

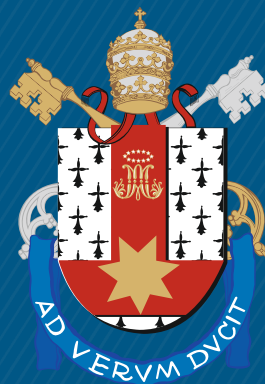
PONTIFÍCIA UNIVERSIDADE CATÓLICA DO RIO GRANDE DO SUL
FACULDADE DE ODONTOLOGIA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ODONTOLOGIA
CONCENTRAÇÃO EM MATERIAIS DENTÁRIOS

EFICIÊNCIA DOS ADESIVOS UNIVERSAIS E PRIMERS
NA ADESÃO À ZIRCÔNIA

Raquel de Oliveira Lopes

Porto Alegre
2017

PÓS-GRADUAÇÃO - STRICTO SENSU



Pontifícia Universidade Católica
do Rio Grande do Sul

PONTIFÍCIA UNIVERSIDADE CATÓLICA DO RIO GRANDE DO SUL
FACULDADE DE ODONTOLOGIA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ODONTOLOGIA
CONCENTRAÇÃO EM MATERIAIS DENTÁRIOS

**EFICIÊNCIA DOS ADESIVOS UNIVERSAIS E *PRIMERS*
NA ADESÃO À ZIRCÔNIA**

Raquel de Oliveira Lopes

Tese apresentada como requisito parcial à obtenção do título de doutor em Odontologia, curso de Pós-graduação em Odontologia, área de concentração em Materiais Dentários, pela Pontifícia Universidade Católica do Rio Grande do Sul.

Orientadora: Profa. Dra. Ana Maria Spohr

Porto Alegre

2017

PONTIFÍCIA UNIVERSIDADE CATÓLICA DO RIO GRANDE DO SUL
FACULDADE DE ODONTOLOGIA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ODONTOLOGIA
CONCENTRAÇÃO EM MATERIAIS DENTÁRIOS

**EFICIÊNCIA DOS ADESIVOS UNIVERSAIS E *PRIMERS*
NA ADESÃO À ZIRCÔNIA**

Raquel de Oliveira Lopes

Orientadora: Profa. Dra. Ana Maria Spohr

Porto Alegre

2017

AGRADECIMENTOS

À minha mãe por sempre me incentivar a conquistar meus sonhos e atingir meus objetivos;

Ao meu marido, por sempre me dar força e cuidar de nossas filhas quando precisava estar ausente;

Às minhas filhas, Manuela e Martina, que me transmitiram amor, para que eu seguisse minha jornada;

À minha orientadora, Ana Maria Spohr, pelo conhecimento transmitido, pela paciência e por todo auxílio prestado para realização desta pesquisa;

À minha colega, Cláudia Modena, pela colaboração no preparo das amostras;

À Talmax, pela confecção das amostras;

Aos funcionários da secretaria de pós-graduação pela agilidade e gentileza;

À CAPES, pela oportunidade de disponibilizar de uma bolsa de estudos.

“O sucesso nasce do querer, da determinação e persistência em se chegar a um objetivo. Mesmo não atingindo o alvo, quem busca e vence obstáculos, no mínimo fará coisas admiráveis. ” (José de Alencar)

ARTIGOS

A presente Tese é composta por dois artigos científicos. O artigo 1 foi submetido ao periódico *Odontology* e está formatado de acordo com as normas deste periódico. O artigo 2 está em processo de tradução para o inglês e será submetido posteriormente a um periódico de divulgação internacional.

SUMÁRIO

ARTIGO 1 - Resistência de união de diferentes <i>primers</i> e de um adesivo universal à zircônia	07
Abstract.....	07
Introduction.....	08
Materials and Methods.....	10
Results.....	11
Discussion.....	12
References.....	17
Table 1.....	22
Table 2	23
Table 3.....	24
Figure 1.....	25
Figure 2.....	26
Figure 3.....	27
ARTIGO 2 – Os adesivos universais são tão eficientes quanto um primer para a adesão zircônia?	28
Resumo.....	28
Abstract.....	29
Introdução.....	30
Materiais e Métodos.....	32
Resultados.....	36
Discussão.....	37
Conclusões.....	40
Referências.....	41
ANEXO.....	44

ARTIGO 1

Bond to zirconia ceramic: evaluation of different primers and a universal adhesive

Abstract

The aim of the study was to evaluate the effect of a universal adhesive and different primers on the bond strength to zirconia ceramic. Seventy-five zirconia ceramic samples were obtained and divided into five groups (n=15): G1 – Scotchbond Universal (SBU); G2 – silane + SBU; G3 - Signum Zirconia Bond; G4 - Z-Prime Plus; G5 - MZ Primer. A cone of composite resin was built. The specimens were stored in 100% relative humidity with distilled water at 37°C for 48 h, and then submitted to a tensile bond strength test in a universal testing machine at a crosshead speed of 0.5 mm/min. The type of failure that occurred during the debonding procedure was analyzed. The mean results of the bond strength test (MPa) followed by the same letter represent no statistical difference by ANOVA and Tukey's post-hoc test ($p < 0.05$): G2=27.55^a (± 6.99), G4=23.71^a (± 5.65), G1=22.64^a (± 5.67), G5=13.64^b (± 5.49), G3=7.54^c (± 4.75). G2 and G4 exhibited predominantly cohesive failure in the resin composite cone. G1 and G5 had predominantly mixed failures, and G3 exhibited only adhesive failures. The SBU and Z-Prime Plus provided higher bond strength to zirconia ceramic.

Key words: adhesive systems; bond strength; primers; zirconia ceramic

Introduction

For indirect restorations, different luting techniques can be employed, and the literature has shown that the use of adhesive techniques provides an increase in fracture resistance of teeth [1,2]. Traditionally, the adhesive technique is the combination of an adhesive system with resin cement.

The process of bonding silica-based ceramics to resinous materials has been well established. One of the most effective treatment is hydrofluoric acid etching associated with silane application [3,4]. Both have the ability to increase the wettability of the resinous material on the surface of the ceramic [5]. The micromechanical bond is achieved by the penetration of the adhesive on the surface irregularities caused by acid etching. The chemical bond is achieved by silane, which promotes the bond between Si-containing surfaces and organic polymeric materials [6-8].

Regarding the zirconia ceramic, neither etching with hydrofluoric acid nor silane application are effective [9], as this ceramic consists of Yttrium-stabilized tetragonal zirconia polycrystals (Y-TZP) and has no silica in its composition [10-12]. Thus, various surface treatments have been proposed for zirconia ceramic, such as aluminum oxide sandblasting [9], tribochemical silica coating [13], and a selective infiltration-etching technique [14]. Primers containing functional monomers have also been developed which promote bonding to metal oxides such as zirconia [15-18]. The association of methods has shown better bond strength results than their separate use. Thus, aluminum oxide sandblasting followed by the application of zirconia primers, as well as tribochemical silica coating followed by silanization, are the two most popular

methods for bonding to zirconia ceramic [17,19]. However, the most suitable clinical protocol is still under discussion for zirconia ceramic [18].

A new category of adhesive systems, known as universal adhesives, was launched with the aim of technical simplification. These adhesive systems may be used as self-etch adhesives, etch-and-rinse adhesives, or as self-etch adhesives on dentin and etch-and-rinse adhesives on enamel (selective enamel etching). In addition, these adhesives can be applied on the surface of different restorative materials [20]. The universal adhesives contain carboxylate and/or phosphate monomers, such as 10-MDP, and some of them contain silane [20]. A representative of this category is Scotchbond Universal (SBU), which contains various components, such as silane and 10-MDP monomers, which bond chemically to metal ions [21].

The possibility of using a universal adhesive on zirconia ceramic could eliminate the use of specific primers for zirconia. Furthermore, it is important that an adhesive has a similar or better capacity in comparison with primers for zirconia. Among the primers for zirconia ceramic, different products are available. Studies have been developed to compare the bond strength of universal adhesives and primers for zirconia [19,22-24]. However, more studies regarding the bond capacity of SBU to zirconia ceramic are needed to validate the technical simplification declared by the manufacturer, especially with a tension methodology that is different from the testing applied by the other studies.

Therefore, the present study has the aim to evaluate the effect of universal adhesive and different primers on the bond strength to zirconia ceramic. This study was conducted with the hypothesis that there is no difference in bond strength to zirconia ceramic when universal adhesive and different primers are used.

Materials and Methods

Seventy five 75 samples of zirconia ceramic (Talmax, Curitiba, PR, Brazil) were made (Table 1). The samples had thickness of 3 mm, with a smaller base 6 mm in diameter and a larger base 8 mm in diameter (Figure 1a). These samples were prepared in a dental laboratory.

The smaller diameter of the samples was fixed to a utility wax plaque. A metal matrix was positioned on the wax and the sample was kept centralized in the matrix (Figure 1b). Then, the matrix was filled with self-cured acrylic resin (Jet Classico, São Paulo, SP, Brazil) (Figure 1c). In the sequence, the surface of the samples was polished with 600- and 1200-grit silicon carbide abrasive papers in a polishing machine (DPU-10, Panambra, São Paulo, SP, Brazil) under water. The surface of the zirconia ceramic samples was sandblasted with 50 μm aluminum oxide for 5 s (Figure 2a), followed by rinsing with air and water spray for 30 s. The samples were cleaned ultrasonically in isopropyl alcohol for 4 min and dried with air. The luting materials used are shown in Table 1. The zirconia samples were divided into five groups, and they underwent the luting procedures described in Table 2.

A metallic split cylinder, 4 mm high with a 3-mm-diameter orifice at the bottom and 5-mm-diameter orifice at the top, was placed against the adhesive or primer applied on the surface of the samples. The composite resin Empress Direct was inserted in the interior of the orifice in two increments to form an inverted cone of composite resin (Figure 2b), which provided a grip for the clutch used in the tensile bond test (Figure 2c). Each increment was light-cured for 20 s with the curing unit Radii Cal (SDI,

Bayswater, Vic, Australia) with a light intensity of 1,000 mW/cm². The light intensity was controlled by a radiometer (LED Curing Radiometer, Demetron, USA).

The specimens were stored in 100% relative humidity with distilled water at 37°C for 48 h. The specimens in each group (n=15) were submitted to tensile bond strength tests in a universal testing machine (EMIC DL-2000, São José dos Pinhais, PR, Brazil) at a crosshead speed of 0.5 mm/min. The tensile bond strength values in MPa were calculated from the peak load at failure divided by the specimen surface area.

After the tensile bond strength tests, the fractured surfaces of the specimens were visually examined with a stereomicroscope (Olympus Corp., Tokyo, Japan) at x20 to classify the type of failure that occurred during the debonding procedure. The failures were classified as follows: a) adhesive: rupture in the interface between the ceramic and the adhesive or primer; b) cohesive: cohesive failure in the ceramic or in the composite resin cone; c) mixed (adhesive and cohesive failure).

Tensile bond strength values were submitted to the Shapiro-Wilk normality test. As there was normality in the values of bond strength, the data were analyzed by ANOVA and Tukey's test. $P < 0.05$ was considered significant.

Results

Group 2 (27.55 MPa) obtained the highest mean bond strength, which was not significantly different from group 4 (23.71 MPa) and group 1 (22.64 MPa). An intermediate value was obtained for group 5 (13.64 MPa), differing significantly from the other groups ($p < 0.05$). Group 3 (7.54 MPa) had the lowest mean, differing

significantly from the other groups ($p < 0.05$). Groups 2 and 4 exhibited predominantly cohesive failure in the resin composite cone. Groups 1 and 5 had predominantly mixed failures (adhesive and cohesive failure in the composite resin cone), and group 3 exhibited only adhesive failures (Table 3). Figure 3 shows images of adhesive failure, cohesive failure and mixed failure that occurred in the specimens.

Discussion

The hypothesis was rejected because the study showed differences in the bond strength to zirconia ceramic with the application of zirconia primers and the SBU. Only the Z-Prime Plus primer did not differ significantly from the SBU alone or associated with silane.

The SBU has Bis-GMA and HEMA in its composition, as well as 10-MDP monomer, polyalkenoic acid copolymer, dimethacrylate resin, filler, ethanol, water, initiators, and silane. The 10-MDP monomer has great affinity to metal oxides such as zirconium dioxide (ZrO_2) [19,22,25]. This monomer has effective bonding between the MDP acidic groups (phosphoric acid) and the oxide layer of the zirconia, improving the bond strength between zirconia ceramic and resinous substrate [26,27]. Therefore, the presence of the 10-MDP monomer favored the bond between SBU and zirconia ceramic. The results for the SBU corroborate those of another study [19].

The present study also evaluated the application of silane before the SBU. Silane coupling agents are usually monomeric species, such as MPS (3-methacryloxypropyltrimethoxysilane), in which silicon is linked to reactive organic radicals and hydrolysable ester groups. The reactive organic groups become chemically bonded to the resin molecules, such as Bis-GMA and HEMA monomers present in the

adhesives, resin cements. Hydrolysable monovalent groups bond chemically to silicon contained in the glassy matrix of the ceramics [28]. Zirconia ceramic contains zirconium oxide and not silicon, and the chemical bonding does not occur. So, the application of silane before the SBU did not significantly influence the bond strength values for the zirconia ceramic. However, although there was no significant difference between group 1 and group 2, the bond strength value was higher when the silane was applied prior the SBU, and a greater degree of cohesive failure in resin composite cone occurred. This may be related to the physical effect of silane, which improves the wettability of the ceramic surface, allowing greater contact between the adhesive and the ceramic [5,6]. This surface wettability promoted by the silane must have contributed to the bond strength values, regardless its incorporation into the adhesive or separate application.

The Z-Prime Plus is a primer based on 10-MDP and carboxylic acid. A study using secondary ion mass spectrometry indicated the formation of a chemical bond (Zr-O-P) between zirconia ceramic and 10-MDP-containing zirconia primer [25]. This affinity is explained by the capacity of the phosphate group to react with zirconium, forming zirconium phosphate, where each phosphate group is bound to three zirconium atoms (tridentate bridging mode) or to one zirconia atom (tridentate chelating mode), conferring a thermally and hydrolytically stable interface [29]. The other monomers contained in the primer, such as the carboxylic acid monomer, cooperate in the bond process [12]. The results obtained with Z-Prime Plus are consistent with the findings in the study of Seabra et al. (23), which found no significant difference in the bond strength to the zirconia ceramic treated with Z-Prime Plus and the universal adhesives All Bond Universal and SBU. Pereira et al. [22] also found no difference in bond

strength for the groups wherein the zirconia was sandblasted with aluminum oxide and treated with Z-Prime Plus and the SBU.

Although there was no significant difference between groups 1, 2 and 4, the failures were predominantly cohesive in the composite resin cone in groups 2 and 4, and there were more mixed failures in group 1 with a decrease in the bond strength values. Mixed failure is characterized by the sum of the adhesive failure (between the resinous material and the ceramic substrate) and the cohesive failure in the composite resin cone. Therefore, the bond capacity of the materials used in groups 2 and 4 exceeded the cohesive strength of the composite resin cone. Thus, the methodology employed in the present study had the limitation of being able to evaluate the bonding interface when the bond strength values were high, preventing the definition of which treatment is the most effective, i.e., the SBU adhesive system associated with the silane or the Z-Prime Plus primer.

MZ Primer had an intermediate bond strength value. Z-Prime Plus, Signum Zirconia Bond and SBU have the 10-MDP monomer as the main component, and MZ Primer has a dicarboxyl monomer (PMDM). Pilo et al. [29] evaluated the changes in the surface chemistry of zirconia ceramic induced by two primers for zirconia, one with PMDM (Danville Z Bond) and the other with 10-MDP (Z-Prime Plus). While the primer with 10-MDP formed an amorphous thick film of zirconium phosphate salt, the primer with PMDM formed a thinner film of zirconium carboxylate salt, which is more sensitive to hydrolysis. According to the authors, the differences in the film-forming properties and water solubility between the carboxylate and phosphate salts may affect the strength and the durability of adhesive resin interfaces with zirconia ceramic. It is

believed that this explains the lower values of bond strength obtained with MZ Primer when compared to Z-Prime Plus and SBU.

Signum Zirconia Bond had the lowest bond strength mean. Although this primer has 10-MDP in its composition, this material did not have the same bonding ability compared with the SBU and Z-Prime Plus. This finding does not corroborate the study of Maeda et al. [30], which found higher bond strength to zirconia using the Signum Zirconia Bond primer in association with the resin cements Panavia F, NX3, seT and Multilink compared with the Z-Prime Plus. According to the authors, in addition to the effect of 10-MDP, the MMA found in Signum Zirconia Bond sets primary links with methacrylates present in the resin cement, resulting in increased bond strength. In addition, this study showed that the combination of primers for zirconia and resin cements significantly affected the bond strength to zirconia ceramics [30]. In the present study, a composite resin was used instead of a resin cement to bond to the primer. Thus, the hypothesis that the composite resin does not favor a bond to the Signum Zirconia Bond as much as that obtained with a resin cement, such as Panavia F [30], cannot be ruled out.

High bond strength is important for clinical success in restorations luted adhesively. The good results of universal adhesives can represent a significant improvement in luting zirconia ceramic restorations. Thus, clinicians can use the same adhesive and the same protocol on the tooth and the surface of the restorations. However, the present study tested the samples after 48 h of storage, which corresponded to a short time period and it did not allow for the evaluation of the bond stability. Regarding silane, it is not yet clear whether its effects are durable over time [8]. The problem with silane is its hydrolytic instability over time, which is caused by hydrolysis

due to the rupture of the Si-O bond. In addition to this, the SBU contains water and hydrophilic monomer (HEMA), which may contribute to the process of hydrolysis and reduction of the bond strength over time [31]. Pereira et al. [22] observed a decreased the bond strength of SBU to zirconia ceramic after 60 days of storage in water compared with Signum Zirconia Bond and Z-Prime Plus primers. According to the authors, it is possible that the water absorption of SBU adhesive resulted in decreased adhesion as a consequence of hydrolytic degradation after aging. Thus, it is important to evaluate the bond strength after longer storage periods to check the stability of the hydrolytic degradation of the universal adhesives and primers applied on ceramic and composite resin substrates.

Despite the limitations of this *in vitro* study, it can be concluded that the isolated application of silane prior to the adhesive was irrelevant in zirconia ceramic; and the Scotchbond Universal and Z-Prime Plus provided higher bond strength values to zirconia ceramic.

Acknowledgments

The authors thank Professor Sérgio Kato for the statistical analysis.

Conflict of Interest

The authors declare that they have no conflict of interest.

References

- [1] Santos MJ, Bezerra RB. Fracture resistance of maxillary premolars restored with direct and indirect adhesive techniques. *J Can Dent Assoc* 2005; 71:585a-d.
- [2] Camacho GB, Gonçalves M, Nonaka T, Osório AB. Fracture strength of restored premolars. *Am J Dent* 2007; 20:121-4.
- [3] Shahverdi S, Canay S, Sahin E, Bilge A. Effects of different surface treatment methods on the bond strength of composite resin to porcelain. *J Oral Rehabil* 1998; 25:699-705.
- [4] Jardel V, Degrange M, Picard B, Derrien G. Correlation of topography to bond strength of etched ceramic. *Int J Prosthodont* 1999; 12:59-64.
- [5] Anusavice KJ, Shen C, Rawls HR. *Phillips Science of Dental Materials*. St. Louis, MO: Saunders; 2012. 592p.
- [6] Rosen MR. From treating solution to filler surface and beyond. *J Coatings Tech* 1978; 50:70-82.
- [7] Söderholm KM, Reetz EA. Factors affecting reliability of a resin-based cement joint. *Gen Den* 1996; 44:296-302.

- [8] Staxrud F, Dahl JE. Silanising agents promote resin-composite repair. *Int Dent J* 2015; 65:311-5.
- [9] Torres SMP, Borges GA, Spohr AM, Cury AADB, Yadav S, Platt JA. The effect of surface treatments on the micro-shear bond strength of a resin luting agent and four all-ceramic systems. *Oper Dent* 2009; 34:401-9.
- [10] Derand T, Molin M, Kvam K. Bond strength of composite luting cement to zirconia ceramic surfaces. *Dent Mater* 2005; 21:1158-62.
- [11] Della Bona A, Borba M, Benetti P, Cecchetti D. Effect of surface treatments on the bond strength of a zirconia-reinforced ceramic to composite resin. *Braz Oral Res* 2007; 21:10-5.
- [12] Magne P, Paranhos MP, Burnett LH Jr. New zirconia primer improves bond strength of resin-based cements. *Dent Mater* 2010; 26:345-52.
- [13] 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; 95:430-6.
- [14] 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; 98:379-88.

- [15] Matinlinna JP, Heikkinen T, Özcan M, Lassila LV, Vallittu PK. Evaluation of resin adhesion to zirconia ceramic using some organosilanes. *Dent Mater* 2006; 22:824-31.
- [16] 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; 34:280-7.
- [17] Amaral M, Belli R, Cesar PF, Valandro LF, Petschelt A, Lohbauer U. The potential of novel primers and universal adhesives to bond to zirconia. *J Dent* 2014; 42:90-8.
- [18] Tzanakakis EG, Tzoutzas IG, Koidis PT. Is there a potential for durable adhesion to zirconia restorations? A systematic review. *J Prosthet Dent* 2016; 115:9-19.
- [19] 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; 32:403-11.
- [20] Perdigão J, Swift EJ Jr. Universal Adhesives. *J Esthet Restor Dent* 2015; 27:331-4.
- [21] Yoshida Y, Nagakane K, Fukuda R. Comparative study on adhesive performance of functional monomers. *J Dent Res* 2004; 83:454-8.
- [22] Pereira L de L, Campos F, Dal Piva AM, Gondim LD, Souza RO, Özcan M. Can application of universal primers alone be a substitute for airborne-particle abrasion to improve adhesion of resin cement to zirconia? *J Adhes Dent* 2015; 17:169-74.

- [23] Seabra B, Arantes-Oliveira S, Portugal J. Influence of multimode universal adhesives and zirconia primer application techniques on zirconia repair. *J Prosthet Dent* 2014; 112:182-7.
- [24] Lopes GC, Spohr AM, De Souza. Different Strategies to Bond Bis-GMA-based Resin Cement to Zirconia. *J Adhes Dent*. 2016;18:239-46.
- [25] Chen L, Suh BI, Brown D, Chen X. Bonding of primed zirconia ceramics: evidence of chemical bonding and improved bond strengths. *Am J Dent* 2012; 25:103-8.
- [26] Koizumi H, Nakayama D, Komine F, Blatz MB, Matsumura H. Bonding of resin-based luting cements to zirconia with and without the use of ceramic priming agents. *J Adhes Dent* 2012; 14:385-92.
- [27] de Souza G, Hennig D, Aggarwal A, Tam LE. The use of MDP-based materials for bonding to zirconia. *J Prosthet Dent* 2014; 112:895-902.
- [28] Lung CYK, Matinlinna JP. Aspects of silane coupling agents and surface conditioning in dentistry: An overview. *Dent Mater* 2012; 28:467-77.
- [29] Pilo R, Kaitsas V, Zinelisc S, Eliades G. Interaction of zirconia primers with yttria-stabilized zirconia surfaces. *Dent Mater* 2016; 32:353-62.

- [30] Maeda FA, Bello-Silva MS, de Paula Eduardo C, Miranda Junior WG, Cesar PF. Association of different primers and resin cements for adhesive bonding to zirconia ceramics. *J Adhes Dent* 2014; 16:261-5.
- [31] Breschi L, Mazzoni A, Ruggeri A, Cadenaro M, Di Lenarda R, De Stefano Dorigo E. Dental adhesion review: aging and stability of the bonded interface. *Dent Mater* 2008; 24:90-101

Table 1 - Materials and their composition and manufacturer

Material	Composition	Manufacturer
Zirconia ceramic (Talmax)	ZrO ₂ (main component), Y ₂ O ₃ (12%), Al ₂ O ₃ (1 %), SiO ₂ (0,02 %), Fe ₂ O ₃ (0,02 %), Na ₂ O (0,02%), HfO ₂ (12%)	Talmax, Curitiba, PR, Brazil
Scotchbond Universal (adhesive system) (SBU)	Organophosphate monomer (10-MDP), dimethacrylate resins (Bis-GMA, etc.), HEMA, Vitrebond copolymer, filler, ethanol, water, initiators, silane	3M/ESPE, St. Paul, MN, USA
RelyX Ceramic Primer (silane)	3-methacryloxypropyltrimethoxysilane (MPS), ethyl alcohol, water	3M/ESPE, St. Paul, MN, USA
Signum Zirconia Bond	Zirconia Bond I (part I): Acetone, 10-MDP, acetic acid Zirconia Bond II (part II): MMA, Diphenyl (2,4,6-trimethylbenzoyl) phosphin oxide	Heraeus Kulzer, Hanau, Germany
Z-Prime Plus	Organophosphate monomer (10-MDP), carboxylic acid monomer, other monomers	Bisco, Schaumburg, IL, USA
MZ Primer	PMDM, HEMA-p, methacrylate acid, benzoyl peroxide, acetone	Angelus, Londrina, PR, Brazil

HEMA: 2-Hydroxyethyl methacrylate; Bis-GMA: Bisphenol-A glycidyl methacrylate; 10-MDP: 10-Methacryloyloxydecyl dihydrogen phosphate; PMDM: Pyromellitic dimethacrylate

Table 2- Luting procedures in the zirconia ceramic samples

Groups	Luting procedures
Group 1 – SBU	A thin layer of the adhesive was applied, gently air-dried for 5 s and light-cured for 10 s with the light unit LED Radian Cal.
Group 2 - Silane + SBU	A layer of the silane RelyX Ceramic Primer was applied and gently air-dried for 5 s. The adhesive SBU was applied as described for group 1.
Group 3 - Signum Zirconia Bond (SZ)	A layer of the Signum Zirconia Bond part I was applied and gently air-dried for 5 s. Then, a layer of Signum Zirconia Bond part II was applied and light-cured for 40 s with the light unit LED Radian Cal.
Group 4 - Z-Prime Plus (ZP)	A layer of Z-Prime Plus was applied, gently air-dried for 5 s, and light-cured for 40 s with the light unit LED Radian Cal.
Group 5 - MZ Primer (MZ)	A layer of MZ Primer was applied, gently air-dried for 5 s, and light-cured for 40 s with the light unit LED Radian Cal.

SBU – Scotchbond Universal

Table 3 – Mean tensile bond strength (MPa), standard deviation and failure types in the zirconia ceramic groups

Groups	Bond strength means (MPa) and standard deviations	Failure types
Group 2 – Silane + Scotchbond Universal	27.55 ^a (±6.99)	- 13 cohesive in composite resin cone - 2 mixed*
Group 4 – Z-Prime Plus	23.71 ^a (±5.65)	- 11 cohesive in composite resin cone - 4 mixed*
Group 1 – Scotchbond Universal	22.64 ^a (±5.67)	- 6 cohesive in composite resin cone - 9 mixed
Group 5 – MZ Primer	13.64 ^b (±5.49)	- 12 mixed* - 2 cohesive in composite resin cone - 1 adhesive
Group 3 – Signum Zirconia Bond	7.54 ^c (±4.75)	- 15 adhesive

Medians followed by different letters in the columns differ significantly according to Tukey's test at a significance level of 5%.

*Mixed failure: adhesive and cohesive in the composite resin cone.



Figure 1: a) zirconia sample; b) metal matrix positioned on the wax and the sample centralized in the matrix; c) the matrix filled with self-cured acrylic resin.

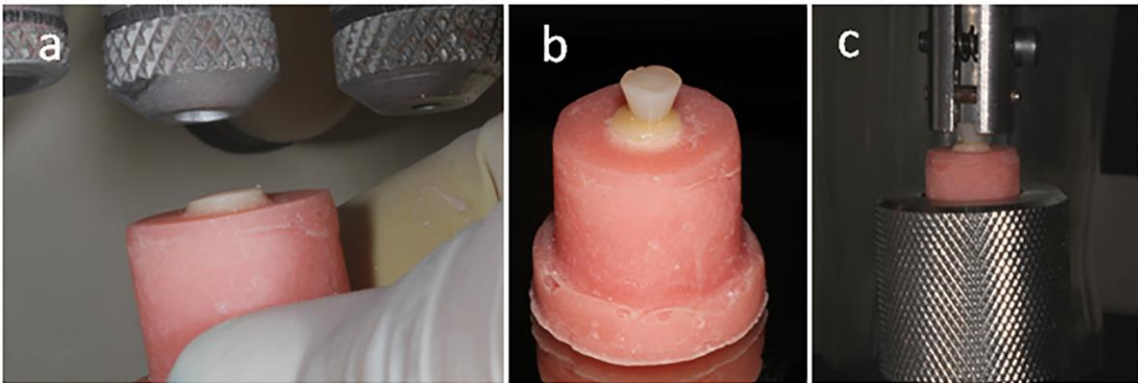


Figure 2: a) sandblasting of the zirconia sample; b) specimen with the inverted cone of composite resin; c) specimen positioned for the tensile bond test.

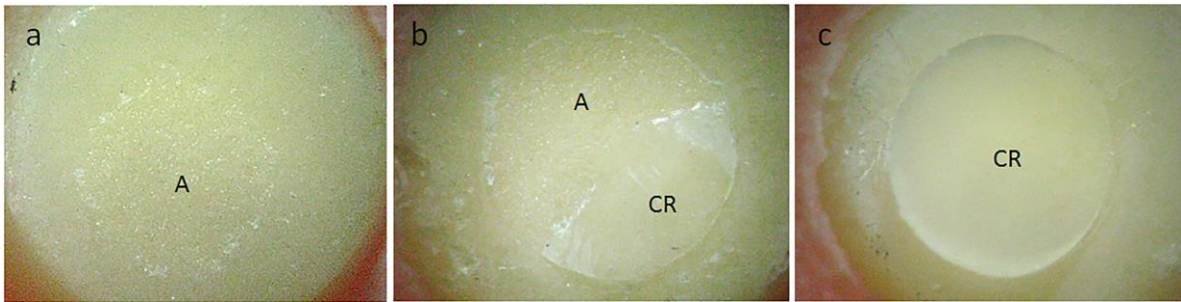


Figure 3: Stereomicroscope images of the failures occurred in the composite resin specimens: a) Adhesive failure (x10): A - adhesive; b) Mixed failure (x20): A – adhesive; CR – cohesive in composite resin cone; c) Cohesive failure (x20): CR – cohesive in composite resin cone.

ARTIGO 2

Os adesivos universais são tão eficientes quanto um *primer* para a adesão à zircônia?

RESUMO

O objetivo do trabalho foi comparar a resistência de união à cerâmica de zircônia de quatro adesivos universais e um *primer* para zircônia. Setenta e cinco amostras de zircônia foram confeccionadas e incluídas em resina acrílica. A superfície das amostras foi polida com lixas de carvão de silício nas granulações 600, 800 e 1.200 e jateadas com óxido de alumínio 50 μm por 5 s. As amostras foram divididas aleatoriamente em cinco grupos (n=15): G1 – Single Bond Universal (SBU); G2 – All Bond Universal (ABU); G3 – Peak Universal Bond (PUB); G4 – Ambar Universal (AU) e G5 – Z-Prime Plus (ZP). Um cone de resina composta foi construído, através de uma matriz, sobre o material adesivo aplicado na superfície das amostras. Os corpos de prova foram armazenados em água destilada a 37°C por 24 h, sendo submetidos ao teste de resistência de união à tração em máquina de ensaio universal EMIC com velocidade de 0,5 mm/min. Os tipos de falhas foram classificados em adesiva, coesiva ou mista. Os valores de resistência de união foram submetidos à análise de variância (ANOVA), seguido do teste de Tukey ($\alpha=0,05$). Médias de resistência de união (MPa) seguidas de letras distintas diferem estatisticamente entre si: G5=21,12^a, G1=20,55^a, G4=19,12^{ab}, G2=14,22^b, G3=8,45^c. As falhas foram predominantemente mistas no G1, G4 e G5, e predominantemente adesivas no G2 e G3. Os adesivos SBU e AU obtiveram resistência de união comparável ao ZP.

Palavras-chave: adesivo universal, resistência de união, *primer* para zircônia

ABSTRACT

The aim of the study was to compare four universal adhesives and a primer on the bond strength to zirconia ceramic. Seventy-five zirconia ceramic samples were obtained and embedded in acrylic resin. The surface of the samples was polished with 600-, 800- and 1200-grit silicon carbide abrasive papers, and sandblasted with 50 μm aluminum oxide particles for 5 s. The samples were divided into five groups (n=15): Single Bond Universal (SBU); G2 – All Bond Universal (ABU); G3 – Peak Universal Bond (PUB); G4 – Ambar Universal (AU) e G5 – Z-Prime Plus (ZP). A cone of composite resin was built on the adhesives and primer applied. The specimens were stored in distilled water at 37°C for 24 h, and then submitted to a tensile bond strength test in a universal testing machine at a crosshead speed of 0.5 mm/min. The type of failure that occurred during the debonding procedure was classified as adhesive, cohesive or mixed. The values of bond strength were analyzed by analysis of variance (ANOVA) followed by Tukey's test ($\alpha=0.05$). Means of bond strength (MPa) followed by the distinct letters represent statistical difference: G5=21,12^a, G1=20,55^a, G4=19,12^{ab}, G2=14,22^b, G3=8,45^c. The failures were predominantly mixed in G1, G4 and G5, and predominantly adhesive in G2 and G3. SBU and AU adhesives obtained bond strength comparable to ZP.

Key-word: universal adhesive, bond strength, zirconia *primer*

INTRODUÇÃO

Houve um aumento significativo no interesse pela cerâmica de zircônia nos últimos anos, com um grande impacto na área de prótese e implantodontia. Devido as suas propriedades mecânicas, biocompatibilidade e propriedades ópticas, a zircônia foi eleita como uma alternativa as próteses metalocerâmicas.¹

A zircônia é uma cerâmica policristalina sem nenhum componente vítreo. Adição de óxidos estabilizadores, como óxido de ítrio à zircônia pura, permite a geração de materiais multifásicos conhecido como zircônia parcialmente estabilizada por ítria, que possui propriedades mecânicas superiores.² Quando uma trinca se inicia na superfície da cerâmica de zircônia, a concentração de tensão na ponta da trinca, que existe em nível atômico, causa alteração do cristal tetragonal para monoclinico, o que gera expansão volumétrica. Nas proximidades da trinca o resultado é uma tensão compressiva que protege a ponta da trinca de se propagar e aumenta a tenacidade de fratura. Frente a isto, a alta resistência mecânica da zircônia pode ser considerada a principal vantagem dentre as cerâmicas de uso na Odontologia.³

Apesar das vantagens de resistência da cerâmica de zircônia, a cimentação adesiva é um desafio, pois o condicionamento com ácido fluorídrico nem a aplicação de silano são efetivos⁴ uma vez que esta cerâmica não apresenta silício em sua composição.^{5,6} Portanto, diferentes tratamentos de superfície têm sido propostos, como jateamento com óxido de alumínio,⁴ jateamento de óxido de alumínio revestido com sílica,⁷ e condicionamento por infiltração seletiva.⁸ Somado a isto, estudos têm mostrado que o uso de monômeros funcionais favorece a união à zircônia, sendo desenvolvidos *primers* específicos com estes monômeros para esta cerâmica.⁹⁻¹¹

Apesar de ainda não haver um protocolo clínico padrão para a adesão à zircônia,¹² o jateamento de óxido de alumínio revestido com sílica seguido de silanização, assim como o jateamento com óxido de alumínio seguido da aplicação de *primers* específicos para zircônia têm sido os dois métodos mais difundidos.^{11,13}

Uma nova alternativa para promover a adesão à cerâmica de zircônia são os sistemas adesivos universais. Estes adesivos podem ser utilizados tanto na estrutura dentária como na superfície de diferentes materiais restauradores.¹⁴ Os sistemas adesivos universais contêm monômeros de carboxilato ou monômeros fosfatados, como o 10-MDP, que se une quimicamente a íons metálicos.¹⁵

Portanto, o objetivo do estudo foi avaliar a resistência de união de diferentes sistemas adesivos universais à cerâmica de zircônia em comparação com um *primer* específico para zircônia. Este estudo foi realizado sob a hipótese nula de que a resistência de união obtida pelos adesivos universais não difere do *primer* para zircônia.

MATERIAIS E MÉTODOS

As amostras em cerâmica de zircônia foram confeccionadas pelo laboratório de CAD/CAM da empresa Talmax. A Tabela 1 mostra os materiais utilizados neste estudo.

Tabela 1: Materiais utilizados, composição, lote e fabricante.

Material	Composição	Lote	Fabricante
Resina Composta Z350	bis-GMA, UDMA, TEGDMA, e bis-EMA	-	3M/ESPE, St. Paul, MN, EUA
Zirconia ICE Translúcida	ZrO ₂ Componente principal, Y ₂ O ₃ 4-6%, Al ₂ O ₃ < 1%, SiO ₂ máx. 0.02%, Fe ₂ O ₃ máx. 0.01%, Na ₂ O máx. 0.04%	-	Talmax, Curitiba, PR, Brasil
Single Bond Universal	10-MDP monômero fosfato, copolímero Vitrebond, HEMA, BisGMA, dimetacrilatos resinosos, partículas de carga, silano, iniciadores, etanol, água	612979	3M/ESPE, St. Paul, MN, EUA
All Bond Universal	10-MDP monômero fosfato, HEMA, BisGMA, etanol, água, iniciadores	1600003762	Bisco, Schaumburg, EUA
Peak Universal Bond	Álcool etílico, 2-hidroxietil Metacrilato, ácido metacrílico, A cloro-hexidinadi (acetato)	BCX5K	Ultradent, Utah, EUA
Ambar Universal	10-MDP monômero fosfatado, monômeros metacrílicos, fotoiniciadores, coiniciadores, estabilizante, nanopartículas de sílica e etanol	280716	FGM, Joinville, SC, Brasil
Z-Prime Plus	10-MDP monômero fosfatado, monômero ácido carboxílico (BPDM), HEMA, etanol	1700000580	Bisco, Schaumburg, EUA

Fonte: Informações fornecidas pelos fabricantes.

Foram confeccionadas 75 amostras de zircônia com 3 mm de espessura, 6 mm de diâmetro na base menor e 8 mm de diâmetro na base maior. O menor diâmetro foi fixado contra uma placa de cera utilidade e uma matriz metálica foi posicionada, de modo que amostra ficasse centralizada. Em seguida, foi vertida resina acrílica autopolimerizável.

As superfícies das 75 amostras foram polidas com lixas de carvão de silício nas granulações 600, 800 e 1.200, Em seguida, foram jateadas com óxido de alumínio 50 µm por 5s, e lavadas com spray de ar e água. As amostras foram limpas em cuba ultrassônica com água destilada por 5 min e secas com jatos de ar, sendo então divididas aleatoriamente em 5 grupos com 15 amostras cada (n=15):

GRUPO 1 – SINGLE BOND UNIVERSAL (SBU): uma camada do adesivo foi aplicada, seguido de leve jato de ar e fotopolimerização por 20 s com unidade fotoativadora Rádi Cal (SDI, Bayswater, Vic, Austrália) com intensidade de 1.000 mW/cm².

GRUPO 2 – All Bond Universal (ABU): uma camada do adesivo foi aplicada, seguido de leve jato de ar e fotopolimerização por 20 s.

GRUPO 3 – Peak Universal Bond (PUB): uma camada do adesivo foi aplicada, seguido de leve jato de ar e fotopolimerização por 20 s.

GRUPO 4 – Ambar Universal (AU): uma camada do adesivo foi aplicada, seguido de leve jato de ar e fotopolimerização por 20 s.

GRUPO 5 – Z-Prime Plus (ZP): uma camada do *primer* foi aplicada, seguido de leve jato de ar e fotopolimerização por 40 s.

Uma peça bipartida foi posicionada sobre o material adesivo aplicado na superfície da cerâmica. Esta peça apresentava um orifício cônico invertido com 3 mm de diâmetro inferior, 5 mm de diâmetro superior e 4 mm de altura. No interior do orifício foram aplicados dois incrementos de resina composta Z350, sendo cada incremento fotoativado por 20 s. Em seguida, a matriz foi removida, e foram obtidos corpos de prova constituídos de um cone invertido em resina composta sobre a superfície da cerâmica de zircônia.

Os corpos de prova foram armazenados em água destilada a 37°C por 24 h em estufa de cultura (FANEM, São Paulo, SP, Brasil). Decorrido o período de armazenagem, os corpos de prova foram submetidos ao teste de resistência de união à tração em máquina de ensaio universal EMIC DL-2000 (EMIC, São José dos Pinhais, PR, Brasil) com velocidade de 0,5 mm/min. Os valores de resistência de união à tração serão obtidos em megapascal (MPa).

Após o teste de resistência à tração, os corpos de prova foram analisados em lupa monocular (Telelupa, São Paulo, SP, Brasil) com aumento de 20 vezes para determinar o tipo de falha. A classificação estipulada para avaliar o tipo de falha foi a seguinte:

- Adesiva: rompimento na interface substrato-adesivo;
- Coesiva: rompimento ao nível da cerâmica ou da resina composta;
- Mista: presença de falha adesiva e falha coesiva.

Os resultados obtidos no teste de resistência de união à tração foram submetidos ao teste de normalidade Shapiro Wilk. Em seguida foi aplicada análise de variância (ANOVA), seguido do teste de Tukey, ao nível de significância foi de 5%.

RESULTADOS

A maior média de resistência de união foi obtida para o Z-Prime Plus (21,12 MPa), não diferindo estatisticamente do Single Bond Universal (20,55 MPa) e o Ambar Universal (19,12 MPa). O adesivo Ambar Universal não diferiu estatisticamente do All Bond Universal (14,22 MPa) ($p>0,05$). A menor média foi obtida para o Peak Universal Bond (8,45 MPa), diferindo estatisticamente dos outros adesivos ($p<0,05$).

Os corpos de prova do Z-Prime Plus, Single Bond Universal e Ambar Universal tiveram falhas predominantemente mistas. As falhas do All Bond Universal foram predominantemente adesivas, e do Peak Universal Bond foram todas adesivas (Tabela 2).

Tabela 2 – Médias de resistência de união à tração (MPa), desvios-padrão e tipos de falha obtidos nos diferentes grupos.

Grupos	Médias de Resistência de união (MPa) e desvios-padrão	Tipos de falha
G5 - Z-Prime Plus	21,12 ^a ($\pm 5,35$)	- 02 adesivas - 05 coesivas no cone de resina composta - 08 mistas
G1 - Single Bond Universal	20,55 ^a ($\pm 4,57$)	- 03 adesivas - 05 coesivas no cone de resina composta - 07 mistas
G4 - Ambar Universal	19,12 ^{ab} ($\pm 5,81$)	- 03 coesivas no cone de resina composta - - - 12 mistas
G2 - All Bond Universal	14,22 ^b ($\pm 4,67$)	- 09 adesivas - 06 mistas
G3 - Peak Universal Bond	8,45 ^c ($\pm 3,66$)	- 15 adesivas

Médias seguidas de letras distintas diferem estatisticamente entre si pelo teste de Tukey ao nível de significância de 5%.

DISCUSSÃO

De acordo com os resultados obtidos, a hipótese nula foi parcialmente aceita, pois dos quatro adesivos universais testados, apenas dois (Single Bond Universal e Ambar) não diferiram estatisticamente do *primer* para zircônia.

O Z-Prime Plus é um *primer* que foi desenvolvido para ser aplicado sobre a cerâmica de zircônia, cerâmica de alumina e metal, e contém 10-MDP e ácido carboxílico. O estudo de Chen et al.¹⁶ mostrou a formação de uma união química (Zr-O-P) entre a cerâmica de zircônia e o *primer* contendo 10-MDP. Esta união ocorre pela capacidade do grupo fosfato de reagir com a zircônia, formando fosfato de zircônia, em que o grupo fosfato está unido a três átomos de zircônia ou a um átomo de zircônia, conferindo uma interface estável termicamente e hidroliticamente.¹⁷ Os outros monômeros contidos no *primer*, como o ácido carboxílico, cooperam no processo de união.¹⁰ Estudos mostraram que este *primer* é efetivo sobre a cerâmica de zircônia^{18,19} e, desta forma, foi escolhido como padrão-ouro no presente estudo para ser parâmetro de comparação da resistência de união com os adesivos universais.

As médias de resistência de união dos adesivos universais Single Bond Universal e Ambar Universal não diferiram estatisticamente do Z-Prime Plus. Os três materiais apresentam o monômero 10-MDP na sua composição, que se une quimicamente à zircônia,^{13,16,20} o que favorece o aumento da resistência de união entre a cerâmica de zircônia e o material adesivo.^{21,22} Os resultados obtidos com o Z-Prime Plus são consistentes com outros estudos que não encontraram diferença significativa na resistência de união à zircônia tratada com Z-Prime Plus e o adesivo Single Bond Universal.^{20,23} Portanto, a presença do 10-MDP na composição do Z-Prime Plus, Single

Bond Universal e Ambar Universal favoreceram a união desses materiais à cerâmica de zircônia.

O adesivo All Bond Universal também apresenta o monômero 10-MDP na sua composição. No entanto, este adesivo obteve médias de resistência de união estatisticamente inferiores aos outros materiais que também possuem este monômero. Apesar de não se ter informação completa da porcentagem de cada componente nos adesivos, uma das possíveis explicações para a menor média do All Bond Universal possa estar relacionada à menor quantidade de 10-MDP presente no adesivo.²⁴

O adesivo Peak Universal Bond não apresenta o 10-MDP na sua composição, assim como nenhum monômero que tenha capacidade de união à zircônia. Este fato contribuiu para a menor média de resistência de união à zircônia. Isto evidencia a importância de alguma união química a esta cerâmica, uma vez que os tratamentos com ácido fluorídrico e jateamento com óxido de alumínio não são efetivos como sobre as cerâmicas à base de silício ou cerâmicas vítreas.⁴

O adesivo Single Bond Universal também contém silano na composição. O silano é um agente de ligação monomérico, em que o silício está ligado a radicais orgânicos reativos e grupos monovalentes hidrolizáveis. Os grupos orgânicos reativos se unem quimicamente às moléculas de resina, como o Bis-GMA e HEMA presente nos adesivos. Os grupos monovalentes hidrolizáveis se unem quimicamente com o silício contido na matriz de vidro das cerâmicas.²⁵ A cerâmica de zircônia não contém silício e, portanto, o silano contido no adesivo não tem capacidade de realizar a união química. No entanto, o silano também tem efeito físico, aumentando a molhabilidade da superfície da cerâmica, permitindo maior contato entre o adesivo e a cerâmica.^{26,27} Este

efeito físico do silano contido no Single Bond Universal pode ter contribuído para os valores de resistência de união à zircônia.

No procedimento de cimentação de uma restauração, duas interfaces de união se formam que é a interface dente-material adesivo e a interface material restaurador-material adesivo. No caso em que a fixação de uma restauração depende muito mais da adesão do que dos princípios de retenção e estabilidade mecânica, elevados valores de resistência de união são importantes para o sucesso clínico, pois permitem a manutenção da restauração no preparo dentário. Os resultados de resistência de união de dois adesivos universais (Single Bond Universal e Ambar Universal) foram comparáveis ao *primer* específico para zircônia (Z-Prime Plus). Isto representa uma informação importante para o clínico, uma vez que o profissional pode usar o mesmo adesivo na estrutura dentária e na superfície da restauração.

Para o Z-Prime Plus, Single Bond Universal e Ambar Universal, que tiveram maiores valores de resistência de união, as falhas foram predominantemente mistas. Falha mista é caracterizada pela presença de falha adesiva (entre o material resinoso e a zircônia) e falha coesiva no cone de resina composta. Também ocorreram falhas coesivas no cone de resina composta, pois a união ao substrato excedeu a resistência coesiva da resina composta. Para o All Bond Universal e Peak Universal Bond as falhas foram predominantemente adesivas, o que evidencia que estes adesivos proporcionaram menor resistência de união à zircônia.

Uma das limitações do presente estudo foi o fato de avaliar a resistência de união após 24 horas, e não após períodos de armazenamento. Pereira et al.²⁰ observaram a redução da resistência de união do Single Bond Universal à zircônia após 60 dias de armazenamento em água comparado ao Z-Prime Plus. Possivelmente a absorção da

água por parte do adesivo resultou na redução da união como consequência da degradação hidrolítica.²⁰ Portanto, a avaliação após armazenamento seria importante para verificar a estabilidade da união.

CONCLUSÃO

Os adesivos Single Bond Universal e Ambar Universal obtiveram resistência de união estatisticamente comparável ao Z-Prime Plus sobre a cerâmica de zircônia quando avaliado após 24 h de armazenamento.

REFERÊNCIAS

1. Miyazaki T, Nakamura T, Matsumura H, Ban S, Kobayashi T. Current status of zirconia restoration. *J Prosthodont Res.* 2013 Oct;57(4):236-61.
2. Bachhav VC, Aras MA. The effect of ceramic thickness and number of firings on the color of a zirconia oxide based all ceramic system fabricated using CAD/CAM technology. *J Adv Prosthodont* 2011; 3:57-62.
3. Denry I, Kelly JR. State of the art of zirconia for dental applications. *Dent Mater* 2008;24:299–307.
4. Torres SMP, Borges GA, Spohr AM, Cury AADB, Yadav S, Platt JA. The effect of surface treatments on the micro-shear bond strength of a resin luting agent and four all-ceramic systems. *Oper Dent* 2009; 34:401-9.
5. Derand T, Molin M, Kvam K. Bond strength of composite luting cement to zirconia ceramic surfaces. *Dent Mater* 2005; 21:1158-62.
6. Della Bona A, Borba M, Benetti P, Cecchetti D. Effect of surface treatments on the bond strength of a zirconia-reinforced ceramic to composite resin. *Braz Oral Res* 2007; 21:10-5.
7. 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; 95:430-6.
8. 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; 98:379-88.

9. Matinlinna JP, Heikkinen T, Ozcan M, Lassila LV, Vallittu PK. Evaluation of resin adhesion to zirconia ceramic using some organosilanes. *Dent Mater* 2006; 22:824-31.
10. Magne P, Paranhos MP, Burnett LH Jr. New zirconia primer improves bond strength of resin-based cements. *Dent Mater* 2010; 26:345-52.
11. Amaral M, Belli R, Cesar PF, Valandro LF, Petschelt A, Lohbauer U. The potential of novel primers and universal adhesives to bond to zirconia. *J Dent* 2014; 42:90-8.
12. Tzanakakis EG, Tzoutzas IG, Koidis PT. Is there a potential for durable adhesion to zirconia restorations? A systematic review. *J Prosthet Dent* 2016; 115:9-19.
13. 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; 32:403-11.
14. Perdigão J, Swift EJ Jr. Universal Adhesives. *J Esthet Restor Dent* 2015; 27:331-4.
15. Yoshida Y, Nagakane K, Fukuda R. Comparative study on adhesive performance of functional monomers. *J Dent Res* 2004; 83:454-8.
16. Chen L, Suh BI, Brown D, Chen X. Bonding of primed zirconia ceramics: evidence of chemical bonding and improved bond strengths. *Am J Dent* 2012; 25:103-8.
17. Pilo R, Kaitsas V, Zinelis S, Eliades G. Interaction of zirconia primers with yttria-stabilized zirconia surfaces. *Dent Mater* 2016; 32:353-62.
18. Tanis MC, Akay C, Karakis D. Resin cementation of zirconia ceramics with different bonding agents. *Biotechnol Equiv* 2015; 29:363-7.

19. 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; doi:10.1155/2015/389234.
20. Pereira L de L, Campos F, Dal Piva AM, Gondim LD, Souza RO, Özcan M. Can application of universal primers alone be a substitute for airborne-particle abrasion to improve adhesion of resin cement to zirconia? *J Adhes Dent* 2015; 17:169-74.
21. Koizumi H, Nakayama D, Komine F, Blatz MB, Matsumura H. Bonding of resin-based luting cements to zirconia with and without the use of ceramic priming agents. *J Adhes Dent* 2012; 14:385-92.
22. de Souza G, Hennig D, Aggarwal A, Tam LE. The use of MDP-based materials for bonding to zirconia. *J Prosthet Dent* 2014;112:895-902.
23. Seabra B, Arantes-Oliveira S, Portugal J. Influence of multimode universal adhesives and zirconia primer application techniques on zirconia repair. *J Prosthet Dent* 2014; 112:182-7.
24. Nagaoka N, Yoshihara K, Feitosa VP, Tamada Y, Irie M, Yoshida Y, Van Meerbeek B, Hayakawa S. Chemical interaction mechanism of 10-MDP with zirconia. *Sci Rep* 2017; doi: 10.1038/srep45563.
25. Lung CYK, Matinlinna JP. Aspects of silane coupling agents and surface conditioning in dentistry: An overview. *Dent Mater* 2012; 28:467-77.
26. Rosen MR. From treating solution to filler surface and beyond. *J Coatings Tech* 1978; 50:70-82.
27. Anusavice KJ, Shen C, Rawls HR. *Phillips Science of Dental Materials*. St. Louis, MO: Saunders; 2012. 592p.

ANEXO

The screenshot shows a web browser window with two tabs: 'SIPESQ - PUCRS - Portal' and 'Sipesq :: Sistema de Pesquisas'. The address bar shows the URL 'https://webapp3.pucrs.br/sipesq/'. The page header features the PUCRS logo and the title 'SIPESQ - Sistema de Pesquisas'. Below the header is a navigation menu with 'Minha Atuação', 'Projetos de Pesquisa', 'Estruturas de Pesquisa', and 'Relatórios'. A breadcrumb trail indicates the current location: 'Busca de Projeto de Pesquisa > Edição de Projeto de Pesquisa'. A horizontal menu contains several tabs: 'Dados Gerais', 'Estruturas Relacionadas', 'Dados em Inglês', 'Equipe', 'Financiamento', 'Resultados Obtidos', 'Documentos CC', and 'Envio para Análise CC'. The main content area displays the following information:

Projeto: 4838 - Resistência de união à zircônia: influência do uso de primers
Status de Análise Atual - Comissão Científica: Pesquisa Concluída

O projeto está concluído e não podem ser anexados novos arquivos.