



UNIVERSIDADE FEDERAL DO CEARÁ
FACULDADE DE FARMÁCIA, ODONTOLOGIA E ENFERMAGEM
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ODONTOLOGIA

REGINA CLÁUDIA RAMOS COLARES

**ESTUDO COMPARATIVO DA RESISTÊNCIA DE UNIÃO ENTRE RESINA
COMPOSTA E CERÂMICA SUBMETIDA A DIFERENTES TRATAMENTOS DE
SUPERFÍCIE**

FORTALEZA-CE

2010

REGINA CLÁUDIA RAMOS COLARES

**ESTUDO COMPARATIVO DA RESISTÊNCIA DE UNIÃO ENTRE RESINA
COMPOSTA E CERÂMICA SUBMETIDA A DIFERENTES TRATAMENTOS DE
SUPERFÍCIE**

Dissertação submetida ao Programa de Pós-Graduação em Odontologia da Universidade Federal do Ceará como requisito parcial para a obtenção do título de Mestre em Odontologia.

Área de concentração: Clínica Odontológica

Orientador: Prof. Dr. Sérgio Lima Santiago

FORTALEZA-CE

2010

C649e Colares, Regina Cláudia Ramos
Estudo comparativo da resistência de união entre cerâmica e resina composta submetida a diferentes tratamentos de superfície/
Regina Cláudia Ramos Colares. – Fortaleza, 2010.
37 f.

Orientador: Prof. Dr. Sérgio Lima Santiago
Dissertação (Mestrado) - Universidade Federal do Ceará.
Programa de Pós-Graduação em Odontologia, Fortaleza, 2010.

1. Cerâmica (Odontologia) 2. Resistência à Tração 3. Silanos
4. Reparação em Prótese Dentária I. Santiago, Sérgio Lima
(Orient.) II. Título.

CDD:617.69

REGINA CLÁUDIA RAMOS COLARES

**ESTUDO COMPARATIVO DA RESISTÊNCIA DE UNIÃO ENTRE
CERÂMICA E RESINA COMPOSTA SUBMETIDA A DIFERENTES
TRATAMENTOS DE SUPERFÍCIE**

Dissertação apresentada à Coordenação do Programa de Pós-graduação em Odontologia da Universidade Federal do Ceará como requisito parcial para obtenção do título de Mestre em Odontologia.

Aprovada em: ____ / ____ / ____

BANCA EXAMINADORA

Prof. Dr. Sérgio Lima Santiago (Orientador)
Universidade Federal do Ceará - UFC

Prof. Dr. Wagner Araújo de Negreiros
Universidade de Fortaleza- UNIFOR

Profª. Dra. Maria Teresa Atta
Universidade de São Paulo-USP

*A Deus,
Por sentir tua presença em tudo o que faço e sonho. Obrigada, meu Deus, pelo imenso amor que me tens e por me fortalecer nas horas mais difíceis da minha vida, fazendo-me acreditar que “tudo posso naquele que me fortalece”.*

*Aos meus pais, **Eudice e Joilza**,
Por possibilitarem minha formação moral e profissional. Obrigada pelo amor a mim dedicado e por me ensinar a saber superar as dificuldades com otimismo, perseverança e, sobretudo com fé.*

*Ao meu amado e querido esposo, **Sérgio**, por seu amor incondicional. Seu apoio em todos os momentos, dando-me condições para chegar até aqui. Juntos conquistamos esta vitória. Obrigada por ser meu complemento, meu equilíbrio e o meu amor.*

*Ao meu filho, **Victor**,
Presente de Deus em nossas vidas, filho maravilhoso, fonte de inspiração para vencer as dificuldades e por compreender, mesmo com pouca idade, que os momentos de minha ausência foram por uma causa nobre.*

*As minhas irmãs, **Maria do Céu, Joelina, Márcia e Eunice**, que sempre me incentivaram a lutar pelos sonhos.*

*Com muito carinho,
Dedico.*

AGRADECIMENTO ESPECIAL

Ao meu orientador, Prof. dr. Sérgio Lima Santiago, por seu empenho e dedicação. Sua paciência e presteza incondicional em todos os momentos demonstram que mais do que um grande professor e orientador, é um ser humano de especial grandeza. Obrigada pela orientação, pelo crescimento profissional e novas oportunidades que me proporcionou.

Aos professores do programa de Pós-Graduação em Odontologia da UFC, que me ensinaram a pesquisar e a ver quão nobre é este ato. Muito aprendi e muito poderei ensinar, a eles meus sinceros agradecimentos.

AGRADECIMENTOS

À Universidade Federal do Ceará, na pessoa do seu magnífico reitor Prof. dr. **Jesualdo Pereira Farias**.

À Faculdade de Farmácia, Odontologia e Enfermagem, em nome de sua diretora Profa. dra. **Neiva Fracenely Cunha Vieira**.

Ao coordenador do Programa de Pós-Graduação em Odontologia da Universidade Federal do Ceará, Prof. dr. **Sérgio Lima Santiago**, a quem admiro por sua competência, dedicação para a consolidação do programa de Pós-Graduação.

À coordenadora do curso de Odontologia da Universidade Federal do Ceará Prof. dra. **Maria Eneide Leitão de Almeida**.

À Universidade de Fortaleza, na pessoa da sua magnífica reitora Profa. dra **Fátima Maria Fernandes Veras**.

Aos meus colegas de mestrado, **Ana Patrícia, Daniela, Denise, Françoise, Gabriela, George, Isabela, Jorgeana, Luciano, Marília, Mirela, Aurieta, Saulo e Virgínia**, pela amizade e carinho, pelos bons momentos de alegria compartilhados, desejo a vocês muito sucesso, foi muito bom conviver com todos.

Ao amigo **André Mattos**, pela amizade, apoio e momentos compartilhados no laboratório durante a execução da pesquisa.

Ao aluno da graduação da UFC, **Adelson** que em alguns momentos preciosos ajudou-me na execução da fase prática.

À amiga **Solange Saito**, pela valorização da minha capacidade profissional, seu apoio e orientação colaboraram para tornar este sonho uma realidade.

À amiga **Patrícia Pinheiro**, por tornar esta conquista mais leve, pelo apoio, e sobretudo pela amizade conquistada no dia a dia.

Aos amigos da UNIFOR, **Fátima, Flávio, Vagner, Domingos e Anastácia**, pela compreensão e incentivo.

Ao amigo da UNIFOR, **Juliano**, pela orientação e sugestões feitas na execução deste trabalho, pela amizade e apoio.

Aos secretários da Pós-Graduação da UFC, **Germano Mahlmann e Lúcia Ribeiro**. Obrigada pela presteza e pelas palavras fraternas.

A todos os que de alguma forma contribuíram, com uma palavra amiga, um abraço fraterno, um sorriso franco, meu sincero agradecimento.

“Buscai primeiro o reino de Deus e a sua justiça, e todas as coisas vos serão acrescentadas”

Mateus 6,33

RESUMO

O reparo intraoral de restaurações cerâmicas constitui-se de um método clinicamente efetivo para a resolução de fraturas de porcelana, e seu sucesso clínico depende da qualidade e durabilidade de união entre a resina composta e a superfície da cerâmica. O presente estudo teve como objetivo avaliar a resistência de união entre a cerâmica reforçada com dissilicato de lítio à resina composta quando submetida ao jateamento com óxido de alumínio 50 µm ou ao condicionamento com ácido fluorídrico a 9,5%, empregando-se dois protocolos de silanização: secagem à temperatura ambiente ou mediante o aquecimento. Um total de 20 blocos de cerâmica medindo-se (7x7x5mm) foram aleatoriamente divididos em 4 grupos (n=5): G1- condicionamento da superfície da porcelana com o ácido fluorídrico a 9,5% por 20 segundos com secagem do silano à temperatura ambiente; G2- tratamento realizado da mesma forma que G1 empregando-se a secagem do silano com um jato de ar aquecido a 45±5°C; G3- jateamento com partículas de óxido de alumínio de 50 µm por 5 segundos e secagem do silano com um jato de ar aquecido e G4- tratamento realizado da mesma forma que G3 empregando-se a secagem à temperatura ambiente. Após a realização dos tratamentos, aplicou-se adesivo (Single Bond 2) e cinco camadas de 1,5 mm de resina composta (Filtek Z250), obtendo-se um bloco de 10 mm de altura. Os blocos cerâmica/resina foram armazenados em água destilada a 37° C por 24 h. Em seguida, foram feitos cortes seriados perpendiculares entre si para a obtenção de espécimes em forma de palito com área da secção transversal de 1mm² que foram imediatamente testados através de ensaio de microtração à velocidade de 1 mm/min. Os dados foram analisados por ANOVA e teste de Student-Newman Keuls (p <0,05). As médias (desvio-padrão) foram em MPa: G1 - 32,14 (7,98); G2 - 35 (7,77) e G3 - 18,36 (6,17). O Grupo 4 não pôde ser avaliado pois houve o desprendimento da resina composta durante o procedimento de obtenção dos espécimes. G1 e G2 apresentaram maiores valores de resistência à tração em relação ao G3 (p<0.05). Não houve diferença estatística significativa entre os Grupos 1 e 2 (p> 0.05). Concluiu-se que o aquecimento do silano teve importante papel no tratamento de superfície da cerâmica jateada com óxido de alumínio.

Palavras-chave: Cerâmica. Resistência à Tração. Silanos. Reparação em Prótese Dentária.

ABSTRACT

The intraoral repair of ceramic restorations consisted of a clinically effective method for solving fracture of porcelain, and its success depends on quality and durability of the bond between the ceramic and the resin. The purpose of this study was to evaluate the bond strength between lithium disilicate-based ceramic and composite resin when subjected to airborne-particle abrasion with 50 μm aluminum oxide or hydrofluoric acid treatment using two silanization protocols: drying at room temperature or by heating. Twenty blocks (7 \times 7 \times 5mm) of lithium disilicate-based hot-pressed ceramic were fabricated and randomly divided into four groups (n = 5): G1- etched with 9.5% hydrofluoric acid for 20 seconds silanated surface were dried with room-temperature air; G2- treatment performed the same way as G1 employing the drying of the silane surface was 45 \pm 5 $^{\circ}\text{C}$ warm air; G3- airborne-particle abrasion with 50- μm aluminum oxide for 5 seconds and silanated surface was dried 45 \pm 5 $^{\circ}\text{C}$ warm air; G4-treatment performed in the same way that G3 employing drying of silane at room temperature. After an adhesive (Single Bond 2) was applied and before adding 5 mm layers of a composite resin (Filtek Z250), obtaining a block of 10 mm in height. Each blocks ceramic / resin were stored in 37 $^{\circ}\text{C}$ distilled-water for 24 h and cut into ceramic-composite beams with 1mm² of cross-sectional area for immediately tested by microtensile bond strength test at a speed of 1 mm / min. Data were analyzed by ANOVA and Student-Newman Keuls (p <0.05). The mean (standard deviation) in MPa were: G1 - 32.14 (7.98), G2 - 35 (7.77) and G3 - 18.36 (6.17). Group 4 can not be assessed because there was a detachment of the resin during the procedure for obtaining specimens. G1 and G2 presented greater tensile strength than G3 (p<0.05). There was no statistically significant difference between the mean values for groups G1 and G2 (p> 0.05). It was concluded that silane drying by a stream of warm air had an important role in the surface treatment of ceramic with air abrasion.

Keywords: Ceramics. Tensile Strength. Silane. Dentures Repair

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO GERAL.....	13
2	PROPOSIÇÃO	18
3	CAPÍTULO	20
3.1	<i>Capítulo 1: Efec of different ceramic surface treatments on the bond strength of composite to ceramic.....</i>	20
4	CONCLUSÃO GERAL	33
	REFERÊNCIAS	35

1 Introdução

1 INTRODUÇÃO GERAL

Nos últimos anos tem sido observado o grande fascínio da sociedade por estética, juntamente com o desejo de eliminar restaurações metálicas (DONOVAN; CHEE, 1993). A aparência natural das restaurações cerâmicas aliada ao crescimento da demanda estética exigida pelos pacientes ampliam a sua indicação de uso com o objetivo de tornar as restaurações imperceptíveis.

A cerâmica é um material restaurador que possui características como translucidez, fluorescência, estabilidade química, biocompatibilidade, alta resistência à compressão e coeficiente de dilatação térmica semelhante ao da estrutura dentária. Essas características atribuem às restaurações cerâmicas uma aparência harmoniosa que simula a dentição natural, oferecendo excelente estética (BORGES *et al.*, 2003). Apesar de suas muitas vantagens, a cerâmica possui baixa resistência à tração e alto potencial de fratura (LEIBROCK *et al.*, 1999), tendo sido associada ao metal, no intuito de conjugar a resistência promovida pela infra estrutura metálica à estética conferida pela cerâmica (BARRETO,1984).

A estrutura metálica, no entanto tem limitações estéticas, tais como transmissão de luz reduzida e descoloração. Essas desvantagens levaram ao desenvolvimento de sistemas cerâmicos que não necessitam de metal (KIM *et al.*, 2005; OZCAN *et al.*, 2003). As restaurações cerâmicas livres de metal podem ser fabricadas usando-se diferentes materiais cerâmicos, tais como dissilicato de lítio, alumina e zircônia, com suas respectivas técnicas de utilização. Contudo, as propriedades físicas e adesivas das cerâmicas continuam sendo um grande desafio na prática odontológica (YOSHIDA *et al.*, 2006).

Nesse contexto, as fraturas em restaurações metalocerâmicas e cerâmicas são problemas comuns na Odontologia restauradora, principalmente em decorrência da baixa resistência à tração, podendo ser causadas por diversos fatores, como impacto, fadiga, forças oclusais, diferença entre o coeficiente de expansão térmica do metal e da cerâmica, forma inadequada da infra estrutura, excessiva espessura da cerâmica e preparo incorreto da

estrutura dentária (KUSSANO *et al.*, 2003; YANOCOGLU, 2004; GALIATSATOS 2005; ALBAKRY *et al.*, 2003).

A substituição de uma restauração cerâmica ou metalocerâmica não é necessariamente a solução mais prática, considerando-se o custo, o comprometimento da estrutura do dente e o trauma adicional ao elemento dental (KIM *et al.*, 2005). Esse procedimento, além de ser desagradável para o paciente, aumenta o número de sessões clínicas e laboratoriais. A dificuldade de remoção destas restaurações pode adiar a sua completa substituição, sendo a opção de reparo intra oral a solução mais prática e viável em muitas situações (FRANKENBERGER *et al.*, 2000; KIM *et al.*, 2005)

Dentre as técnicas de reparo, a mais difundida é o reparo intra oral com resina composta, mas seu sucesso clínico depende da qualidade e durabilidade de união entre a resina e a superfície da cerâmica. A qualidade desta união é usualmente feita por mecanismos usados para promover retenção micro mecânica e/ou união química ao substrato (HOOSHMAND *et al.*, 2002; DELLA BONA *et al.*, 2004). O reparo de uma fratura aumenta a longevidade clínica, oferecendo uma opção efetiva, pois a substituição de uma prótese pode ser eliminada ou adiada (HASELTON *et al.*, 2001).

Para uma satisfatória adesão entre a cerâmica e a resina são utilizados diversos sistemas de retenção mecânicos e químicos como: asperização com pontas diamantadas (JOCHEN; CAPUTO, 1977; SULIMAN *et al.*, 1993); abrasão com óxido de alumínio (GOLDSTEIN; WHITE, 1995; BERKSUME; SAGLAM, 1994); condicionamento superficial com ácido fluorídrico (LLOBEL *et al.*, 1992), ácido fosfórico (APPELDOORN *et al.*, 1993) ou fluorfosfato de sódio acidulado (GOLDSTEIN; WHITE, 1995). Um dos fatores que exerce grande influência na adesão resina/cerâmica é o uso do silano que, ao reagir com grupos hidroxila da cerâmica, promove uma ligação covalente com os polímeros resinosos, criando-se uma união estável (GOLDSTEIN; WHITE, 1995; SZEP *et al.*, 2000; HAKAYAMA *et al.*, 1992; SARACOGLU *et al.*, 2004).

Os estudos demonstram, entretanto, que a composição da cerâmica é fundamental na escolha do tratamento a ser utilizado. De acordo com Della Bona e Anusavice (2002), as diferenças na microestrutura e composição das cerâmicas determinam o desenvolvimento das retenções produzidas pelo condicionamento ácido. O ácido

fluorídrico reage preferencialmente com a sílica existente nas porcelanas, todavia as cerâmicas com alto teor de alumina (OZCAN *et al.*, 2003; KERN *et al.*, 1995) e as cerâmicas reforçadas com zircônia (KERN *et al.*, 1998; DERAND; DERAND, 2000) não são passíveis ao condicionamento com o uso do ácido fluorídrico, pois não existem fases constituídas de vidro e não podem ser quimicamente asperizadas em virtude da sua microestrutura estável (DELLA BONA *et al.*, 2000; OZCAN; VALLITU, 2003).

Outro artifício empregado com o objetivo de melhorar a união entre cerâmica e resina composta é o jateamento com substâncias abrasivas com óxido de alumínio ou com partículas de sílica, representados pelos sistemas cojet e rocatec (3M ESPE). Os tratamentos com o jato de óxido de alumínio e com partículas de sílica produzem irregularidades nas cerâmicas que modificam sua microestrutura superficial, sendo o primeiro indicado para as porcelanas feldspáticas e o segundo para as cerâmicas reforçadas com alumina e à base de zircônia. Entretanto, para as cerâmicas feldspáticas o jateamento com óxido de alumínio deve ser evitado por motivo de perda de volume e mudanças na morfologia (CHEN *et al.*, 1998). E, de acordo com Dérand e Dérand (2000), nas cerâmicas à base de zircônia, produz irregularidades que pouco influenciam na resistência adesiva.

A união da cerâmica aos materiais resinosos parece depender da presença de sílica na superfície, a qual deve ser compatível com o agente silano. O silano provê a função de união entre a sílica existente na cerâmica e a matriz orgânica dos sistemas adesivos, aumentando sua capacidade de molhabilidade e otimizando a interação microscópica da cerâmica com esses cimentos (VALANDRO *et al.*, 2004; YOSHIDA *et al.*, 2006). A relação entre a sílica e silano e sua capacidade de ligação encontram-se bem estabelecidas para a cerâmica à base de vidro, como, por exemplo, as cerâmicas feldspáticas, para as reforçadas com leucita e as de dissilicato de lítio (DELLA BONA *et al.*, 2000; DELLA BONA; ANUSAVICE, 2002; OZCAN; VALLITTU, 2003 VALANDRO *et al.*, 2004).

O silano utilizado para reparo em cerâmica consiste em um grupo organofuncional o qual se liga com o grupo metacrilato do compósito, resultando em uma união entre cerâmica e resina (SHEN *et al.*, 2004). Acrescenta-se ainda que o grau de resistência de união depende da ligação do silano à superfície da cerâmica (SHEN *et al.*, 2004).

Para acelerar o mecanismo de interação química do silano, a reação é normalmente catalisada por ácido ou calor (PLUEDDEMANN, 1991). O aquecimento do silano na superfície da cerâmica pode eliminar água, álcool e subprodutos da reação e ajudar a completar a reação de condensação de silano-sílica, promovendo a formação de siloxano (PLUEDDEMANN, 1991). A evaporação do álcool ou ácido acético pode aumentar a densidade de ligações locais disponíveis para a solução de silano reagir com a cerâmica (SHEN *et al.* , 2004).

O tratamento térmico do silano em alta temperatura, entretanto, não é viável para o reparo de cerâmica no consultório, pois pode prejudicar a estrutura dental e os tecidos moles adjacentes. Por outro lado, uma corrente de ar quente que é tolerável pelos pacientes pode ser usada para ajudar na evaporação de solventes e na reação de produtos sobre a superfície tratada com silano, resultando em uma superfície seca (SHEN *et al.*, 2004).

O objetivo deste estudo foi avaliar a resistência de união de uma resina composta a uma cerâmica de dissilicato de lítio condicionada por ácido hidrofúorídrico ou jateamento com óxido de alumínio para testar a hipótese de que a secagem com uma corrente de ar quente do silano poderia aumentar a resistência à tração da cerâmica à resina composta.

2 Proposição

2 PROPOSIÇÃO

O objetivo deste estudo foi comparar a resistência à tração entre resina composta e cerâmica, quando submetida a diferentes tratamentos de superfície utilizando dois protocolos de silanização.

3 Capítulo

3 CAPÍTULO

Esta dissertação está baseada no Artigo 46 do Regimento Interno do Programa de Pós-Graduação em Odontologia da Universidade Federal do Ceará (Anexo A), que regulamenta o formato alternativo para dissertações de Mestrado e permite a inserção de artigos científicos de autoria e coautoria do candidato. Assim sendo, esta dissertação de mestrado é composta de um capítulo que contém um artigo científico que será submetido à publicação ou em fase de redação, conforme descrito na sequência:

3.1 Capítulo 1:

“Effect of different ceramic surface treatments on the bond strength of composite to ceramic.”
Colares RCR, Souza AMB, Mendonça JS, Santiago SL. Este artigo será submetido à publicação no periódico *The Journal of Prosthetic Dentistry*.

CAPÍTULO 1

Effect of different ceramic surface treatments on the bond strength of composite to ceramic.

Regina Cláudia Ramos Colares, DDS^a, André Mattos Brito de Souza, DDS^b, Juliano Sartori Mendonça, DDS, MS, PhD^c, Sérgio Lima Santiago, DDS, MS, PhD^d

^a Auxiliar Professor, University of Fortaleza, Fortaleza, Brazil; MSc Student, Faculty of Pharmacy, Dentistry and Nursing, Federal University of Ceará, Fortaleza, Brazil

^b MSc Student, Faculty of Pharmacy, Dentistry and Nursing, Federal University of Ceará, Fortaleza, Brazil

^c Adjunct Professor, University of Fortaleza, Fortaleza, Brazil

^d Adjunct Professor, Faculty of Pharmacy, Dentistry and Nursing, Federal University of Ceará, Fortaleza, Brazil

Corresponding author:

Sérgio Lima Santiago

Faculty of Pharmacy, Dentistry and Nursing, Federal University of Ceará, Fortaleza, Brazil

Rua Monsenhor Furtado, s/n

Zip Code: 60.430-350

Phone/Fax: ++ 55 85 3366-8232

E-mail: sergiosantiago@yahoo.com

ABSTRACT

Statement of problem: Mechanical retention based on the surface treatment is critical for the success of chairside repair of fractured ceramic prostheses with a composite.

Purpose: To evaluate the influence of ceramic surface treatments and drying silane with a stream of warm air in increasing the tensile bond strength of resin composite to a lithium disilicate ceramic.

Materials and Methods: Twenty blocks (7×7×5mm) of lithium disilicate-based hot-pressed ceramic were fabricated and randomly divided into four groups and 2 silanization protocols: G1 (HFRT) acid etching with 9.5% hydrofluoric acid for 20 seconds silanated surface were dried with room-temperature; G2 (HFHT) acid etching with 9.5% hydrofluoric acid for 20 seconds and silanated surface were dried with 45± 5°C warm air; G3 (AHT) airborne-particle abrasion with 50µm aluminum oxide particles and silanated surface were dried 45± 5°C warm air. G4 (ART) airborne-particle abrasion with 50µm aluminum oxide particles and silanated surface were dried with air at room-temperature. An adhesive (Single Bond) was applied and light-polymerized before composite build-ups (Filtek Z250). Each specimen was stored in distilled water at 37°C for 24 h and cut into ceramic-composite beams with 1mm² of cross-sectional area for microtensile bond strength test (MTBS). Statistical analyses were performed with ANOVA and Student-Newman-Keuls test ($\alpha=0.05$).

Results: Mean (SD) MTBS values in MPa were: G1 (HFRT) - 32.14 (7.98); G2 (HFHT) - 35.00 (7.77), and G3 (AHT) - 18.36 (6.17). G1 and G2 presented greater tensile strength than G3 ($p<0.05$). There was no statistically significant difference between the mean values for groups G1 and G2 ($p>0.05$).

Conclusion: Silane drying by a stream of warm air had an important role in the surface treatment of ceramic with air abrasion.

CLINICAL IMPLICATIONS

This in vitro study demonstrated that the increase of bond strength of ceramic repair with composite depends on the surface treatment and the composition of silane.

INTRODUCTION

The increasing demand for esthetics in restorative dentistry has led to the development for all-ceramic restorations with various resin-based adhesive systems, since they provide excellent esthetic metal-free characteristics.^{1,2} However, the physical and bonding properties of ceramics are problematic.²

The establishment of a durable and reliable bond between a dental ceramic and resin composite is important in dental practice because of its extensive use in resin-bonded restorations and porcelain repair systems. This bond is usually created via two mechanisms, micro-mechanical attachment by hydrofluoric acid (HF) etching and/or sandblasting and chemical bonding by a silane coupling agent.³

Effective etching of the ceramic surface is considered an essential step for the clinical success of indirect ceramic-bonded restorations and direct ceramic repair procedures.⁴ Acid etching increases the surface area and the wettability of ceramics, changing their surface energy and the bonding potential of ceramic to resin.⁵

The bonding properties between resin-based adhesives and ceramics are mainly associated with the presence of silica on the surface that provides chemical compatibility mediated by silane-coupling agents.⁶ The incorporated silica of acid-sensitive ceramics such as feldspathic, leucite, and lithium disilicate ceramics is well-exposed by HF acid gel to give increased surface roughness, which is then available for mechanical interlocking.^{4,6,7} However, the use of such acid-sensitive ceramics is limited because of their brittle properties.^{8,9}

The use of silane is recommended for glasses and porcelains in order to form a siloxane network with the silica in the ceramic surface, to improve the bond strength between the ceramic and luting material.¹⁰ Silane-coupling agents, because of their chemical compatibility and the micro-roughness on the acid-etched surface, allow for sufficient bonding properties by mediating between the ceramics and resin-based adhesives.¹¹

To accelerate the mechanism of chemical interaction of silane, the reaction is usually catalyzed by acid or heat.¹² The heat treatment can also evaporate solvent and volatile reaction products formed during condensation of silanol groups.¹³ It is also possible that heating of silane-coated ceramic might facilitate vaporization and elimination of excess silane from the surface.⁵

The lithium disilicate based E-max is a new ceramic material and little is known about the effects of pretreatment methods on the bond strength between ceramic repairs with composite. This way, the purpose of this in vitro study was to evaluate the influence of different surface conditioning methods and silane-coupling agent on the microtensile bond strength between composite and E-max ceramic. The hypothesis tested was that heat treatment with a stream of warm air could increase the tensile bond strength of composite to disilicate based ceramic.

MATERIAL AND METHODS

Twenty blocks 7×7×5 mm hot-pressed ceramic (Lot no.K08698, E-max; Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein) were invested, heated, and pressed according to the manufacturers' instructions. The ceramic blocks were mechanically polished at low speed using handpiece with circular and moderate movements. For the porcelain polishment was used a sequence of instruments (Edenta AG, Sweed). First we used (Exa-Cerapol 0301 UM) for the inicial polishment and used (Exa-Cerapol 0306 UM) for final polishment. After polishing, all ceramics blocks were ultrasonically cleaned in distilled water for 10 minutes, dried with oil-free air, and divided into 4 groups (n= 5) according to the following surface treatments and silanization protocols:

Group 1 (HFRT) - 9.5% hydrofluoric acid (Ultradent porcelain etch, Ultradent Dental Products, South Jordan, UT, USA) was applied for 20 seconds and silanated surface was dried at room-temperature;

Group 2 (HFHT)- 9.5% hydrofluoric acid (Ultradent porcelain etch, Ultradent Dental Products, South Jordan, UT, USA) was applied for 20 seconds and silanated surface was dried with warm air at $45 \pm 5^\circ\text{C}$;

Group 3 (AHT) - sandblasting (Bio-Art, Equipamentos Odontológicos LTDA, SP, Brazil) with 50 μ m aluminum oxide particles for 5 s, applied perpendicularly to the surface at a pressure of 30 psi from a distance of approximately 10 mm and silanated surface was dried with warm air at 45 \pm 5°C.

Group 4 (ART) - sandblasting (Bio-Art, Equipamentos Odontológicos LTDA., SP, Brazil) with 50 μ m aluminum oxide particles for 5 s, applied perpendicularly to the surface at a pressure of 30 psi and from a distance of approximately 10 mm and silanated surface were dried with room-temperature air.

After the treatment with hydrofluoric acid or sandblasting, the ceramic surfaces were rinsed with air/water spray for 30 s, air-dried, and silane (Rely-X Ceramic Primer, 3M-ESPE Dental Products, St. Paul, MN, USA), was applied with a brush, left undisturbed for 1 minute, and the surface was subjected to one of the following drying procedures: (RT) room-temperature air drying, allowing the silane to penetrate into the surface irregularities for 1 minute, then gently blowing off the excess with compressed air; and (HT) warm air drying, with a stream of warm air (45 \pm 5°C) generated from a blow dryer (Revlon model RV456ABG, El Paso, Texas USA) blown onto the silane applied to the ceramic surface for 15 seconds. The solvent was dried with a stream of air, allowing enough time to evaporate, then, two consecutive coats of the adhesive Single Bond (3M-ESPE, St. Paul, MN, USA) were applied, gently dried and light cured with VIP -Variable Intensity Polymerizer Junior- (Bisco Inc., Schaumburg, Illinois, USA) for 20 s at a light intensity of 500 mW/cm². Resin composite (Z250, 3M-ESPE, St. Paul, MN, USA) build up was bonded to ceramic blocks in 1.5mm of increments and light activated for 40 seconds, until the total height of the ceramic/composite block was 10 mm.

Table I. Materials used in this study

Material	Description	Manufacturer
E-max	Lithium disilicate ceramic	Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein
HF etchant	Ultradent Porcelain Etch 9.5% hydrofluoric acid	Ultradent Products Inc., South Jordan.UT,USA
Sandblasting	Aluminum oxide (average particle size, 50 μ m)	Bio-Art, Equipamentos Odontológicos LTDA., SP, Brazil
Silane Rely-X	Organosilano	3M-ESPE Dental Products, St. Paul, MN, USA
Single Bond	BIS-GMA, HEMA	3M-ESPE Dental Products, St. Paul, MN, USA
Resin Z250	BIS-GMA, BIS-EMA, UDMA	3M-ESPE Dental Products, St. Paul, MN, USA

Table II. Combination of surface roughening and silanization drying protocol.

Group code	Surface roughening preparation	Silanization protocol
G1-HFRT	Etching	Room temperature
G2HFHT	Etching	Warm air
G3- AHT	Airborne-particle abrasion	Warm air
G4- ART	Airborne-particle abrasion	Room temperature

The specimens were stored in distilled water at 37°C for 1 day. Using a low-speed diamond cutting saw (labcut 1010; Extec corp., Enfield, CT, USA) under water, the ceramic-composite sets were cut into slabs of 1-mm thickness, starting at the ceramic side, through the composite resin block perpendicular to the bonded interface. The sectioning continued until 1 mm remained to keep the specimens fixed in position. The block of slabs were then rotated 90° degrees and again cut perpendicular to the bonded interface to obtain $1 \pm 0.1 \text{ mm}^2$ beam specimens. In all blocks, the first cuts were discarded because results could be influenced by excess or lack of adhesive at the interface. The inner specimens from each experimental group were selected. For the tensile test, each specimen was attached to the flat grip of a testing device for dental restorative material (Bencor Multi-T; Danville Engineering, San Ramon, Calif.) using cyanoacrylate adhesive (Zapit; Dental Ventures of America, Corona, Calif.) to a custom-made device perpendicular to the force applied in order to avoid torque forces at the interface. Only the ends of the specimens were bonded. The device/specimen set was adapted to the Universal Testing Machine (Instron Model 4484; Instron Corp, Canton, Mass) and subjected to tensile force at a crosshead speed of 1 mm/minute until failure. The dimension of cross-section surfaces was measured to the nearest 0.01 mm with an electronic caliper (Digimatic; Mitutoyo Corp, Tokyo, Japan). The tensile bond strength (MPa) of each specimen was calculated by dividing the failure load (N) by the cross-sectional area (mm^2) of the test bar and statistically analyzed using one-way ANOVA and Student-Newman-Keuls test ($\alpha = 0.05$). Modes of failure was examined under a stereo-zoom microscope at X40 (Stereozoom

leica 2000, leica Microsystems, Wetzlar, Germany). Three categories of failure modes were evaluated: (1) adhesive failure, fracture at the resin/ceramic interface; (2) cohesive failure, fracture within either the resin or ceramic component of the specimen; and (3) mixed failure, combination of the 2 modes on the same surface.

RESULTS

Table 3 presents the mean of microtensile bond strength in Mpa and standard deviation for all groups. One-way ANOVA revealed that the bond strength was significantly affected by the surface treatment among experimental groups. The test of Student-Newman-Keuls showed that the groups G1(HFRT) and G2(HFHT) showed no significant differences between them ($p > 0.05$) and values of bond strength were statistically higher than those obtained by the group G3(SBHT) ($p < 0.01$). All Group 4 specimens broke up during the procedure of cutting and were eliminated.

Light microscopy analyses of the fractured surface revealed that most of them were mixed. (Table III).

Table III – Microtensile Bond Strength means and standard deviation values (MPa) followed by percentage of failure for all experimental groups.

Group	MTBS (MPa)	Adhesive Failure	Cohesive failure	Mixed failure
G1(HFRT)	32.14 (7.98) ^A	6.5%	3.2%	90.3%
G2(HFHT)	35.00 (7.77) ^A	3.2%	0%	96.8%
G3(AHT)	18.36 (6.17) ^B	0%	0%	100%

Values followed by similar letters in the same column did not present statistical difference ($p > 0.05$).

DISCUSSION

The clinical success of either a repaired ceramic restoration or a resin cemented ceramic restoration depends on the quality and durability of the bond between the ceramic and the resin. To obtain reliable bond strength between resin composite and ceramic materials, mechanical retention performed with surface roughening and chemical retention with silane agent is essential.¹⁴

The bond between silica-based ceramics and resin composite is well-established because etching with hydrofluoric acid and application of a silane coupling agent provides good bonding.² Hydrofluoric acid can react preferentially with silica phase in feldspathic porcelain to form hexafluorosilicates. As a result, the surface of the porcelain becomes roughed, which is expected for microretentions.¹⁵

This way, roughening the ceramic surface by etching has been considered the most effective procedure of retaining the bond integrity¹³ and for the clinical success of indirect ceramic bonded restorations and direct-repaired ceramic prostheses.^{7,16-21} Structural and surface analyses of etched ceramics have showed that different etching patterns are created according to the ceramic microstructure and composition¹⁶, and either depends on the etchant concentrations and application times.^{7,17-21} This observation is in agreement with the present study that used etching with hydrofluoric acid (G1 and G2) and presented higher values in microtensile bond strength than sandblasting (G3).

According to Hooshmand *et al.*,³ Shen *et al.*,²² and Della Bona *et al.*,⁵ heating of silane on the surface of ceramics can promote better adhesion between this material and resin composite. The heating of silane on the surface of ceramics can eliminate water, alcohol and byproducts of the reaction and help to complete the condensation reaction of silane-silica promoting the formation of siloxane.¹² Evaporation of alcohol or acetic acid can increase the density of local connections available for the solution of silane react with the ceramic.²² However, in the present study no statistical differences in groups G1 and G2 were found which the samples were treated with hydrofluoric acid and silane applied at room temperature or heated at $45 \pm 5^\circ\text{C}$, respectively. On the other hand, Barghi *et al.*,²³ demonstrated that different silanes yield different bond strength values. These authors also found differences in

bond strengths following thermal treatment of silanized porcelain using two-bottle silanes, whereas prehydrolyzed single-bottle silanes were not affected by this procedure. Different silanes may present in their composition different solvents which will influence their reactivity and stability in various ways.¹⁹

Since Group 4 (ART) samples had resin separated from ceramic when the blocks were sectioned to prepare test specimens, sandblasting, by itself, without other surface treatment, seems an ineffective procedure for lithium disilicate ceramics. According to Chen *et al.*,¹⁹ sandblasting of ceramic should be avoided for the reason of volume loss and changes in morphology. Probably, when the heated silane was used higher bond strength was registered for G3 in comparison to G4. Based on these results the hypothesis of the study was partially accepted once the heat treatment was only effective for airborne abrasion group. The heating promotes the condensation reaction within silane that will reduce the thickness of the silane and prevent it from incorporation with the adhesive resin applied later. Without the heat treatment, the silane on the ceramic surface could blend with the adhesive resin, forming a continuous layer of adhesive between the ceramic and the composite. A study has shown that the high concentration of silane in the solution (greater than 5%) has a negative effect on the bond strength values.²⁴

The present study was limited to the investigation of the effect of postsilanization with warm-air drying to seek an alternative treatment modality of clinically applicable heat treatment of silane. Further laboratory tests needs to be conducted, using a similar methodology but with thermocycling and another silane composition to investigate how this would influence the bond strength of lithium-disilicate ceramics to resin composite.

CONCLUSIONS

Within the limitations of this study, the following conclusions were drawn:

1. Ceramic surface treatment with hydrofluoric acid and a silane coupling agent has a positive influence on the lithium disilicate-based ceramic repaired with composite.
2. Silane drying by a stream of warm air had an important role in the surface treatment of ceramic with air abrasion.

ACKNOWLEDGEMENTS

The authors would like to thank Ivoclar Vivadent do Brasil, Schaan, Liechtenstein, for providing some of the materials used in this study.

REFERENCES

- 1- Timo T. Heikkinen, Lippo V. J. Lassila, Jukka P. Matinlinna & Pekka K. Vallittu. Effect of operating air pressure on tribochemical silica-coating. *Acta Odontologica Scandinavica* 2007; 65: 241-48.
- 2- Yoshida K, Tsuo Y, Atsuta M. Bonding of dual-cured resin cement to zirconia ceramic using phosphate acid ester monomer and zirconate coupler. *J Biomed Mater Res B: Appl Biomater* 2006; 77:28-33.
- 3- Hooshmand T, VanNoort R, Keshvad A. Bond durability of the resin-bonded and silane treated ceramic surface. *Dent Mater* 2002;18:179-88.
- 4- Della Bona A, Anusavice KJ. Microstructure, composition, and etching topography of dental ceramics. *Int J Prosthodont* 2002;15:159-67.
- 5- Della Bona A, Shen C, Anusavice KJ. Work of adhesion of resin on treated Lithia disilicate-based ceramic. *Dent Mater*. 2004;20:338-44.
- 6- Ozcan M, Vallittu PK. Effect of surface conditioning methods on the bond strength of luting cement to ceramics. *Dent Mater* 2003;19:725-31.
- 7- Della Bona A, Anusavice KJ, Shen C. Microtensile strength of composite bonded to hot-pressed ceramics. *J Adhes Dent* 2000;2:305-13.
- 8- Scotti R, Catapano S, D'Elia A. A clinical evaluation of In-Ceram crowns. *Int J Prosthodont* 1995; 8:320-323.
- 9- Oden A, Andersson M, Krystak-Ondracek I, Magnusson D. Fiveyear clinical evaluation of Procera AllCeram crown. *J Prosthet Dent* 1998;80:450-456.
- 10- Derand T, Molin M, Kvam K. Bond strength of composite luting cement to zirconia ceramic surface. *Dental Mater* 2005;21:1158-62.

- 11- Tanaka R, Fujishima A, Shibata, Manabe A, Miyazaki T. Cooperation of phosphate monomer and silica modification on zirconia. *J Dent Res* 2008; 87(7):666-70.
- 12- Plueddemann EP. Silane coupling agent. New York: Plenum;1991. p. 31-54.
- 13- Roulet JF, Söderholm KJ, Longmate J. Effects of treatment and storage conditions on ceramic/composite bond strength. *J Dent Res* 1995;74:381-7.
- 14- Kim Bo-k, Bae HE-K, Shim J-S. The influence of ceramic surface treatments on the tensile bond strength of composite resin to all-ceramic coping materials. *J Prosthet Dent* 2005; 94(4):357-62.
- 15- Yen, TY, Blackman, RB, Baez, RJ. Effect of acid etching on the flexural strength of a feldspathic porcelain and a castable glass ceramic. *J Prosthet Dent* 1993;70:224-33.
- 16- Della Bona A, Anusavice KJ, Mecholsky Jr JJ. Failure analysis of resin composite bonded to ceramic. *Dent Mater* 2003;19:693-9.
- 17- al Edris A, al Jabr A, Coley RL, Barghi N. SEM evaluation of etch patterns by three etchants on three porcelains. *J Prosthet Dent* 1990;64:734-9.
- 18- Kupiec KA, Wuertz KW, Barkmeir WW, Wilwerding TM. Evaluation of porcelain surface treatments and agents for composite-to-porcelain repair. *J Prosthet Dent* 1996;76:119-24.
- 19- Chen TM, Brauer GM. Solvent effects on bonding organosilane to silica surfaces. *J Dent Res* 1982;61:1439-43.
- 20- Della Bona A, van Noort R. Ceramic surface preparations for resin bonding. *Am J Dent* 1998;11:276-280.
- 21- Jardel V, Degrange M, Picard B, Derrien G. Correlation of topography to bond strength of etched ceramic. *Int J Prosthodont* 1999;12:59-64.
- 22- Shen C, Oh WS, Williams JR. Effect of post-silanization drying on the bond strength of composite to ceramic. *J Prosthet Dent* 2004;91:453-8.
- 23- Barghi N, Berry T, Chung K. Effects of timing and heat treatment of silanated porcelain on the bond strength. *J Oral Reab* 2000;27:407-12
- 24- Debnath S, Wunder SL, McCool JI, Baran GR. Silane treatment effects on glass/resin interfacial shear strengths. *Dent Mater* 2003;19:441-8

4 Conclusão Geral

4 CONCLUSÃO GERAL

O tratamento de superfície da porcelana de dissilicato de lítio com óxido de alumínio e a aplicação silano aquecido a $45 \pm 5^\circ\text{C}$, possibilitou um aumento na resistência adesiva da cerâmica à resina.

Referências

REFERÊNCIAS

- APPELDOON, R. E.; WILWERDINE, T. M.; BARKMEIER, W. W. Bond strength of composite resin to porcelain with newer generation porcelain repair systems. **J. Prosthet. Dent.**, v. 70, n. 1, p. 6-11, 1993.
- ALBAKRY, M.; GUAZZTTO, M.; SWAIN, M. V. Biaxial flexural strength, elastic moduli, and x-ray diffraction characterization of three pressable all-ceramic materials. **J. Prosthet. Dent.**, v. 89, n. 4, p. 374-380, 2003.
- BERKSUME, S.; SAGLAM, S. Shear strength of composite bonded porcelain-to-porcelain in a new repair system. **J. Prosthet. Dent.**, v. 71, n. 4, p. 423-428, 1994.
- BORGES, G. A.; SOPHR, A. M.; GOES, M. F.; SOBRINHO, L. C.; CHAN, D. C. N. Effect of etching and airborne particle abrasion on the microstructure of different dental ceramics. **J. Prosthet. Dent.**, v. 89, p. 479-488, 2003.
- BARRETO, M. T. Failures in ceramometal fixed restorations. **J. Prosthet. Dent.**, v. 51, p. 186-189, 1984.
- CHEN, J. H.; MATSUMURA, H.; ATSUTA, M. Effect of different etching periods on the Bond strength of a composite resin to a machinable porcelain. **J. Dent.**, v. 28, n. 1, p. 53-58, 1998.
- DERAND, P.; DERAND, T. Bond strength of luting cements to zirconium oxide ceramics. **Int. J. Prosthodont.**, v. 13, p.131-355, 2000.
- DONOVAN, T. E.; CHEE, W. W. L. Conservative indirect restorations for posterior teeth cast versus bonded ceramic. **Dent. Clin. North Am.**, v.37, n.3, p.433-443, July 1993.
- DELLA BONA, A.; ANUSAVICE, K. J.; SHEN, C. Microtensile strength of composite bonded to hot-pressed ceramics. **J. Adhes. Dent.**, v. 2, p. 302-313, 2000.
- DELLA BONA, A.; ANUSAVICE, K. J. Microstructure, composition, and etching topography of dental ceramics. **Int. J. Prosthodont.**, v. 15, p. 159-167, 2002.
- DELLA BONA, A.; SHEN, C.; ANUSAVICE, K. J. Work of adhesion of resin on treated Lithia disilicate-based ceramic. **Dent. Mater.**, v. 20, p. 338-344, 2004.
- FRANKERBERGER, R.; KRAMER, N.; SINDDEL, J. Repair strength of etched vs silica-coated metal-ceramic and all-ceramic restorations. **Oper. Dent.**, v. 25, n. 3, p. 209-215, 2000.

GALIATSATOS, A. A. An indirect repair technique for fractured metal-ceramic restorations: a clinical report. **J. Prosthet. Dent.**, v. 93, n. 4, p. 321-323, Apr. 2005.

GOLDSTEIN, R. E.; WHITE, S. N. Intraoral esthetic repair of dental restorations. **J. Esthetic Dent.**, v. 7, n. 5, p. 219-227, Sept. 1995.

HASELTON, D. R.; DIAZ-ARNOLD, A. M.; DUNNE, J. T. Shearbond strengths of 2 intraoral repair systems to porcelain or metal substrates. **J. Prosthet. Dent.**, v. 86, n. 5, p. 526-531, Nov. 2001.

HAYAKAWA, T.; HORIE, K.; AIDA, M.; KANAYA, H.; KOBAYASHI, T. The influence of surface conditions and silane agents on the bond of resin to dental porcelain. **Dent. Mater.**, Copenhagen, v. 8, n. 4, p. 238-240, July 1992.

HOOSMAND, T.; VANNOORT, R.; KESHVAD, A. Bond durability of the resin-bonded and silane treated ceramic surface. **Dent. Mater.**, v. 18, p. 179-188, 2002.

JOCHEN, D. G.; CAPUTO, A. A. Composite resin repair of porcelain denture teeth. **J. Prosthet. Dent.**, v. 38, n. 6, p. 673-679, Dec. 1977.

KUSSANO, C. M.; BONFANTE, G.; BATISTA, J. P.; PINTO, J. H. Evaluation of shear bond strength of composite to Porcelain according to surface treatment. **Braz. Dent. J.**, v. 14, n. 2, p.132-135, Feb. 2002.

KERN, M.; WEGNER, S. M. Bonding to zirconia ceramic: adhesion methods and their durability. **Dent. Mater.**, v. 14, p. 64-71, 1998.

KERN, M.; THOMPSON, V. P. Bonding to glass infiltrated alumina ceramic: adhesive methods and their durability. **J. Prosthet. Dent.**, v.73, p. 240-249, 1995.

KIM, B. K.; BAE, H. E.; SHIM, J. S.; LEE, K. W. The influence of ceramic surface treatments on the tensile bond strength of composite resin to all-ceramic coping materials. **J. Prosthet. Dent.**, v. 94, n. 4, p. 357-362, 2005.

LEIBROCK, A.; DEGENHART, M.; BEHR, M.; ROSENTRITT, M.; HANDEL, G. In vitro study of the effect of thermo and load cycling on the bond strength of porcelain repair system. **J. Oral Rehabil.**, Oxford, v. 26, n. 2, p. 130-133, Feb. 1999.

LLOBELL, A.; NICHOLLS, J. I.; KOIS, J. C.; DALY, C. H. Fatigue life of porcelain repair systems. **Int. J. Prosthodont.**, Lombard, v. 5, n. 3, p. 205-213, May/June 1992.

OZCAN, M.; VALLITTU, P. K. Effect of surface conditioning methods on the bond strength of luting cement to ceramics. **Dent. Mater.**, v.19, p. 725-731, 2003.

PLUEDDEMANN, E. P. **Silane coupling agent**. New York: Plenum, 1991.

SZEP, S.; GERHARDT, T.; GOCKELI, H. W. In vitro dentinal surface reaction of 9,5% buffered hydrofluoric acid in repair of ceramic restorations: a scanning electron microscopic investigation. **J. Prosthet. Dent.**, v. 83, n. 6, p. 668-674, June 2000.

SARACOGLU, A.; CURA, C.; COTERT, H. S. Effect of various surface treatment methods on the bond strength of the heat-pressed ceramic samples. **J. Oral Rehabil.**, v. 31, n. 8, p. 790-797, Aug. 2004.

SULIMAN, A. A.; SWIFT JR, E. E.; PERDIGÃO, J. Effects of surface treatment and bonding agents on bonding strength of composite resin to porcelain. **J. Prosthet. Dent.**, v. 70, n. 2, p. 118-120, Aug. 1993.

SHEN, C.; OH, W. S.; WILLIAMS, J. R. Effect of post-silanization drying on the bond strength of composite to ceramic. **J. Prosthet. Dent.**, v. 91, p. 453-458, 2004.

VALANDRO, L. F.; LEITE, F. P. P.; SCOTTI, R.; BOTTINO, M. A.; NEISSER, M. P. Effect of ceramic surface treatment on the microtensile bond strength between a resin cement and an alumina-based ceramic. **J. Adhes. Dent.**, v. 6, p. 327-332, 2004.

YANOCOGLU, N. The repair methods for fractured metal porcelain restorations: a review of the literature. **Eur. J. Prosthodont. Rest. Dent.**, v. 12, n. 4, p. 161-165, Dec. 2004.

YOSHIDA, K.; TSUO, Y.; ATSUTA, M. Bonding of dual-cured resin cement to zirconia ceramic using phosphate acid ester monomer and zirconate coupler. **J. Biomed. Mater. Res. B: Appl. Biomater.**, v. 77, p. 28-33, 2006.