o texto completo desta tese
será disponibilizado somente a partir
de 30/04/2022.



UNESP - Universidade Estadual Paulista
“Júlio de Mesquita Filho”
Faculdade de Odontologia de Araraquara



Stephania Caroline Rodolfo Silva

**Efeito de tratamentos de superfície e da termociclagem sobre a resistência de
união entre uma zircônia *Y-TZP* e cimentos resinosos**

**Araraquara
2020**



UNESP - Universidade Estadual Paulista
“Júlio de Mesquita Filho”
Faculdade de Odontologia de Araraquara



Stephania Caroline Rodolfo Silva

**Efeito de tratamentos de superfície e da termociclagem sobre a resistência de
união entre uma zircônia *Y-TZP* e cimentos resinosos**

Tese apresentada ao programa de Pós-Graduação em Reabilitação Oral, Área de Prótese, da Faculdade de Odontologia de Araraquara, da Universidade Estadual Paulista para título de Doutor em Reabilitação Oral.

Orientador: Prof. Dr. José Maurício dos Santos Nunes Reis

Araraquara
2020

Silva, Stephania Caroline Rodolfo

Efeito de tratamentos de superfície e da termociclagem sobre a resistência de união entre uma zircônia Y-TZP e cimentos resinosos / Stephania Caroline Rodolfo Silva.-- Araraquara: [s.n.], 2020.

76 f.; 30 cm.

Tese (Doutorado em Reabilitação Oral) – Universidade Estadual Paulista, Faculdade de Odontologia

Orientador: Prof. Dr. José Maurício dos Santos Nunes Reis

1. Cimentos de resina 2. Cimentos dentários
3. Cerâmica 4. Resistência ao cisalhamento I. Título

Stephania Caroline Rodolfo Silva

**Efeito de tratamentos de superfície e da termociclagem sobre a resistência de
união entre uma zircônia *Y-TZP* e cimentos resinosos**

Comissão julgadora

Defesa da tese para obtenção do grau de doutor em Reabilitação Oral

Presidente e orientador Prof. Dr. José Maurício dos Santos Nunes Reis – Professor Assistente Doutor do Departamento de Materiais Odontológicos e Prótese da Faculdade de Odontologia de Araraquara – Unesp.

2º Examinador Prof. Dr. João Neudenir Arioli Filho – Professor Associado do Departamento de Materiais Odontológicos e Prótese da Faculdade de Odontologia de Araraquara – Unesp.

3º Examinador Prof. Dr. Edson Alves de Campos – Professor Associado do Departamento de Odontologia Restauradora da Faculdade de Odontologia de Araraquara – Unesp.

4º Examinador Prof. Dr. Pedro César Garcia de Oliveira – Professor Associado do Departamento de Prótese da Faculdade de Odontologia de Bauru – USP.

5º Examinador Prof. Dr. Rogério Margonar - Professor de Odontologia e do Programa de Ciências Odontológicas da Universidade de Odontologia de Araraquara - UNIARA.

Araraquara, 30 de abril de 2020.

DADOS CURRICULARES

Stephania Caroline Rodolfo Silva

NASCIMENTO: 11/10/1991 - Jundiaí – SP

FILIAÇÃO: Ronaldo dos Anjos Silva

Renata Cristina Rodolfo

2009- 2013: Curso de Graduação - Faculdade de Odontologia de Araraquara – Unesp;

2010-2010: Estágio de Iniciação Científica no Departamento de Morfologia;

2012-2013: Estágio de Iniciação Científica no Departamento de Materiais Odontológicos e Prótese (PIBIC/REITORIA);

2014-2016: Mestrado em Reabilitação Oral - Faculdade de Odontologia de Araraquara – Unesp (CAPES);

2015-2016: Curso de Atualização em Prótese Fixa: estética com ênfase em restaurações adesivas indiretas, na Associação Paulista dos Cirurgiões Dentistas – Regional Araraquara;

2016-2020: Doutorado em Reabilitação Oral - Faculdade de Odontologia de Araraquara - Unesp (CAPES);

2019: Bolsista do Programa de aperfeiçoamento e apoio à docência no ensino superior – PAADES, na disciplina de Prótese Fixa Convencional e sobre Implante II.

Aos meus pais, **Renata Cristina Rodolfo e Ronaldo dos Anjos Silva**, dedico este trabalho e todas as minhas conquistas, pela oportunidade, suporte, incentivo e, principalmente, confiança que sempre dedicaram à mim independente do momento. Sem a força, dedicação e amor de vocês, nada seria possível.

Aos meus padrinhos, **Rosana Rodrigues Todaro e Nelson Todaro**, por serem como pais, por estarem sempre ao meu lado, me incentivando, me apoiando e torcendo por mim, independente do momento e da situação.

Tudo o que eu conquistei e conquistarei, assim como meu amor incondicional, é por e para todos vocês.

AGRADECIMENTOS

Aos meus pais, **Renata Cristina Rodolfo e Ronaldo dos Anjos Silva**, por proporcionarem todo o suporte e apoiarem a formação da minha carreira. Pela confiança, incentivo e apoio dedicados à mim e, principalmente, por todo o amor compartilhado. Vocês são a minha base e meu porto seguro, amo vocês.

Aos meus padrinhos, **Rosana Rodrigues Todaro e Nelson Todaro**, por estarem sempre ao meu lado, mesmo que à distância, me apoiando, incentivando e compartilhando muito amor. Agradeço por ter vocês em minha vida e serem como pais para mim. Amo vocês.

Ao meu padrasto **Marcelo Carvalho dos Reis**, por sempre estar disposto à me ajudar, pelo incentivo, preocupação, carinho e torcida em todos os momentos da minha vida.

A toda minha família, avó, primos (as) e tios (as), por compartilharem de momentos especiais, por estarem presentes mesmo que à distância e por todo amor compartilhado. Em especial, ao meu primo **Renan Roldan**, por toda parceria, amizade, companheirismo e carinho em todos os momentos.

Ao meu namorado, **Raphael Platini**, por entrar em minha vida e compartilhar momentos especiais, pelo incentivo, apoio, companheirismo e amor dedicados à mim.

Ao meu orientador, **Prof. Dr. José Maurício dos Santos Nunes Reis**, pela oportunidade de todo aprendizado conquistado até aqui, da realização deste trabalho e formação da minha carreira, acreditando na minha capacidade para participar do seu grupo de orientados desde a iniciação científica. Agradeço pelos oito anos de convivência, oito anos de conhecimento compartilhado e pela disposição em transmitir tudo o que sabe à nós e proporcionar momentos para aprendermos além do oferecido na pós-graduação. Um exemplo de profissional, professor e pessoa para todos, por toda sua dedicação ao ensino. Agradeço, ainda, por todo o esforço dedicado à mim durante todos esses anos, ajudando sempre que precisei e por todos os momentos compartilhados, dentro e fora da faculdade. Não há palavras para agradecer a oportunidade de tê-lo como orientador. Serei eternamente grata.

Ao **Prof. Dr. Filipe de Oliveira Abi-Rached**, por todo conhecimento transmitido, confiança, apoio, disposição e pelas oportunidades oferecidas à mim. Um grande profissional o qual tive a oportunidade de conviver durante todos esses anos e um amigo que levo pra vida. Agradeço por todos os momentos compartilhados.

Ao **Prof. Dr. João Neudenir Arioli Filho**, pelo excelente profissional e, principalmente, pessoa o qual tive o prazer de conviver. Agradeço por ter feito parte da minha formação profissional, participando de todos os momentos e por todo conhecimento profissional e de vida compartilhado à mim. Agradeço imensamente.

Ao meu coorientado de iniciação científica, **Maurício Gandini Giani Martelli**, pela oportunidade e confiança depositada à mim em ajudá-lo a realizar seus projetos acadêmicos. Agradeço por toda a ajuda, paciência, disposição, atenção, todos os cafés e companheirismo durante a execução deste projeto e pelo convívio. Você, sem dúvida, foi importante para a realização e conclusão deste trabalho. Serei eternamente grata. Que você alcance todos os seus objetivos e no que precisar, estarei à disposição.

Aos meus amigos e companheiros de grupo, **Aion Mangino, Bruno Arruda, Carlos Rangel, Gabriela Polli, Gabriel Hatanaka e Suellen Pedrosa**, pela convivência diária, apoio, carinho, amizade e disposição oferecidos à mim durante todos esses anos. Agradeço pelos momentos compartilhados fora e dentro da faculdade, vocês fazem parte de toda essa conquista. Serei eternamente grata pela amizade de todos vocês.

Aos meus amigos de faculdade e, principalmente, da vida, **Amanda Lima, Bruna Vallerini, Camila Jabr, Camila Tasso, Carmélia Lobo, Diego Dantas, Elkin Florez, Guilherme Braido, Guilherme Rocha, Jacqueline Zocolotti, Jessica Katherine, Karine Neri, Lucas Candido, Lucas Portela, Marcela Dantas, Maria Isabel, Mônica Tinajero, Thaís Soares, Vivian Policastro** e todos os que não citei também, pela amizade e convívio de todos esses anos, pela ajuda direta ou indireta na realização deste projeto. Agradeço singela e imensamente pelas oportunidades e momentos compartilhados. Vocês foram e são importantes na minha vida.

Ao pós doutorando **Leandro Fernandes**, por toda o conhecimento, ajuda e tempo dedicado para a execução e conclusão deste projeto. Sua ajuda e disposição foram indispensáveis.

À **Faculdade de Odontologia de Araraquara da Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho”** representada pela diretor Prof. Dr. Edson Alves de Campos, e de sua vice-diretora, Prof^a. Dr^a. Patrícia Petromilli Nordi Sasso Garcia.

Ao **Programa de Pós-graduação em Reabilitação Oral**, Área de Prótese, na pessoa de sua coordenadora, Prof^a. Dr^a. Ana Claudia Pavarina e de sua vice-coordenadora, Prof^a. Dr^a. Daniela Aparecida de Godoi Gonçalves.

Aos funcionários e docentes do **Departamento de Materiais Odontológicos e Prótese**, na pessoa de seu chefe Prof. Dr. José Maurício dos Santos Nunes Reis e de sua vice-chefe, Prof^a. Dr^a. Janaína Habib Jorge.

À **Disciplina de Prótese Fixa Convencional e Sobre Implantes I e II** da Faculdade de Odontologia de Araraquara - UNESP.

Aos Professores Drs. **José Cláudio Martins Segalla, Ligia Pereira Antunes Pinelli, Ilana Ramalho e José Maurício dos Santos Nunes Reis** pelo aprendizado e convívio durante a realização do meu estágio de docência na Disciplina de Prótese Fixa Convencional e Sobre Implantes I e II.

À CAPES: o presente estudo foi realizado com o apoio da **Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior – Brasil (CAPES)** – Código de financiamento 001.

Ao **Programa de Apoio à Pós-graduação – Unesp (PROAP)** pela concessão de materiais para o desenvolvimento experimental deste trabalho.

Ao **Laboratório Integrado de Pesquisa de Biocompatibilidade de Materiais da Faculdade de Odontologia de Ribeirão Preto – USP**, pela disponibilização de sua infraestrutura e equipamento para a execução de uma etapa fundamental desse projeto, realizada pelo técnico Edson Volta, o qual agradeço imensamente pela ajuda e atenção durante a realização do trabalho, e a Prof^a. Dr^a. Andrea Candido dos Reis, pela autorização da utilização do equipamento e, principalmente, pela atenção e gentileza.

Ao **Laboratório de Microscopia Avançada do Instituto de Química, Câmpus de Araraquara - Unesp**, pela disponibilização e execução das análises em microscópio eletrônico de varredura e espectroscopia de energia dispersiva, necessárias para obtenção dos resultados desse trabalho, realizadas pelo técnico Dr. Diego Luiz Tita, o qual agradeço pela atenção.

Ao Laboratório de Caracterização Estrutural (LCE) do Departamento de Engenharia de Materiais (DEMa) da Universidade Federal de São Carlos (UFSCar), pela disponibilização e execução das análises em microscópio confocal de varredura a laser e difratômetro de raios-x, necessárias para obtenção dos resultados desse trabalho.

À todos que ajudaram, direta ou indiretamente, na realização deste trabalho.

Silva SCR. Efeito de tratamentos de superfície e da termociclagem sobre a resistência de união entre uma zircônia *Y-TZP* e cimentos resinosos [tese de doutorado]. Araraquara: Faculdade de Odontologia da UNESP; 2020.

RESUMO

Este estudo objetivou analisar a resistência de união entre uma zircônia tetragonal policristalina estabilizada por ítria (*Y-TZP*) e dois cimentos resinosos, um convencional e outro autoadesivo, após tratamentos de superfície e termociclagem, assim como analisar a caracterização de superfície dos espécimes após os tratamentos de superfície propostos. Discos (N=356) de *Y-TZP* (VIPI) foram cortados, polidos e sinterizados com dimensões finais de 5,0 mm de diâmetro e 2,0 mm de altura. A superfície da *Y-TZP* foi tratada com: 1- Controle - sem tratamento de superfície (AS); 2- Jateamento com óxido de alumínio 50 µm (J); 3- Aplicação do adesivo Single Bond Universal - 3M ESPE (SBU); e 4- Jateamento com óxido de alumínio 50 µm + Single Bond Universal (JSBU). Discos de resina composta (Filtek Z350 XT A3E- 3M ESPE) com 5,0 mm de diâmetro e 2,0 mm de altura (N=320) foram cimentados sobre a superfície da *Y-TZP* com cimento resinoso convencional (RelyX Ultimate- 3M ESPE) ou autoadesivo (RelyX U200- 3M ESPE). Metade dos espécimes (N=160) foi submetida aos ensaios mecânicos de resistência de união ao cisalhamento por aplicação de força de tração (EMIC DL2000; célula de carga de 2,0 kN; 1,0 mm/min) após 24h de armazenagem em água destilada a 37 °C. A outra metade (N=160) foi submetida aos ensaios mecânicos após termociclagem (10,000 ciclos térmicos entre 5-55 °C, com imersões de 30s). A interface de união de cada espécime foi analisada em estereomicroscópio (30x) e as falhas classificadas em adesivas, coesivas da resina e/ou do cimento, ou mistas. Discos de *Y-TZP* (N=36), obtidos nas mesmas condições em relação aos tratamentos propostos, foram submetidos à análise de caracterização de superfície por meio de microscopia eletrônica de varredura (MEV) e espectroscopia de energia dispersiva-EDS (n=2), microscopia confocal para avaliar topografia e rugosidade de superfície (n=5), e difração de Raios-X (DRX; n=2). Os dados de resistência de união (MPa) e rugosidade de superfície (Sa) foram submetidos aos testes de normalidade e homocedasticidade, para em seguida serem analisados por métodos estatísticos não paramétricos (Kruskal-Wallis + teste de Dunn) e paramétricos (1-way ANOVA + teste C de Dunnett), respectivamente, com nível de significância de 5,0%. A termociclagem e os diferentes cimentos utilizados não apresentaram efeito significativo sobre os valores de resistência de união ($p>0,05$). Apenas o grupo JSBU produziu aumento na resistência de união ($p<0,05$). Não foi encontrada diferença significativa entre os demais grupos experimentais (AS, J e SBU; $p>0,05$). Os tratamentos dos grupos AS e J não produziram diferença na rugosidade de superfície da *Y-TZP* ($p=0,980$). Contrariamente, os tratamentos dos grupos SBU e JSBU produziram maiores valores de rugosidade ($p<0,001$). O tipo de falha foi predominantemente adesiva para todas as condições experimentais. A combinação

de métodos de tratamentos de superfície, mecânico e químico, promoveu maior rugosidade de superfície na zircônia e favoreceu a resistência de união entre a *Y-TZP* e os cimentos resinosos convencional e autoadesivo avaliados. O tipo de cimento e o envelhecimento não foram capazes de interferir nos resultados de resistência de união.

Palavras-chave: Cimentos de resina. Cimentos dentários. Cerâmica. Resistência ao cisalhamento.

Silva SCR. Effect of surface treatments and thermocycling on the shear bond strength between a Y-TZP ceramic and resin cements [tese de doutorado]. Araraquara: Faculdade de Odontologia da UNESP; 2020.

ABSTRACT

This study aimed to analyze the bond strength between a yttria-stabilized polycrystalline tetragonal zirconia (*Y-TZP*) and two resin cements, one conventional and the other self-adhesive, after different surface treatments and thermocycling, as well as analyzing the surface characterization of the specimens after the proposed surface treatments. Discs (N=356) of *Y-TZP* (VIPI) were cut, polished and sintered with final dimensions of 5.0 mm in diameter and 2.0 mm in height. The surface of the *Y-TZP* was treated with: 1- Control - no surface treatment (*AS*); 2- Sandblasting with 50 μ m aluminum oxide (*J*); 3- Application of the *Single Bond Universal* adhesive - 3M ESPE (*SBU*); and 4- Sandblasting with 50 μ m aluminum oxide + *Single Bond Universal* (*JSBU*). Composite resin discs (Filtek Z350 XT A3E-3M ESPE) with 5.0 mm diameter and 2.0 mm high (N=320) were cemented on the *Y-TZP* surface with conventional resin cement (RelyX Ultimate-3M ESPE) or self-adhesive (RelyX U200-3M ESPE). Half specimens (N=160) were submitted to mechanical tests of shear bond strength by applying tensile strength (EMIC DL2000, 2.0 kN, 1.0 mm/min) after 24h of storage in distilled water at 37 °C. The other half (N=160) was subjected to mechanical tests after thermocycling (10.000 thermal cycles between 5-55 °C, with immersions of 30 s). The bonding interface of each specimen was analyzed in stereomicroscope (30x) and the failures were classified as adhesive, resin and/or cement cohesive, or mixed. *Y-TZP* discs (N=36) obtained under the same conditions in relation to the proposed treatments were subjected to surface characterization analysis by scanning electron microscopy (SEM) and dispersive energy spectroscopy - EDS (n=2), confocal microscopy to assess topography and surface roughness (n=5), and X-ray diffraction (XRD; n=2). The shear bond strength (MPa) and surface roughness (*Sa*) data were submitted to normality and homoscedasticity tests, after which they were analyzed by non-parametric (Kruskal-Wallis + Dunn test) and parametric (1-way) methods (ANOVA + Dunnett's C test), respectively, with a significance level of 5.0%. Thermocycling and the different resin cements used did not have a significant effect on the bond strength values ($p>0.05$). Only the *JSBU* group produced an increase in bond strength ($p<0.05$). No significant difference was found between the other experimental groups (*AS*, *J* and *SBU*; $p>0.05$). The treatments of groups *AS* and *J* did not produce difference in surface roughness of *Y-TZP* ($p=0.980$). In contrast, the treatments of the *SBU* and *JSBU* groups produced higher values of roughness ($p<0.001$). The type of failure was predominantly adhesive for all experimental conditions. The combination of surface treatment methods, mechanical and chemical, promoted greater surface roughness in zirconia and favored the bond strength between *Y-TZP* and the conventional and self-

adhesive resin cements evaluated. The type of cement and aging were not able to interfere in the results of shear bond strength.

Keywords: Resin cements. Dental cements. Ceramic. Shear strength.

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	14
2 PROPOSIÇÃO	19
3 REVISÃO DA LITERATURA	20
4 MATERIAL E MÉTODO	36
4.1 Obtenção dos Discos de Zircônia	36
4.2 Obtenção dos Discos de Resina Composta	37
4.3 Cimentação dos Discos	38
4.4 Ensaaios Mecânicos	43
4.5 Caracterização de Superfície	46
4.5.1 Microscopia eletrônica de varredura (MEV) e espectroscopia de energia dispersiva de raios-X (EDS)	46
4.5.2 Microscopia confocal	46
4.5.3 Difração de raios-X (DRX)	47
4.6 Análise Estatística	47
5 RESULTADOS	49
5.1 Resistência de União	49
5.1.1 Classificação das falhas	50
5.2 Caracterização de superfície	53
6 DISCUSSÃO	64
7 CONCLUSÕES	70
REFERÊNCIAS	71

1 INTRODUÇÃO

Os procedimentos e materiais odontológicos capazes de restaurar a função e estética do paciente são cada vez mais demandados. Tratamentos reabilitadores com materiais cerâmicos à base de zircônia tetragonal policristalina parcialmente estabilizada por óxido de ítrio (*Y-TZP*) têm apresentado destaque devido a esse material possuir propriedades mecânicas superiores a outros materiais totalmente cerâmicos, como as cerâmicas vítreas^{1,2}, e ótima biocompatibilidade³⁻⁷, sendo favoráveis para aplicação dentária⁸, em coroas unitárias e próteses fixas múltiplas, anteriores ou posteriores^{1,3,5}. No entanto, por ser uma cerâmica ácido resistente, não contendo matriz vítrea, o condicionamento com ácido fluorídrico não é suficiente para aumentar a rugosidade superficial e promover resistência de união satisfatória aos agentes de cimentação. Além disso, se apresenta como um material relativamente inerte, com baixa energia de superfície e molhamento, o que dificulta sua ligação com materiais utilizados para cimentação das restaurações protéticas^{9,10}. Esse aspecto assume fundamental relevância levando em consideração que sua longevidade em função na cavidade bucal também depende do estabelecimento de uma adequada adesão zircônia/compósitos de cimentação².

Para o sucesso de restaurações cerâmicas submetidas às funções orais, há necessidade de um cimento capaz de conferir adesão entre o substrato restaurador e as estruturas dentárias de suporte, promovendo retenção e longevidade ao tratamento¹¹⁻¹³. Entretanto, estabelecer adesão entre a *Y-TZP* e os cimentos resinosos de forma satisfatória é um desafio científico e clínico constante¹⁴, uma vez que a adesão química tradicional, por meio de silanização, não é eficaz na superfície da *Y-TZP* e métodos de tratamento de superfície são necessários⁸; isso porque sua condição pouco reativa empobrece a adesão a outros substratos, sejam eles sintéticos ou naturais¹⁵⁻¹⁷, e a rugosidade superficial, apenas, não fornece resistência adesiva suficiente². O conjunto *Y-TZP*/cimento resinoso/estrutura dentária constitui duas interfaces de ligação e métodos têm sido desenvolvidos para fortalecer a união entre elas².

A união na interface cerâmica vítrea/resina baseia-se na ligação micro-mecânica e química obtidas por meio de condicionamento primário². O condicionamento de superfície com ácido fluorídrico, seguido da silanização, tem sido utilizado com sucesso e previsibilidade em cerâmicas vítreas, com desempenho

confiável e consolidado científica e clinicamente. No entanto, esses procedimentos não são aplicáveis de maneira favorável às *Y-TZP*, devido à sua ausência de fase vítrea¹⁸ ou, mais especificamente, dióxido de silício, o que a caracteriza como uma cerâmica cristalina ácido resistente^{15,19-22}. Estudos^{23,24} sobre resistência de união zircônia/cimento resinoso/dentina têm demonstrado que falhas de adesão ocorrem primariamente e, frequentemente, na interface zircônia/resina.

Trabalhos têm sido frequentemente realizados na tentativa de modificar as propriedades da *Y-TZP*, tanto mecânica quanto quimicamente, por meio de vários tratamentos de superfícies. Entre os tratamentos, o jateamento com partículas de óxido de alumínio²⁴⁻²⁶ e a silicatização²⁷⁻³⁰, intencionando criar retenções micromecânicas na superfície de união²⁴⁻²⁶ e a obtenção de adesão mecânico-química, respectivamente, merecem destaque. Outros estudos^{31,32} têm sido conduzidos com a utilização da técnica de condicionamento por infiltração seletiva (*SIE*)³³, uso de *primers* e adesivos contendo monômeros funcionalizados como o 10-metacrilóiloxidecil di-hidrôgenio fosfato (*10-MDP*), com intuito de melhorar a adesão das cerâmicas à base de zircônia^{27,28,34-36}. O jateamento com partículas de óxido de alumínio é o método mais utilizado como tratamento de superfície, que promove uma rugosidade superficial e intertravamento mecânico entre a zircônia e agentes de união. Além de limpar a superfície, removendo impurezas como contaminantes orgânicos, modifica a energia superficial da zircônia, favorecendo seu molhamento de superfície pelo agente de união, o que influencia diretamente a resistência de união da zircônia aos cimentos resinosos³⁷⁻³⁹. A retenção micromecânica tem importância para a adesão do cimento resinoso, sendo a penetração do mesmo e a polimerização, responsáveis pela ligação entre eles^{9,26}. Contudo, apesar de produzir melhoria na adesão da restauração, esse tipo de tratamento pode comprometer a resistência mecânica, criando defeitos de superfície⁴⁰, como microtrincas, que enfraquecem o material, em especial quando elevadas pressões e tamanho de partículas são utilizadas^{40,41}.

Ações mecânicas e térmicas, como o jateamento, podem levar a zircônia a sofrer uma transformação progressiva de fase⁴². A zircônia é um material polimórfico que pode se apresentar em até 3 formas – monoclinica (m), tetragonal (t) e cúbica (c), de acordo com a temperatura e pressão a qual é submetida⁴³. Para utilização clínica, a zircônia utilizada se apresenta com maior quantidade de fase tetragonal, e

para manter a fase tetragonal estável, há uma adição de trióxido de ítrio para estabilizá-la em temperaturas mais baixas^{9,43}, mas ainda é uma fase metaestável em ambiente úmido, como a cavidade bucal, o que torna sua longevidade questionável⁴³. Fatores como a temperatura na cavidade bucal, esforços mastigatórios ou jateamento com partículas de óxido de alumínio, revestidas ou não por sílica, podem induzir a transformação de fase tetragonal para monoclínica nas Y-TZPs. Essa transformação é acompanhada por aumento volumétrico nos grãos de 3,0 a 4,0%, induzindo tensões compressivas ao redor das microtrincas, que geralmente impedem sua propagação e contribuem para aumento na tenacidade do material, melhorando suas propriedades mecânicas^{9,37,39,42,43}.

Cimentos resinosos modificados, denominados de adesivos, oriundos da adição de monômeros funcionalizados como o *10-MDP*, 4-metacriloetil anidrido trimelítico (*4-META*) e metacrilatos derivados do ácido fosfórico (*MEPS*), também têm sido avaliados em relação à adesão com os óxidos metálicos presentes nas cerâmicas à base de zircônia⁴⁴⁻⁴⁸. Apesar de resultados como os de De Oyague et al.⁴⁹ mostrarem que cimentos resinosos adesivos podem dispensar a utilização de métodos mecânicos adicionais, como o jateamento convencional ou com partículas revestidas por sílica, têm sido verificado que a adesão somente por meios químicos pode ser aquém do necessário^{25,27,50}. Assim, a combinação de métodos mecânicos e químicos parece inevitável para a melhoria na resistência de união entre os cimentos resinosos e a zircônia²⁷.

Devido à diferença nos tratamentos para a obtenção de adesão entre os cimentos resinosos e os substratos dentários e entre os cimentos resinosos e a zircônia, sistemas simplificados, baseados, principalmente na adesão química, têm sido desenvolvidos com intuito de dinamizar e tornar menos confusos os procedimentos de cimentação². Esses sistemas são baseados em sistemas adesivos de frasco único, também denominados de adesivos universais, ou em cimentos resinosos autoadesivos, que dispensam a utilização de *primers* adicionais por apresentarem monômeros funcionalizados com afinidade a óxidos metálicos em sua composição⁴⁴. Apesar de autores²⁵ observarem que esse tipo de adesivo pode melhorar a resistência de união resina-zircônia, pouco se conhece a respeito do seu comportamento em associação aos métodos convencionais de jateamento, bem como sua longevidade perante à degradação hidrolítica em comparação aos *primers*

específicos para zircônia e aos cimentos resinosos autoadesivos. Segundo Xie et al.², a adesão entre os cimentos resinosos e a *Y-TZP* parece ser mais susceptível à degradação hidrolítica quando *primers* para zircônia ou sistemas adesivos de frasco único são utilizados em comparação à métodos mecânico-químicos de silicatização e silanização.

A continuidade de pesquisas na tentativa de melhorar a adesão das *Y-TZP* aos recém-lançados agentes de união/cimentação é de extrema importância para a obtenção de desempenhos de alta performance, tendo em vista o relevante papel da etapa de cimentação no sucesso clínico longitudinal das restaurações indiretas^{26,34,51}. Vale ressaltar, ainda, que a longevidade da união entre esses materiais em meios propícios à degradação hidrolítica, como ocorre na cavidade bucal, é de suma importância na evolução e compreensão da eficácia dos agentes de união/cimentação utilizados^{52,53}. A armazenagem em água e a termociclagem são métodos de envelhecimento comumente utilizados para simular condições orais e que podem afetar a ligação de união do material resinoso à cerâmica⁵⁴. Apesar de estudos utilizarem métodos térmicos de ciclagem para o envelhecimento de amostras, o número de ciclos é frequentemente pequeno, sendo o tempo de contato da interface adesiva com o meio úmido baixo para que se possa verificar o efeito da degradação hidrolítica nesses materiais adesivos. A durabilidade da interface de união entre os materiais pode ser prejudicada por fatores biológicos e biomecânicos como degradação hidrolítica do adesivo, degradação enzimática, estresse térmico e fadiga dos materiais adesivos⁵⁵. Para simular as condições orais como força mastigatória e umidade, testes laboratoriais *in vitro* são realizados^{8,55}, como ensaios mecânicos estáticos e dinâmicos; entre eles o ensaio mecânico de resistência de união ao cisalhamento, que é um teste comumente utilizado para avaliar a força de união da zircônia à resina⁵⁶.

Considerando os aspectos abordados anteriormente, o presente estudo tem como hipótese nula que diferentes tratamentos de superfície e a termociclagem não influenciam a resistência de união ao cisalhamento entre uma zircônia tetragonal policristalina parcialmente estabilizada por ítria (*Y-TZP*) e cimentos resinosos convencional ou autoadesivo. Com base nos resultados a serem obtidos, se espera contribuir para o aprimoramento no nível de conhecimento das áreas afins e a aplicação clínica em relação ao papel que os tratamentos de superfície e agentes de

cimentação contemporâneos exercem quanto à resistência de união de uma cerâmica *Y-TZP*.

7 CONCLUSÕES

Com base na metodologia empregada e nas limitações do estudo pode-se concluir que:

- ✓ A resistência de união ao cisalhamento entre a *Y-TZP* e cimentos resinosos é aumentada quando há a combinação de métodos, mecânico e químico, de tratamentos de superfície;
- ✓ O tipo de cimento resinoso utilizado, convencional ou autoadesivo, e o envelhecimento por meio da termociclagem não influenciaram a resistência de união;
- ✓ A combinação de métodos de tratamentos de superfície promove aumento na rugosidade de superfície da zircônia;
- ✓ As análises de caracterização de superfície mostraram que houve transformação de fase cristalina independente do tratamento de superfície, mudança na rugosidade de superfície e alteração na composição elementar da superfície da zircônia.

REFERÊNCIAS*

- 1- Guazzato M, Albakry M, Ringer SP, Swain MV. Strength, fracture toughness and microstructure of a selection of all-ceramic materials. Part II. Zirconia-based dental ceramics. *Dent Mater.* 2004; 20(5): 449-56.
- 2- Xie H, Li Q, Zhang F, Lu Y, Tay FR, Qian M, Chen C. Comparison of resin bonding improvements to zirconia between one-bottle universal adhesives and tribochemical silica coating, which is better? *Dent Mater.* 2016 Jan 2. pii: S0109-5641(15)00517-5. doi: 10.1016/j.dental.2015.12.014. Epub ahead of print.
- 3- Conrad HJ, Seong WJ, Pesun IJ. Current ceramic materials and systems with clinical recommendations: a systematic review. *J Prosthet Dent.* 2007; 98(5): 389-404.
- 4- Denry I, Kelly JR. State of the art of zirconia for dental applications. *Dent Mater.* 2008; 24(3): 299-307.
- 5- Kelly JR, Denry I. Stabilized zirconia as a structural ceramic: an overview. *Dent Mater.* 2008; 24(3): 289-98.
- 6- Manicone PF, Rossi Iommetti P, Raffaelli L. An overview of zirconia ceramics: basic properties and clinical applications. *J Dent.* 2007; 35(11): 819-26.
- 7- Piconi C, Maccauro G. Zirconia as a ceramic biomaterial. *Biomaterials.* 1999; 20(1): 1-25.
- 8- Vicente M, Gomes AL, Montero J, Rosel E, Seoane V, Albaladejo A. Influence of cyclic loading on the adhesive effectiveness of resin-zirconia interface after femtosecond laser irradiation and conventional surface treatments. *Lasers Surg Med.* 2016; 48(1): 36-44.
- 9- Moon JE, Kim SH, Lee JB, Ha SR, Choi YS. The effect of preparation order on the crystal structure of yttria-stabilized tetragonal zirconia polycrystal and the shear bond strength of dental resin cements. *Dent Mater.* 2011; 27(7): 651-63.
- 10- Martins SB, Trindade FZ, Góes MS, Adabo GL, Dovigo LN, Fonseca RG. Does airborne-particle abrasion before, rather than after, zirconia sintering lead to higher mechanical strength even under aging challenge? *J Prosthet Dent.* 2020; 123(1): 155-62.
- 11- Cavalcanti AN, Foxton RM, Watson TF, Oliveira MT, Giannini M, Marchi GM. Bond strength of resin cements to a zirconia ceramic with different surface treatments. *Oper Dent.* 2009; 34(3): 280-7.
- 12- Ikemura K, Endo T, Kadoma Y. A review of the developments of multi-purpose primers and adhesives comprising novel dithiooctanoate monomers and phosphonic acid monomers. *Dent Mater J.* 2012; 31(1):1-25.
- 13- Kim JH, Chae S, Lee Y, Han GJ, Cho BH. Comparison of shear test methods for evaluating the bond strength of resin cement to zirconia ceramic. *Acta Odontol Scand.* 2014; 72(8): 745-52.

* De acordo com o Guia de Trabalhos Acadêmicos da FOAr, adaptado das Normas Vancouver. Disponível no site da Biblioteca: <http://www.foar.unesp.br/Home/Biblioteca/guia-de-normalizacao-atualizado.pdf>

- 14- Attia A, Kern M. Long-term resin bonding to zirconia ceramic with a new universal primer. *J Prosthet Dent.* 2011; 106(5): 319-27.
- 15- Dérand P, Dérand T. Bond strength of luting cements to zirconium oxide ceramics. *Int J Prosthodont.* 2000; 13(2): 131-5.
- 16- Valandro LF, Ozcan M, Amaral R, Leite FP, Bottino MA. Microtensile bond strength of a resin cement to silica-coated and silanized In-Ceram Zirconia before and after aging. *Int J Prosthodont.* 2007; 20(1): 70-2.
- 17- Wegner SM, Kern M. Long-term resin bond strength to zirconia ceramic. *J Adhes Dent.* 2000; 2(2): 139-47.
- 18- Della Bona A, Borba M, Benetti P, Cecchetti D. Effect of surface treatments on the bond strength of a zirconia-reinforced ceramic to composite resin. *Braz Oral Res.* 2007; 21(1): 10-5.
- 19- Atsu SS, Kilicarslan MA, Kucukesmen HC, Aka PS. Effect of zirconium-oxide ceramic surface treatments on the bond strength to adhesive resin. *J Prosthet Dent.* 2006; 95(6): 430-6.
- 20- Dias De Souza GM, Thompson VP, Braga RR. Effect of metal primers on Microtensile bond strength between zirconia and resin cements. *J Prosthet Dent.* 2011; 105(5): 296-303.
- 21- Lüthy H, Loeffel O, Hammerle CH. Effect of thermocycling on bond strength of luting cements to zirconia ceramic. *Dent Mater.* 2006; 22(2): 195-200.
- 22- Ural Ç, Külünk T, Külünk Ş, Kurt M. The effect of laser treatment on bonding between zirconia ceramic surface and resin cement. *Acta Odontol Scand.* 2010; 68(6): 354-9.
- 23- Peutzfeldt A, Sahafi A, Flury S. Bonding of restorative materials to dentin with various luting agents. *Oper Dent.* 2011; 36(3): 266-73.
- 24- Qeblawi DM, Muñoz CA, Brewer JD, Monaco EA Jr. The effect of zirconia surface treatment on flexural strength and shear bond strength to a resin cement. *J Prosthet Dent.* 2010; 103(4): 210-20.
- 25- Amaral M, Belli R, Cesar PF, Valandro LF, Petschelt A, Lohbauer U. The potential of novel primers and universal adhesives to bond to zirconia. *J Dent.* 2014; 42(1): 90-8.
- 26- Borges GA, Spohr AM, de Goes MF, Sobrinho LC, Chan DC. Effect of etching and airborne particle abrasion on the microstructure of different dental ceramics. *J Prosthet Dent.* 2003; 89(5): 479-88.
- 27- Bömicke W, Schürz A, Krisam J, Rammelsberg P, Rues S. Durability of Resin-Zirconia Bonds Produced Using Methods Available in Dental Practice. *J Adhes Dent.* 2016; 18(1): 17-27.
- 28- Magne P, Paranhos MPG, Burnet Jr LH. New zirconia improves bond strength of resin-based cements. *Dent Mater.* 2010; 26(4): 345-52.
- 29- Sciasci P, Abi-Rached FO, Adabo GL, Baldissara P, Fonseca RG. Effect of surface treatments on the shear bond strength of luting cements to Y-TZP ceramic. *J Prosthet Dent.* 2015; 113(3): 212-9.

- 30- Spohr AM, Borges GA, Júnior LH, Mota EG, Oshima HM. Surface modification of In-Ceram Zirconia ceramic by Nd:YAG laser, Rocatec system, or aluminium oxide sandblasting and its bond strength to a resin cement. *Photomed Laser Surg.* 2008; 26(3): 203-8.
- 31- Casucci A, Osorio E, Osoria R, Monticelli F, Toledano M, Mazzitelli C, Ferrari M. Influence of different surface treatments on surface zirconia frameworks. *J Dent.* 2009; 37(11): 891-7.
- 32- Casucci A, Goracci C, Chieffi N, Monticelli F, Giovannetti A, Juloski J, Ferrari M. Microtensile bond strength evaluation of self-adhesive resin cement to zirconia ceramic after different pre-treatments. *Am J Dent.* 2012; 25(5): 269-75.
- 33- Aboushelib MN, Kleverlaan CJ, Feilzer AJ. Selective infiltration-etching technique for a strong and durable bond of resin cements to zirconia-based materials. *J Prosthet Dent.* 2007; 98(5): 379-88.
- 34- Al-Harbi FA, Ayad NM, Khan ZA, Mahrous AA, Morgano SM. In vitro shear bond strength of Y-TZP ceramics to different core materials with the use of three primer/resin cement systems. *J Prosthet Dent.* 2016; 115(1): 84-9.
- 35- Friederich R, Kern M. Resin bonding strength to densely sintered alumina ceramic. *Int J Prosthodont.* 2002; 15(4): 333-8.
- 36- Kitayama S, Nikaido T, Takahashi R, Zhu L, Ikeda M, Foxton RM, et al. Effect of primer treatment on bonding of resin cements to zirconia ceramic. *Dent Mater* 2010; 26(5): 4426-32.
- 37- Aurélio IL, Marchionatti AM, Montagner AF, May LG, Soares FZ. Does air particle abrasion affect the flexural strength and phase transformation of Y-TZP? A systematic review and meta-analysis. *Dent Mater.* 2016; 32(6): 827-45.
- 38- Martins SB, Abi-Rached FO, Adabo GL, Baldissara P, Fonseca RG. Influence of Particle and Air-Abrasion Moment on Y-TZP Surface Characterization and Bond Strength. *J Prosthodont.* 2019; 28(1): 271-8.
- 39- Farhan FA, Sulaiman E, Kutty MG. Effect of new zircônia surface coatings on the surface properties and bonding strength of veneering zircônia substrate. *Surf and Coat Tech.* 2018; 333(1): 247-58.
- 40- Kern M, Barloi A, Yang B. Surface conditioning influences zirconia ceramic bonding. *J Dent Res.* 2009; 88(9): 817-22.
- 41- Re D, Augusti D, Augusti G, Giovannetti A. Early bond strength to low pressure sandblasted zirconia: Evaluation of a self-adhesive cement. *Eur J Esthet Dent.* 2012; 7(2): 164-75.
- 42- Polli GS, Hatanaka GR, Abi-Rached FO, Góes MS, Reis JMDSN. Fatigue behavior and surface characterization of a Y-TZP after laboratory grinding and regeneration firing. *J Mech Behav Biomed Mater.* 2018; 88: 305-12.
- 43- Barreto SC, Lima RBW, Aguiar FHB, Santos CTD, Paulillo LAMS, de Souza GMD. Mechanical properties of aged yttria-stabilized tetragonal zirconia polycrystal after abrasion with different aluminum oxide particles. *J Prosthet Dent.* 2020; doi:10.1016/j.prosdent.2019.10.027. Online ahead of print.
- 44- Ahn JS, Yi YA, Lee Y, Seo DG. Shear Bond Strength of MDP-Containing Self-Adhesive Resin Cement and Y-TZP Ceramics: Effect of Phosphate Monomer-

- Containing Primers. *Biomed Res Int.* 2015; 2015:389234. doi: 10.1155/2015/389234. Epub 2015 Oct 11.
- 45- Akay C, Çakırbay Tanış M, Şen M. Effects of Hot Chemical Etching and 10-Metacryloxydecyl Dihydrogen Phosphate (MDP) Monomer on the Bond Strength of Zirconia Ceramics to Resin-Based Cements. *J Prosthodont.* 2017; 26(5): 419-23.
 - 46- Burgess JO, Ghuman T, Cakir D. Self-Adhesive resin cement. *J Esthet Restor Dent.* 2010; 22(6): 412-9.
 - 47- Tanaka R, Fujishima A, Shibata Y, Manabe A, Miyakazi T. Cooperation of phosphate monomer and silica modification on zirconia. *J Dent Res.* 2008; 87(7): 666-70.
 - 48- 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.
 - 49- De Oyague RC, Monticelli F, Toledano M, Osorio E, Ferrari M, Osorio R. Influence of surface treatments and resin cement selection on bonding to densely-sintered zirconium-oxide ceramic. *Dent Mater.* 2009; 25(2): 172-9.
 - 50- Yang B, Barloi A, Kern M. Influence of air-abrasion on zirconia ceramic bonding using an adhesive composite resin. *Dent Mater.* 2010; 26(1): 44-50.
 - 51- Begazo CC, de Boer HD, Kleverlaan CJ, van Wass MA, Feilzer AJ. Shear bond strength of different types of luting cements to an aluminium oxide-reinforced glass ceramic core material. *Dent Mater.* 2004; 20(10): 901-7.
 - 52- Oyague RC, Monticelli F, Toledano M, Osorio E, Ferrari M, Osorio R. Effect of water aging on microtensile bond strength of dual-cured resin cements to pre-treated sinterezed zirconium-oxide ceramics. *Dent Mater.* 2009; 25(3): 392-9.
 - 53- Passos SP, May LG, Barca DC, Ozcan M, Botino MA, Valarandro LF. Adhesive quality of self-adhesive and conventional adhesive resin cement to Y-TZP ceramic before and after aging conditions. *Oper Dent.* 2010; 35(6): 689-96.
 - 54- Russo DS, Cinelli F, Sarti C, Giachetti L. Adhesion to Zirconia: A Systematic Review of Current Conditioning Methods and Bonding Materials. *Dent J (Basel).* 2019; 7(3):74.
 - 55- Takamizawa T et al. Influence of frequency on shear fatigue strength of resin composite to enamel bonds using self-etch adhesives. *J Mech Behav Biomed Mater.* 2016; 62:291-8.
 - 56- Chen B, Yang L, Lu Z, Meng H, Wu X, Chen C, Xie H. Shear bond strength of zirconia to resin: The effects of specimen preparation and loading procedure. *J Adv Prosthodont.* 2019; 11(6): 313-23.
 - 57- Blatz MB, Phark JH, Ozer F, Mante FK, Saleh N, Bergler M, et al. In vitro comparative bond strength of contemporary self-adhesive resin cements to zirconium oxide ceramic with and without air-particle abrasion. *Clin Oral Investig.* 2010; 14(2): 187-92.
 - 58- Noda Y, Nakajima M, Takahashi M, Mamanee T, Hosaka K, Takagaki T et al. The effect of five kinds of surface treatment agents on the bond strength to various ceramics with thermocycle aging. *Dent Mater J.* 2017; 36(6): 755-61.

- 59- Tostes BO, Guimarães RB, Noronha-Filho JD, Botelho GD, Guimarães JG, Silva EM. Characterization of Conventional and High-Translucency Y-TZP Dental Ceramics Submitted to Air Abrasion. *Braz Dent J.* 2017; 28(1): 97-104.
- 60- Kansal R, Rani S, Kumar M, Kumar S, Issar G. Comparative evaluation of shear bond strength of newer resin cement (RelyX ultimate and RelyX U200) to lithium disilicate and zirconia ceramics as influenced by thermocycling. *Contemp Clin Dent.* 2018; 9(4): 601-6.
- 61- Liu X, Jiang X, Xu T, Zhao Q, Zhu S. Investigating the shear bond strength of five resin-based luting agents to zirconia ceramics. *J Oral Sci.* 2020; 62(1): 84-8.
- 62- Kiomarsi N, Saburian P, Chiniforush N, Karazifard MJ, Hashemikamangar SS. Effect of thermocycling and surface treatment on repair bond strength of composite. *J Clin Exp Dent.* 2017; 9(8): 945-51.
- 63- Sari F, Secilmis A, Simsek I, Ozsevik S. Shear bond strength of indirect composite material to monolithic zirconia. *J Adv Prosthodont.* 2016; 8(4):267-74.
- 64- Shin YJ, Shin Y, Yi YA, Kim J, Lee IB, Cho BH, et al. Evaluation of the shear bond strength of resin cement to Y-TZP ceramic after different surface treatments. *Scanning.* 2014; 36(5): 479-86.
- 65- Vechiato-Filho AJ, et al. Surface analysis and shear bond strength of zirconia on resin cements after non-thermal plasma treatment and/or primer application for metallic alloys. *Mater Sci Eng C Mater Biol Appl.* 2017; 72: 284-92.
- 66- Lamas DG, Walsöe De Reca NE. X-ray diffraction study of compositionally homogeneous, nanocrystalline yttria-doped zirconia powders. *J Ma Sci.* 2000; 35: 5563-7.
- 67- Wang D, Guo Y, Liang K. Crystal structure of zirconia by Rietveld refinement. *Sci China Ser A-Math.* 1999; 42(1): 80-6.
- 68- Yashima M, Sasaki S, Kakihana M, Yamaguchi Y, Arashi H, Yoshimura M. Oxygen-induced structural change of the tetragonal phase around the tetragonal–cubic phase boundary in $\text{ZrO}_2\text{--YO}_{1.5}$ solid solutions. *Acta Cryst.* 1994; 50(6): 663-72.
- 69- Arata A, Campos TMB, Machado JPB, Lazar DRR, Ussui V, Lima NB et al. Quantitative phase analysis from X-ray diffraction in Y-TZP dental ceramics: A critical evaluation. *J Dent.* 2014; 42(11): 1487-94.
- 70- Kitano Y, Mori Y, Ishitani A, Masaki T. Rhombohedral Phase in Y_2O_3 -Partially-Stabilized ZrO_2 . *J Am Ceram Soc.* 1988; 71(1): 34-6.
- 71- Özcan M, Nijhuis H, & Valandro LF. Effect of various surface conditioning methods on the adhesion of dual cure resin Cement with MDP functional monomer to zirconia after thermal aging. *Dent Mater.* 2008; 27(1): 99-104.
- 72- Tsuo Y, Yoshida K, Atsuta M. Effect of alumina-blasting and adhesive primers on bonding between resin luting agent and zirconia ceramics. *Dent Mater J.* 2006; 25(4): 669-74.
- 73- Phark JH, Duarte Jr S, Blatz M, Sadan A. An in vitro evaluation of the long-term resin bond to a new densely sintered high-purity zirconium-oxide ceramic surface. *J Prosthet Dent.* 2009; 101(1): 29-38.

- 74- Ozcan M, Vallittu PK. Effect of surface conditioning methods on the bond strength of luting cement to ceramics. *Dent Mater.* 2003; 19(8): 725-731.
- 75- 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.
- 76- Nothdurft FP, Motter PJ, Pospiech PR. Effect of surface treatment on the initial bond strength of different luting cements to zirconium oxide ceramic. *Clin Oral Investig.* 2009; 13(2): 229-35.
- 77- Özdemir H, Yanikoglu N, Sagsoz N. Effect of MDP-Based Silane and Different Surface Conditioner Methods on Bonding of Resin Cementsto Zirconium Framework. *J Prosthodont.* 2017; 28(1): 79-84.
- 78- Chuanga SF, Kang LL, Liua YC, Lin JC, Wang CC, Cheng HM, et al. Effects of silane- and MDP-based primers application orders on zirconia–resin adhesion—A ToF-SIMS study. *Dent Mater.* 2017; 33(8): 923-33.
- 79- Kern M, Wegner SM. Bonding to zirconia ceramic: adhesion methods and their durability. *Dent Mater.* 1998; 14(1): 64-71.