

EVALUAREA INTERFEȚEI CIMENT AUTOADEZIV-MASE CERAMICE PRIN TESTE DE FORFECARE

THE SHEAR BOND STRENGTH OF SELF- ADHESIVE RESIN CEMENTS TO DENTAL CERAMICS

DANIELA AURELIA PÎRVU* , BOGDAN MIHAI GĂLBINAȘU, ION PĂTRAȘCU,
CRISTINA FLORENTINA PÎRVU ¹, DAN NIȚOI ²

¹U.M.F. „Carol Davila“, Str. Dionisie Lupu nr. 37, sector 1, București, România

²Universitatea Politehnica București, Str. Gh.Polizu nr.1, sector 1, București, România

Cimenturile autoadezive reprezintă o clasă recentă de cimenturi pe bază de rășini concepute pentru fixarea restaurărilor protetice la țesuturile dentare. Comparativ cu cimenturile pe bază de rășini compozite clasice ele sunt mai atractive pentru medicii dentiști deoarece nu necesită o condiționare prealabilă a substraturilor. Pe de altă parte, performanțele lor adezive sunt mai puțin evaluate și testate clinic, ceea ce determină o rezervă în folosirea lor.

Scopul acestui studiu este de a evalua comparativ rezistența la forfecare a adeziunii obținute cu trei cimenturi rășinice autoadezive: MaxcemElite (Kerr)- ME, Biscem (Bisco)- BC, Rely XU100 (3MEspe)- RU și un ciment rășinic clasic: Variolink II (Ivoclar)-VL pe două substraturi: ceramică presată și zirconă. Rezultatele evaluate prin testul one-way Anova nu indică diferențe statistice semnificative între cele patru cimenturi în ceea ce privește adeziunea la ceramica presată, mediile valorilor rezistenței la forfecare obținute fiind de: 14,33 MPa (SD±4,16)- ME, 17,55 MPa (SD±6,45)- BC; 21,45 MPa (SD±5,46)- RU și 21,40 MPa (SD±4,38)- VL. Există însă diferențe între mediile valorilor rezistenței la forfecare ale celor patru grupe de cimenturi analizate (probabilitatea $p < 0.0001$), privind adeziunea la zirconă: 4,9 MPa (SD±0,61)- ME; 10,84 MPa (SD±0,25)- BC; 8,2 MPa (SD±0,24)- RU și de 15,65 MPa (SD±1,07)- VL.

Self- adhesive cements are the most recent class of cements based on resin composites designed to secure the prosthetic restorations to dental tissues. Comparatively to classic cements based on resins, they are more attractive to dentists because there is no requirement for a preconditioning of the substrates. Nevertheless, their adhesive performance has been less evaluated.

The purpose of this study is to evaluate and compare the shear bond strength of the three resin self- adhesive cements: MaxcemElite (Kerr)- ME, Biscem (Bisco)- BC, Rely XU100 (3MEspe)- RU and a classic version of resin cement - Variolink II (Ivoclar)- VL to ceramic substrates: glass matrix and zirconia.

The results evaluated by one-way ANOVA test indicated no statistically significant differences among the four cements in terms of adhesion to glass ceramics – the means of the values were: 14.33 MPa (SD±4.16)- ME, 17.55 MPa (SD±6.45)- BC, 21.45 MPa (SD±5.46)- RU and 21.40 MPa (SD±4.38)- VL. There are differences among the means of the values of the four groups analyzed (probability $p < 0.0001$), the adhesion to zirconia: 4.9 MPa (SD±0.61)- ME, 10.84 MPa (SD±0.25)- BC, 8.2 MPa (SD±0.24)- RU and 15.65 MPa (SD±1.07)- VL.

Keywords: composite cements, glass ceramics, zirconia, shear bond strength

1. Introducere

Evoluția maselor ceramice dentare și a tehnologiilor de obținere ale acestora a condus spre utilizarea din ce în ce mai largă a restaurărilor total ceramice, în detrimentul celor metalo-ceramice. Avantajele oferite de aceste materiale sunt legate în primul rând de gradul estetic ridicat și de biocompatibilitate. Restaurările metalo-ceramice pierd teren în fața restaurărilor total ceramice, cauza principală fiind apariția metalozelor generate de componenta metalică.

Restaurările total ceramice pun noi probleme medicilor dentiști în ceea ce privește fixarea lor pe preparațiile dentare. Practicienii trebuie să aleagă între un ciment de fixare clasic și un ciment modern pe bază de rășini, din categoria cimenturilor autoadezive.

Cimenturile autoadezive au apărut în practica dentară din dorința de a simplifica protocolul de lucru prin eliminarea etapelor de condiționare a

1. Introduction

The evolution of dental ceramic masses and technologies for their use led to increasingly broader all-ceramic restorations at the expense of metal- ceramic. The advantages of these materials are primarily related to the degree of high aesthetics and biocompatibility. Metal- ceramic restorations are losing out to all- ceramic restorations; the main cause is the emergence of metalosis, generated by the corrosive reaction of the metal components.

All ceramic dental restorations rise- up new problems to practitioners as in terms of their attachment to the dental preparation. Therefore, the practitioners must choose between a classic cement adherence and modern cement based on resins, from the self- adhesive cement category.

Self- adhesive cements in dental practice have appeared in the desire to simplify the protocol by eliminating the conditioning steps of the hard

* Autor corespondent/Corresponding author,
Tel. +40 0723424206.e-mail: danielaa@rdslink.ro

țesuturilor dure dentare. Fixarea cu un ciment rășinic convențional implică demineralizarea smalțului și a dentinei cu acid fosforic 37%, aplicarea unui primer și a unui adeziv pe bază de rășini. Cimenturile autoadezive nu necesită aceste etape de pregătire a substraturilor dentare, având sistemul adeziv înglobat în compoziția chimică.

În ceea ce privește legătura cu ceramica, producătorii indică aceste cimenturi pentru toate tipurile de restaurări ceramice, fără să precizeze întotdeauna și protocolul de condiționare a suprafețelor. Modul în care ele interacționează cu țesuturile dentare și masele ceramice constituie subiectul multor cercetări actuale. În condițiile stabilirii unui protocol clar de condiționare a restaurărilor ceramice, variabila care rămâne de controlat ar fi cea clinică, legată de pregătirea suprafețelor dentare.

Mecanismul de adeziune a cimenturilor pe bază de rășini la masele vitroceramice are la bază retenționarea mecanică a rășinii în microneregularitățile obținute prin sablare și gravaj acid și în plus o adeziune chimică prin silanizare. Mai multe studii au arătat că prin sablare cu particule de alumina de 50μm, gravaj cu acid fluorhidric 4,5% sau 9% și aplicarea unui silan se obțin cele mai bune rezultate [1,2].

Adeziunea cimenturilor pe bază de rășini la zirconă pune încă probleme, deoarece este greu de obținut o retenție mecanică prin sablare sau gravaj acid. S-a demonstrat că gravajul acid nu are nici un efect pe zirconă [3-6], iar sablarea este discutabilă. Producătorii de zirconă pentru restaurări protetice nu recomandă sablarea [7,8] deoarece se presupune că microneregularitățile create pot fi locuri de propagare a fisurilor care ar compromite rezistența mecanică a restaurării. Pe de altă parte, majoritatea studiilor de evaluare a interfețelor ciment-zirconă se fac după sablare, fiind considerată o metodă eficientă, mai ales dacă este urmată de silanizare [9-12].

Cimenturile autoadezive reprezintă ultima generație de cimenturi pe bază de rășini apărute, dar performanțele lor sunt mai puțin evaluate. Scopul acestui studiu este de a evalua rezistența la forfecare a patru cimenturi (trei autoadezive și unul cu gravaj acid separat) și două tipuri de mase ceramice care se folosesc curent în practica dentară: o vitroceramică presată și zirconă.

2. Materiale și metodă

În acest studiu se evaluează comparativ rezistența la forfecare a interfețelor dintre cele trei cimenturirășinice autoadezive: MaxCemElite (Kerr)- ME, Biscem (Bisco)- BC, Rely XU100 (3MEspe)- RU și un ciment rășinic, cu gravaj acid separat: Variolink II (Ivoclar Vivadent)- VL și două substraturi ceramice: o vitroceramică pe bază de cristale de disilicat de litiu- IPSe.max Press

dental tissues. As it is known, that fixation with conventional cement based on resins involves etching the enamel and the dentin with phosphoric acid 37% and applying a primer and adhesive resins. Self- adhesive cements do not require these steps to prepare the dental substrates, since the adhesive system is being embedded in the chemical composition.

Regarding the contact with ceramics, the producers indicate these kinds of cements for all ceramic restorations, without specifying the surface conditioning protocol. The way they interact with dental tissues and ceramic masses represents the subject of much current research. Nevertheless, establishing a clear protocol for conditioning the ceramic restorations, remains a subject open to the clinical variable control as in terms of preparation of the dental surfaces.

The adhesion mechanism of the cements based on resins to ceramic masses with glassy matrix is based on the mechanical retention of the resin to the small irregularities obtained by sandblasting and etching, consecutively followed by silanization, which confers a chemical bond. There have been reported several studies to have shown that best results were conferred by blasting with particles of 50μm alumina, etching with 4.5% or 9% hydrofluoric acid and applying a silane [1.2].

The adhesion of the cements based on resins to zirconia still rises up difficulties, because it is demanding to obtain mechanical retention by sandblasting or etching. It has been shown that etching has no effect on zirconia [3-6], and blasting is questionable. Zirconia ceramic manufacturers do not recommend sandblasting [7,8] since it is assumed that during the process, the irregularities created may lead to propagation of cracks that would later on compromise the mechanical strength of the restoration. On the other hand, most of the assessments on the cement- zirconia interfaces are processed after blasting, since it has been considered an effective method, especially if followed by silanization [9-12].

The self- adhesive cements represent the last generation emerged, but their performances are less studied. The purpose of this study is to evaluate the shear bond strength of four cements (three of them being self- adhesive and etch-and-rinse one) to two types of ceramic masses that are currently being used in dental practice: a glass ceramic and zirconia.

2. Materials and methods

This study evaluates the comparative shear bond strength of the three self- adhesive cements: *MaxCemElite* (Kerr)- ME, *Biscem* (Bisco)- BC, *Rely XU100* (3MEspe)- RU and an

(Ivoclar Vivadent Inc.) și zirconă-Ceramill Zi (oxid de zirconiu tetragonal parțial stabilizat cu ytriu-Y-TZP) (AmmanGirrbach).

Compoziția chimică a cimenturilor studiate se găsește în tabelul 1

etch-and-rinse resin cement : *Variolink II* (Ivoclar Vivadent)- VL to two ceramic substrates: glass ceramic with lithium disilicate- *IPSe.max Press* (Ivoclar Vivadent Inc.) and zirconia *Ceramill Zi*(Y-TZP-partially stabilized tetragonal zirconia) (AmmanGirrbach).

Tabelul 1

Cimenturi Cements	Compoziția chimică / Chemical compositions
Maxcem Elite ^x	comonomeri de mono, di, multimetacrilat, GPDM-gliceroldimetacrilat dihidrogen fosfat, sticlă de aluminosilicat de Ba, F; nanoyterbiu fluoridă; nanosilica, sistem redox, camforochinonă[13] <i>mono, di and multi-methacrylate co-monomers, GPDM- glyceroldimethacrylate dihydrogen phosphate, barium aluminosilicate glass, fluoro aluminosilicate glass, nano/ytterbium fluoride, nanosilica, redox initiator system,, camphorquinon-based photoinitiator [13]</i>
BiscCem ^{x x}	TEGDMA trietilen glicoldimetacrilat , bisGMA bis-glicidilmetacrilat, monomeri dimetacriilați ne-polimerizați, bis(HEMA-hidroxiethylmetacrilat) fosfat, monomeri cu grupări fosfat, sticlă[13-15] <i>TEGDMA triethylene glycoldimethacrylate , bisGMA bis-glicidilmethacrylate, monomeri dimetacriilați ne-polimerizați, bis(HEMA-hidroxyethyl metacrylate) fosfat, glass filler[13-15]</i>
RelyXU100 ^{x x x}	dimetacrilat (bis GMA/ TEGDMA) metacrilat cu ester de acid fosforic, sticlă de Al-Si-Na, Sr, La , silica, hidroxid de calciu, fluoridă pirimidină, compuși peroxidici[13,14,16] <i>dimethacrylate (bis GMA/ TEGDMA), methacrylated phosphoric ester , glassAl-Si-Na, Sr, La , silica, calcium hydroxide, substituted pyrimidine, peroxy compound [13,14,16]</i>
Variolink II ^{x x x x}	bis-GMA ,UDMA-uretan dimetacrilat, TGDMA ,peroxid de benzoil[17] <i>bis-GMA ,UDMA-uretan dimethacrylate, TGDMA ,peroxid de benzoil[17]</i>

^x Kerr, Orange, CA, USA ^{x x} Bisco Inc., Schaumburg, IL, USA ^{x x x} 3M ESPE, St. Paul, MN, USA ^{x x x x} IvoclarVivadent Inc.

Probele de ceramică obținute prin presarea unui lingou au fost prelucrate cu discuri diamantate astfel încât să se obțină câte o suprafață plană și să poată fi introduse în inele metalice de inox cu diametrul de 8 mm și înălțimea de 10 mm. Probele de zirconă s-au obținut prin frezarea dintr-un bloc de zirconă nesinterizat pentru a obține suprafețe plane și a putea fi introduse în aceleași tip de inele. După prelucrare, acestea din urmă au fost sinterizate conform protocolului indicat de producător. S-au obținut astfel 24 de probe: 12 cu vitroceramică și 12 cu zirconă. Fiecare grup a fost împărțit în patru subgrupuri de câte trei probe. Pe suprafețele ceramice expuse au fost fixate discuri de rășină compozită fotopolimerizată (Filtek Z 250 3MEspe) cu diametrul de 5mm și grosimea de 3mm.

Specific compositions for commercial cements are summarized in Table 1.

The glass ceramic samples obtained by pressing a ceramic ingot were processed using diamond disc in order to obtain a flat surface and each can be placed in the stainless steel rings with a diameter of 8 mm and 10 mm height. The zirconia samples were obtained by milling in a ceramic block that was not sinterised, in order to get flat and can be placed in the same type of rings. After processing the latter ones, they were sinterised according to the protocol specified by the manufacturer. Thus, there were obtained 24 samples: 12 with glass ceramics and 12 with zirconia. Each group was divided into four subgroups of three samples.

Tabelul 2

Cimenturi Cements	Condiționare vitroceramică Conditioning glassceramic	Condiționare zircon Conditioning zirconia
Maxcem Elite ^x BiscCem ^{x x} RelyXU100 ^{x x x}	-sablare cu oxid de aluminiu de 50μm, presiune 2 bari <i>-Blasting with 50μm aluminum oxide, 2 bar pressure</i> -HF 9% 1-2 min., spălare <i>-HF 9% 1-2 min., washing</i> -silanizare Bissilan(Bisco), uscare <i>-Silanization Bissilan (Bisco), drying</i> -preparare ciment / cement-preparation -fotopolimerizare 2 sec. / light- curing 2-sec -îndepărtare exces / removal of excess -fotopolimerizare 40 sec. / light- curing 40 sec	-aplicare Z prime plus(Bisco), uscare <i>Application Z-prime plus (Bisco), drying</i> -preparare ciment / cement-preparation -fotopolimerizare 2 sec. / light- curing 2-sec -îndepărtare exces / removal of excess -fotopolimerizare 40 sec. / light- curing 40 sec
Variolink II ^{x x x x}	-sablare cu oxid de aluminiu de 50μm, presiune 2 bari <i>-Blasting with 50μm aluminum oxide, 2 bar pressure</i> -HF 9% 1-2 min.;spălare <i>HF 9% 1-2 min., washing</i> -silanizare Monobond plus, uscare <i>-Silanization Monobond plus (Ivoclar-Vivadent) , drying</i> - aplicare adeziv Excite F Dsc <i>- Excite F DSC adhesive application</i> -preparare ciment / cement-preparation -fotopolimerizare 2 sec. / light- curing 2-sec -îndepărtare exces / removal of excess -fotopolimerizare 40 sec. / light- curing 40 sec	-silanizare Monobond plus, uscare <i>-Silanization Monobond plus(Ivoclar-Vivadent) , drying</i> -aplicare adeziv Excite F Dsc <i>-Excite F DSC(Ivoclar-Vivadent) adhesive application</i> -preparare ciment / cement-preparation -fotopolimerizare 2 sec. / light- curing 2-sec -îndepărtare exces / removal of excess -fotopolimerizare 40 sec. / light- curing 40 sec

^x Kerr, Orange, CA, USA ^{x x} Bisco Inc., Schaumburg, IL, USA ^{x x x} 3M ESPE, St. Paul, MN, USA ^{x x x x} IvoclarVivadent Inc.

Fixarea s-a efectuat cu cele trei cimenturi autoadezive pe primele trei grupuri: MaxCem Elite(ME), Biscem(BC) și Rely X U100 (RU). Pe suprafețele probelor din cel de-al patrulea grup au fost fixate discurile de compozit cu Variolink II(VL), care este un ciment cu gravaj acid separat, acesta fiind considerat grupul martor. Fixarea s-a efectuat conform tabelului 2.

Toate cele 24 de probe au fost supuse termociclării, o metodă de îmbătrânire artificială conform ISO TR 11450. Termociclarea s-a efectuat prin trecerea alternativă a probelor prin două băi cu apă la temperaturi de 5°C și 55°C, realizându-se 500 de astfel de cicluri. Inelele metalice cu probele sunt introduse într-un dispozitiv special conceput, care se fixează într-o mașină universală de testări mecanice. Pe discul de compozit s-au aplicat forțe astfel încât să fie solicitată interfața, până s-au desprins (fig.1 și 2).

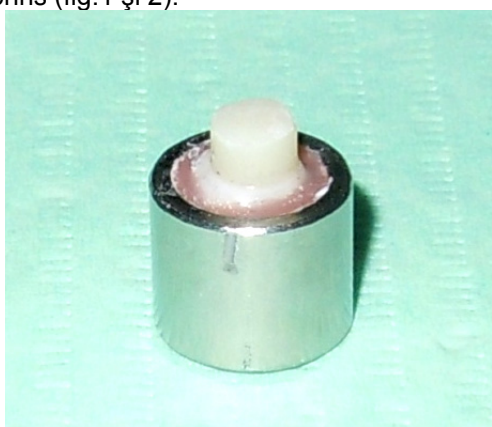


Fig.1 - Probă de testat / Sample in use.

3. Rezultate

Valorile medii ale rezistenței la forfecare la interfața ciment autoadeziv-vitroc ceramică obținute au fost: 14,33 MPa (SD±4,16) pentru ME; 17,55 MPa (SD±6,45) pentru BC; 21,45 MPa (SD±5,46) pentru RU și de 21,40 MPa (SD±4,38) pentru VL (fig. 3 - 6). În figurile 3-6 sunt înregistrate forțele la care interfețele au cedat (exprimate în Newtoni) și deformarea acestora până la rupere (în mm).

Valorile au fost prelucrate statistic prin testul one-way Anova [6], care nu indică diferențe statistic semnificative între cele patru cimenturi în ceea ce privește adeziunea la vitroc ceramică. Acest rezultat semnifică faptul că nu este atât de important tipul de ciment rășinic, ci modul de condiționare a suprafeței ceramice și porozitatea acesteia. Cu toate acestea se observă că s-au obținut valori mai bune ale adeziunii cu cimentul RU, ele fiind aproape identice cu cele obținute cu cimentul martor VL. Cimenturile ME și BC au prezentat valori ceva mai mici.

Valorile medii ale rezistenței la forfecare la interfața ciment autoadeziv-zirconă obținute au fost: 4,9 MPa (SD±0,61) pentru ME,

Exposed ceramic surfaces were set with light-curing composite resin disc (*Filtek Z 250 3MEspe*) 5mm diameter and 3mm thick. Fixation was performed with three self-adhesive resin cements on the first three groups: *MaxCem Elite* (ME), *Biscem* (BC) and *Rely X U100* (RU). On the evidence surfaces of the fourth group were fixed the composite disks using *Variolink II* (VL), which is an etch- and- rinse resin cement, which is considered the control group. Fixation was done according to Table 2.

All 24 samples were subjected to thermo-cycling, with temperatures ranges of 5 ° C and 55 ° C, 500 cycles. According to the ISO TR 11450 standard the thermo-cycling was performed as an appropriate artificial aging test. The metallic rings containing the samples are placed in a specially



Fig.2 - Testarea rezistenței la forfecare a interfețelor. The shear bond strength test.

designed device that is fixed in a universal test machine shearing resistance. The composite disc forces were applied so that the required interface broke up (Fig.1 and 2).

3. Results

The mean shear bond strength of the resin cements to glass ceramic obtained were: 14.33 MPa (SD±4.16) for ME; 17.55 MPa (SD±6.45) for BC; 21.45 MPa (SD±5.46) for RU and of 21.40 MPa (SD±4.38) for the VL (Fig. 3 - 6).

These values were processed statistically with the one-way ANOVA test [6]. Test results indicate no statistically significant differences between the four cements in terms of adhesion to glass ceramics. This result means that it is not that important the type of the resin cement, rather the way the glass ceramic surface was conditioned and the ceramic porosity. However, it has been observed that there were better values obtained with the RU cement, being almost identical to those obtained with the cement VL witness. The ME and BC cements showed somewhat lower values.

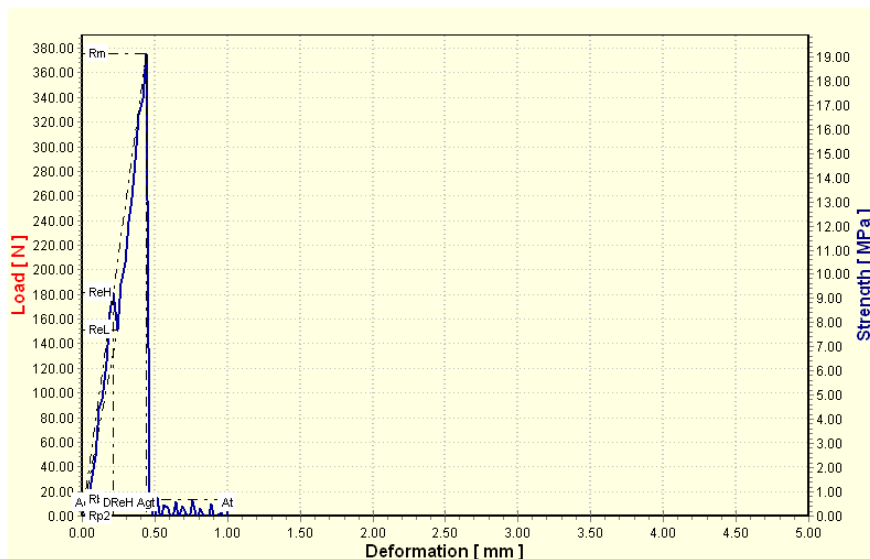


Fig. 3 - Rezistența la forfecare a interfeței ME-ceramică presată (valoare maximă-19,14 MPa).
Shear bond strength of ME to pressed ceramic (the highest value recorded-19.14 MPa).

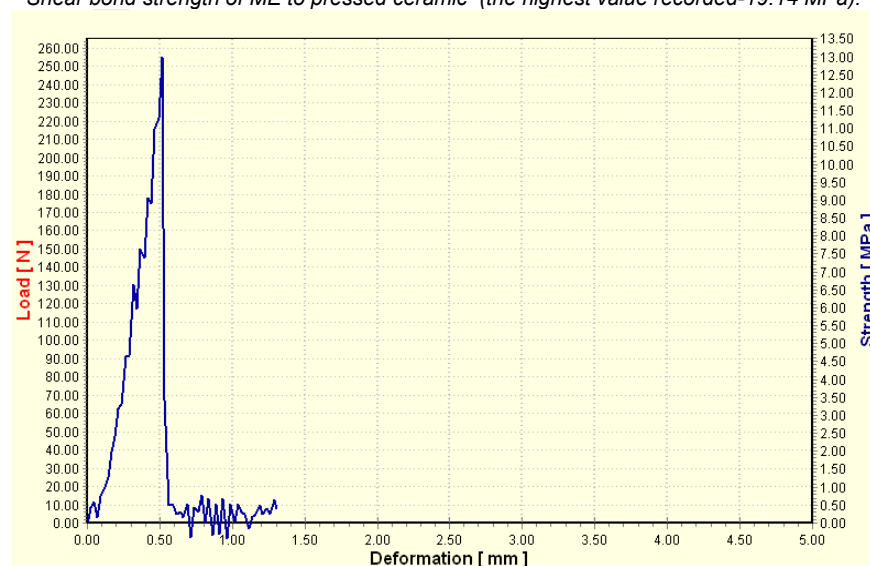


Fig. 4 - Rezistența la forfecare a interfeței BC-ceramică presată(valoare minimă-12,99 MPa).
Shear bond strength of BC to pressed ceramic (the lowest value recorded 12.99 MPa).

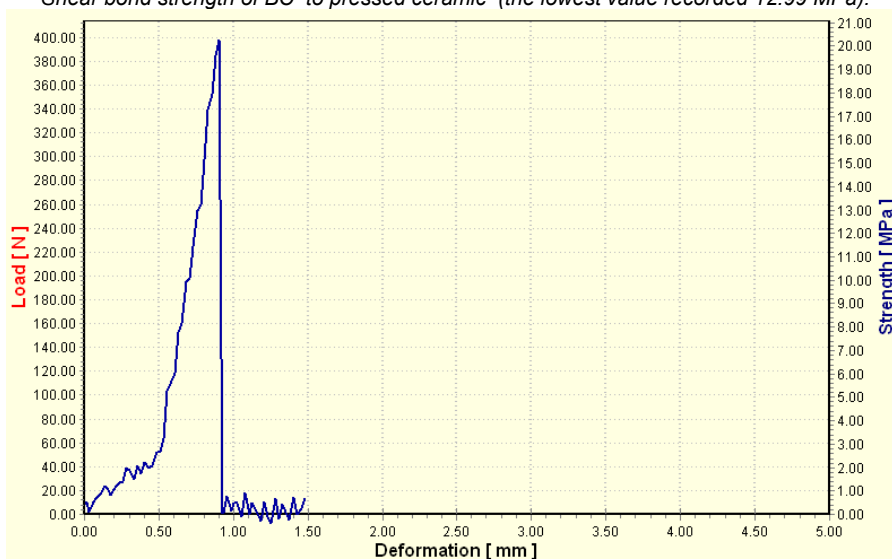


Fig. 5 - Rezistența la forfecare a interfeței RU-ceramică presată (valoare medie - 20,27 MPa).
Shear bond strength of RU to pressed ceramic (average value close to 20.27 MPa).

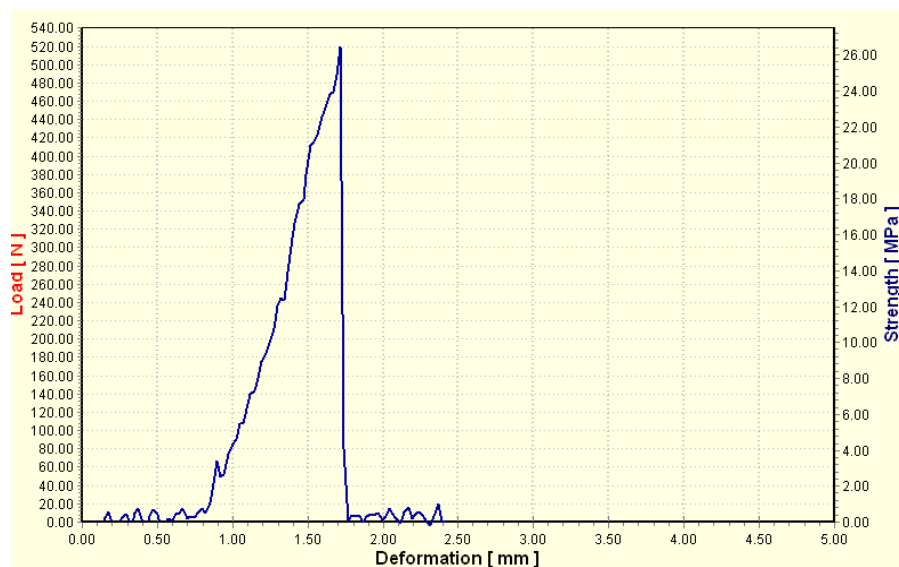


Fig. 6 - Rezistența la forfecare a interfeței VL-ceramică presată (valoarea maximă-27,47 MPa).
Shear bond strength of VL to pressed ceramic (the highest value recorded-27.47MPa).



Fig. 7 - Rezistența la forfecare a interfeței BC-zirconA (valoarea maximă -13,58 MPa).
Shear bond strength of ME to zirconia (the maximum value -13.58 MPa).

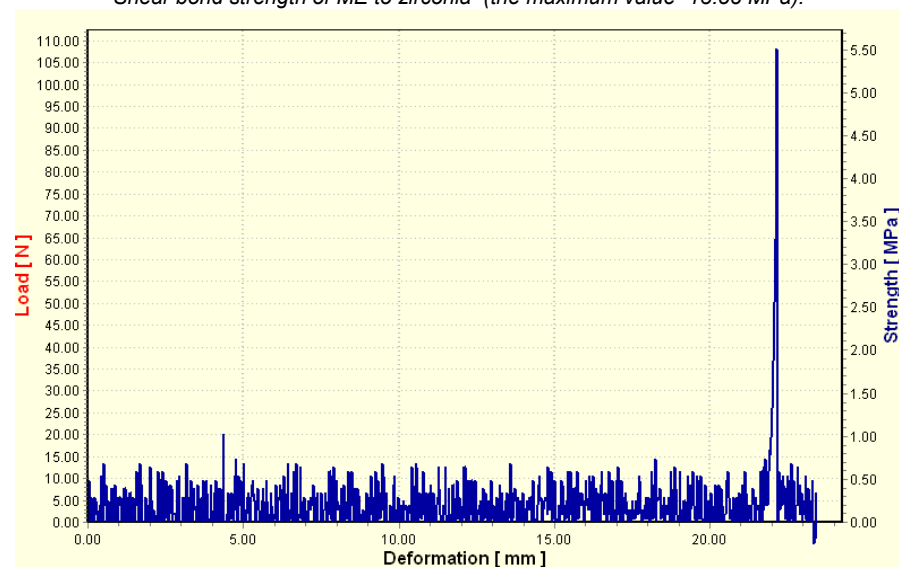


Fig. 8 - Rezistența la forfecare a interfeței ME-zirconia (valoarea maximă -5,51 MPa).
Shear bond strength of BC to zirconia (-5.51 MPa maximum).

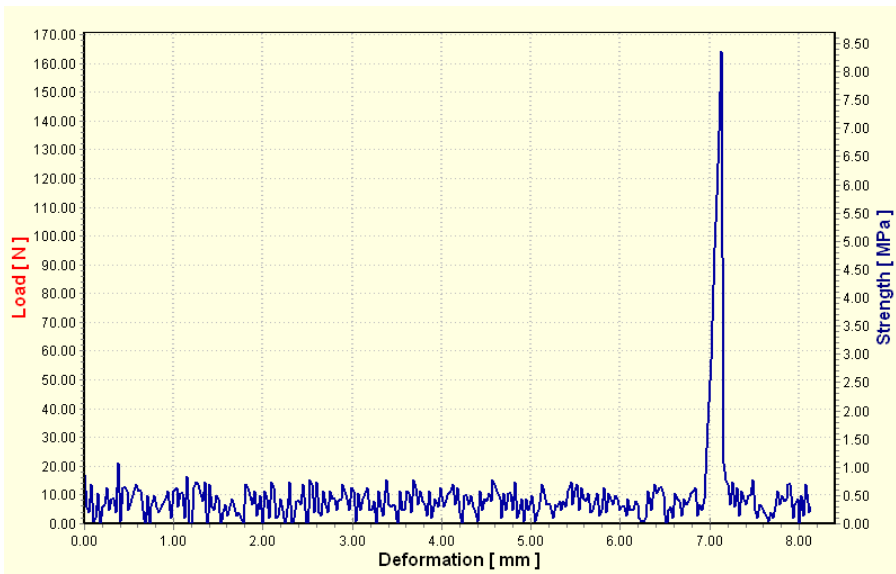


Fig. 9 - Rezistența la forfecare a interfeței RU-zirconia (valoarea maximă -8,36 MPa).
 Shear bond strength of RU to zirconia (the maximum value -8.36 MPa).

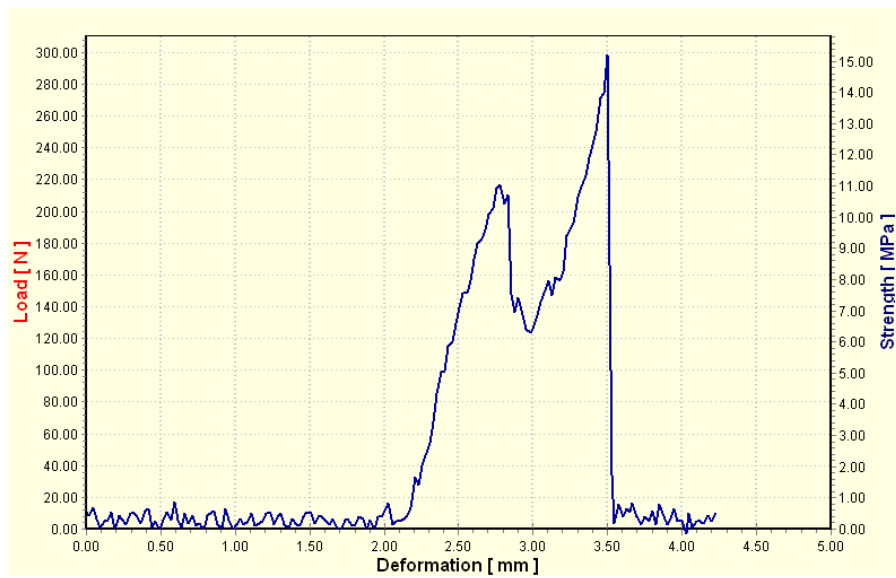


Fig. 10 - Rezistența la forfecare a interfeței VL-zirconia (valoarea medie-15,21 MPa).
 Shear bond strength of VL to zirconia (mean - 15.21 MPa).

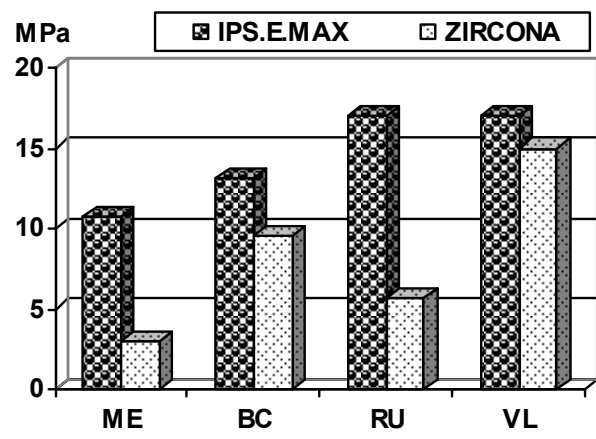


Fig.11 - Valorile mediile ale rezistenței la forfecare la interfețele celor patru cimenturi cu vitroceramică presată și respectiv zirconă.
 The mean of the values for shear bond strength of the four resin cements to ceramic glass and zirconium, respectively.

10,84 MPa (SD±0,25) pentru BC; 8,2 MPa (SD±0,24) pentru RU și de 15,65 MPa (SD±1,07) pentru VL (fig. 7 - 10).

Testul one- way Anova indică diferențe statistic semnificative între mediile celor patru cimenturi analizate ($p < 0,0001$) în ceea ce privește adeziunea la zircona. Corecția Scheffe indică următoarele diferențe: între ME și VL o diferență a mediilor de 10,74 ($p < 0,0001$), între RU și VL o diferență a mediilor de 7,45 ($p = 0,002$). Cele mai mari valori s-au obținut pentru BC.

Probele fracturate au fost analizate la un stereomicroscop Stemi 2000-C (Zeiss) cu magnificație de 1,6. S-a observat că majoritatea fracturilor (10 din 12) pe interfețele ciment autoadeziv-vitroc ceramică au fost de tip mixt: adeziv-coezive (fig.12). În ceea ce privește interfața ciment autoadeziv-zircona majoritatea (10 din 12) fracturilor sunt adezive (fig.13).

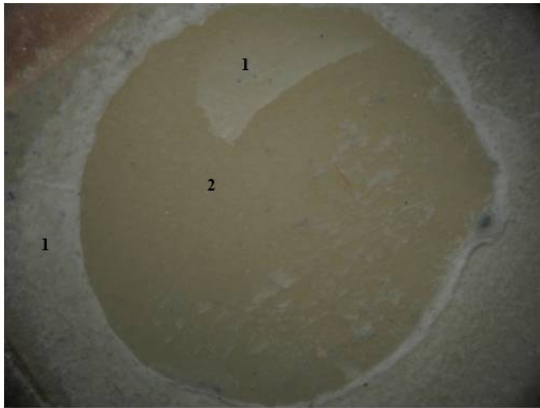


Fig.12 - Fractură mixtă: se observă urme de ciment (1) pe suprafața de vitroc ceramică (2) / Fracture mixed: traces of cement (1) can see on glassy surface (2).

Mean shear bond strength of the resin cements to zircona obtained were: 4.9 MPa (SD±0.61) for ME, 10.84 MPa (SD±0.25) for BC, 8.2 MPa (SD±0.24) for RU and of 15.65 MPa (SD±1.07) for the VL (Fig. 7 - 10).

The one- way ANOVA test indicated statistically significant differences among the means of values of the four cements analyzed ($p < 0.0001$) in terms of adhesion to zircona. The Scheffe correction shows the following differences: difference between ME and VL media of 10.74 ($p < 0.0001$) between RU and VL environments difference 7.45 ($p = 0.002$). The highest values were obtained for BC.

Fractured samples were analyzed in a Stemi 2000-C stereomicroscope Arms (Zeiss) with magnification of 1.6. It was observed that most of the fractures (10 of 12) of the self-adhesive resin cement - glass ceramic interfaces were mixed (adhesive-cohesive) (Fig. 12). As in terms of self-adhesive resin cement zircona interface, the majority (10 of 12) are adhesive fractures (Fig.13).

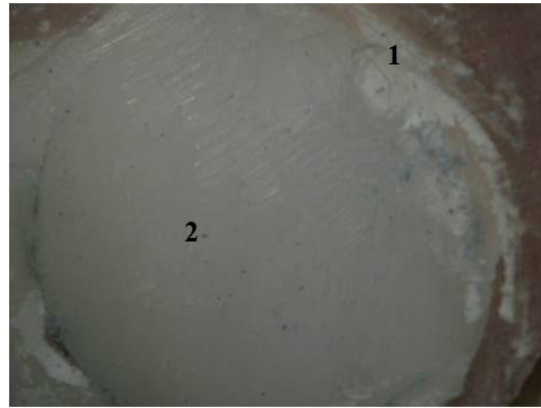


Fig.13 - Fractură adezivă: se observă suprafața de fixare la zircona (2) fără urme de ciment (1) / Adhesive fracture: fastening surface is observed surface free of cement (1) at zircona (2).

4. Discuții

O modalitate de evaluare a adeziunii este măsurarea rezistenței la forfecare a interfețelor țesuturi dentare-ciment autoadeziv și ciment autoadeziv-ceramică. Valorile rezistenței la forfecare ale diferitelor interfețe raportate de firmele producătoare ale cimenturilor autoadezive evaluate aici sunt contradictorii, probabil datorită condițiilor de studiu diferite. Acest fapt pune în dificultate medicul dentist atunci când trebuie să aleagă unul dintre aceste cimenturi.

Factorii care pot influența adeziunea unui ciment la un substrat ceramic sunt multipli și țin de compoziția chimică, manipulare și condiționarea substraturilor. Ca orice material rășinic un ciment pe bază de rășină este compus dintr-o matrice organică și o umplutură anorganică. Matricea organică a cimenturilor autoadezive este formată din monomeri convenționali care formează o rețea

4. Discussions

One way to assess the adhesion is the measurement of the shear bond strength of the self- adhesive resin cement to dental tissue and to ceramics. The values reported by companies producing self-adhesive resin cements evaluated here are contradictory, probably due to different study conditions. Therefore, this raises the difficulty when the dentist must choose one of these cements.

The factors that may influence the adhesion of cement to ceramic substrates are multiple and related to chemical composition, handling and packaging substrates. Like any other resin composite material, the cement based on resins is composed of organic matrix and inorganic fillers. Organic matrix is composed of self- adhesive cements that form a network of

prin polimerizare și monomeri cu grupări acide concepuți pentru adeziunea la substraturile dentare. Umplutura anorganică conferă proprietățile estetice și mecanice, iar în relație cu adeziunea influențează solubilitatea, vîscozitatea și grosimea filmului de ciment.

Valorile asemănătoare ale rezistenței la forfecare a interfețelor cimenturilor autoadezive-mase ceramice studiate arată că adeziunea la o vitroceramică nu variază cu tipul de ciment, fiind o adeziune mecanică care are la bază penetrarea rășinii microneregularităților rezultate din sablare și gravaj acid. Aplicarea silanului permite și obținerea unor legături chimice. Prezența umpluturii silanizate în RU ar putea fi explicația pentru valorile ceva mai mari obținute în cazul acestui ciment, comparativ cu celelalte două cimenturi autoadezive. Aplicarea separată a adezivului cu vîscozitate mică conduce la un grad mai mare de umețare, o mai bună penetrare și o mai bună legătură cu silanii la fixarea cu VL. Prin prezența umpluturii anorganice cimenturile autoadezive prezintă o vîscozitate mai mare și ca urmare o mai slabă umețare a substratului comparativ cu cea obținută prin aplicarea separată a adezivului (VL).

Faptul că gravajul cu acid fluorhidric nu are nici un efect pe zircona stabilizată parțial cu ytriu este bine demonstrat [3-6]. Dacă admitem că nici sablarea cu alumina nu produce asperități pe substratul de zirconă, sarcina adeziunii rămâne pe seama legăturilor chimice. Cel mai apreciat monomer, cunoscut că aderă chimic de substraturile metalice și implicit de zirconă este un organofosfat 10-MDP (10-metacrilolil oxidecil dihidrogen fosfat). Teoretic, pentru a se lega chimic de oxidul de zirconiu un ciment ar trebui să conțină monomeri cu grupări fosfat. Dacă acesta nu conține un astfel de monomer, ar trebui ca substratul să fie anterior condiționat cu un primer care conține monomer fosfat. Altfel nu ar avea loc o adeziune chimică, ci numai o umplere mecanică a spațiului microscopic dintre dinte și restaurare. Producătorii recomandă astfel de cimenturi pentru fixarea restaurărilor din zirconă fără însă a preciza dacă se condiționează sau nu suprafața.

Un alt aspect îl constituie prezența monomerilor hidrofilii în compoziția cimenturilor autoadezive care pot conduce la degradarea hidrolitică a cimentului (simulată experimental prin termociclare), mai mare decât în cazul cimenturilor rășinice clasice. Analizând compoziția chimică a cimenturilor autoadezive cuprinse în studiu, atât cât a fost permis folosind datele furnizate de firmele producătoare, regăsim următorii monomeri hidrofilii: GPDM [13] în ME, TEGDMA [13,14] și bis HEMA-fosfat [13,14] în BC și TEGDMA [13,14] în RU. Studiul comparativ al lui Han, privind degradarea hidrolitică a ME și RU a arătat un comportament mai bun pentru RU, în concordanță cu rezultatele studiului nostru [18].

conventional monomers by polymerization and monomers with acid groups designed for adhesion to tooth substrates. The inorganic fillers confer mechanical and aesthetic properties and in relation to adherence, they influence solubility, viscosity and film thickness of cement.

Similar values of shear bond strength of the self-adhesive resin cements to masses ceramics studies show that adherence to a glassy ceramic matrix does not vary with the type of cement; the mechanical adhesion is based on the ability of the resin to penetrate the small irregularities revealed by sandblasting and etching. Furthermore, the silane application allows obtaining chemical bonds. The presence in RU of the silanised filling could be the explanation for the somewhat higher values obtained for the cement, compared with the other two self-adhesive cements. Separate application of adhesive with low viscosity leads to a greater degree of wetting, improved penetration and bonding to the silans on fixation with VL. Through the presence of inorganic filler, the self-adhesive cements have a higher viscosity and therefore, a weaker wetting of the substrate compared with that obtained by applying a separate adhesive (VL).

It has been well documented the fact that the etching with hydrofluoric acid has no effect on zirconia Y-TZP [3-6]. If we admit that neither blasting with alumina on zirconia substrate produces roughness, the demand remains on the account of the chemical bonds. The most appreciated monomer, known as chemically adherent to metal substrates and default zirconia, is an organophosphate 10-MDP (10-dihydrogen phosphate methacryloxydecyl). Theoretically, in order for a cement to bind chemically to zirconia, it should contain monomers with phosphate groups. If it does not contain such a monomer, the substrate should be preconditioned with a primer containing phosphate monomer. Otherwise, there would be no chemical bond, only a mechanical fill of the microscopic space between the tooth and restoration. The manufacturers recommend such cements for fixation of zirconia restorations without specifying whether or not the surface of zirconia should be conditioned.

Furthermore, one other aspect is represented by the presence of hydrophilic monomers in the composition of self-adhesive cements that can lead to hydrolytic degradation of the cement (experimentally simulated by aging thermo-cycling), higher than for conventional resin cements. Analyzing the chemical composition of adhesive cements in the study, as far as producing firms were allowed, we found the following hydrophilic monomers: GPDM (dihydrogen phosphate glyceroldimethacrylate) [13] in ME, TEGDMA (triethylen glycoldimethacrylate) [13,14]

Monomerii hidrofili cu grupări fosfat sunt introduși pentru a demineraliza țesuturile dure dentare și a adera la acestea. Dacă o parte din acești monomeri cu grupări fosfat se fixează și de zirconă și cât de repede sunt ei neutralizați de umplutura anorganică sunt întrebări la care încă nu s-a răspuns. Dacă acest fenomen nu are loc înseamnă că aceste cimenturi nu produc decât o umplere mecanică și o adeziune fizică ca orice alt tip de ciment.

Ca urmare, cimenturile autoadezive vor fi preferate altor cimenturi nu pentru proprietățile lor adezive, ci pentru alte beneficii pe care le oferă:

-comparativ cu cimenturile pe bază de rășini compozite clasice: scurtaarea timpilor operatori, sensibilitate postoperatorie mai mică, preț de cost mai mic;

-comparativ cu cimenturile ionomere de sticlă: grad mai mic de solubilitate, proprietăți mecanice și estetice mai bune.

Primerul Primer Zplus(Bisco) folosit în acest studiu este unul conceput special pentru condiționarea suprafețelor metalice și de zirconă, deci ar trebui să conțină un organofosfat. Din datele furnizate de fabricant reiese că acesta conține: bisfenil dimetacrilat, hidroxietil dimetacrilat și etanol [19]. În alt grup de informații furnizate de firmă conține monomeri carboxilici și fosfat [20] care ar trebui să producă o legătură chimică cu oxidul de zirconiu. Cele mai multe informații furnizate de producători sunt incomplete; nu se specifică dacă la utilizarea unui ciment autoadeziv care conține monomeri cu grupări acide este necesară sau nu aplicarea unui primer.

Faptul că toate cimenturile autoadezive prezintă valori mai mici ale rezistenței la forfecare comparativ cu un ciment clasic cu sistem adeziv separat se poate datora prezenței monomerilor hidrofili care suferă o mai mare degradare hidrolitică și unei umectări mai bune a substratului prin aplicarea separată a adezivului.

5. Concluzii

Adeziunea cimenturilor autoadezive studiate la ceramică este asemănătoare și prezintă valori apropiate de adeziunea cimenturilor pe bază de rășini compozite cu sistem adeziv separat. Adeziunea la zirconă este inferioară celei la vitroceramică, variază cu tipul de ciment folosit și rămâne un subiect deschis pentru viitoarele cercetări. Dintre cimenturile autoadezive studiate cea mai mare valoare a rezistenței la forfecare a interfeței ciment autoadeziv-zirconă a prezentat-o Biscem (Bisco).

REFERENCES

1. Oh. Won-suk, and C.P. Chiayi Shen, Effect of surface topography on the bond strength of the composite to three different types of ceramic, Journal of Prosthetic Dentistry 2003, **90**, 241.

and bis (HEMA -hidroxyethyl methacrylate) phosphate [13,14] in BC and TEGDMA (13:14) in RU. In according, Han's comparative study on hydrolytic degradation of ME and RU showed a better behavior for RU, which was consistent with our findings [18].

Hydrophilic monomers with phosphate groups are introduced to demineralize the hard dental tissues and join them. If some of these monomers with phosphate groups is fixed to zirconium oxide, and how quickly they are neutralized by inorganic fillers are questions still unanswered. On the other hand, if this phenomenon does not occur, this would lead to the idea that these cements produce only a mechanical fill and a physical adhesion as any other cement adhesion. As a result, they will be preferred to other cements not for their adhesive properties, but for other confined benefits:

- Compared to classic cements based on resins: shorter operating time, postoperative lower sensitivity, lower cost price;

- Compared with glass cements ionomers: lesser degree of solubility, mechanical properties and better aesthetics.

The *Z-plus Primer (Bisco)* used in this study is specifically designed for conditioning both zirconia and metal surfaces, so it should contain organophosphates. From the data provided by the manufacturer it has been shown that it contains: bisphenil dimethacrylate, hydroxiethyl dimethacrylate and ethanol [19]. In another group of information supplied by the manufacturers, the primer contains carboxylic and phosphate monomers [20], which should produce a chemical bond with the zirconia. Nevertheless, most of the information provided are incomplete, since they do not specify whether at the use of a self-adhesive cement (containing monomers with acid groups) is would be necessary to either apply a primer, or not.

The fact that all self-adhesive cements have lower values of shear bond strength versus classical adhesive system cement separately, may be due to the presence of hydrophilic monomers which undergo greater hydrolytic degradation and a better wetting of the substrate by consecutively applying the adhesive.

5. Conclusions

The adherence of self-adhesive cements to glass ceramic assessed is similar and has values close to the bonding of cements based on resins with separate adhesive system. The adhesion to zirconia is lower than to the glass ceramic and varies with the type of cement used. Ultimately, it remains an open discussion for further research. The self-adhesive *Biscem*

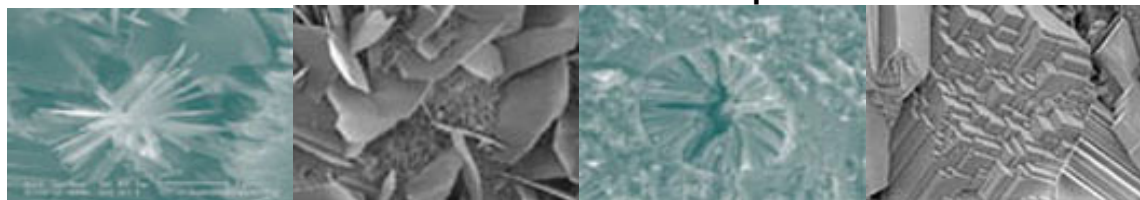
2. J. Pisani-Proenca, M.C.G. Erhardt, L.F. Valandro, G. Gutierrez-Aceves, M.V. Bolanos-Carmona, R. Del Castillo-Salmeron, and M.A. Bottino, Influence of ceramic surface conditioning and resin cements on microtensile bond strength to a glass ceramic, *J. Prosth. Dent.* 2006, **96**, 412.
3. F. Zarone, R. Sorrentino, F. Vaccaro, T. Traini, S. Russo, and M. Ferrari, Acid etching surface treatment of feldspathic, alumina and zirconia ceramics: a micromorphological semanalysis, *International Dentistry South Africa*, 2006, **8**(3), 20.
4. G. Eliades, D.C. Watts, and T. Eliades, *Dental Hard Tissues and Bonding-Interfacial Phenomena and Related Proprieties* 2005
5. G.A. Borges, A.M. Sophr, M. Fernando de Goes, L.C. Sobrinho, and D.C.N. Chan, Effect of etching and airborne particle abrasion on the microstructure of different dental ceramics, *Journal of Prosthetic Dentistry* 2003, **89**, 479.
6. M. Özcan, and P.K. Vallittu, Effect of surface conditioning on the bond strenght of luting cement to ceramic, *Dent. Mater.* 2003, **19**, 725.
7. M. Özcan, H. Nijhuis, and L.F. Valandro, Effect of Various Surface Conditioning Methods on the Adhesion of Dual-cure Resin Cement with MDP Functional Monomer to Zirconia after Thermal Aging, *Dental Materials Journal* 2008, **27**, 99.
8. O. Kumbuloglu, L.V.J. Lassila, A. User, and P.K. Vallittu, Bonding of resin composite luting cements to zirconium oxide by two air-particle abrasión methods, *Oper. Dent.* 2006, **31**, 248.
9. R. Giordano, and C.E. Sabrosa, *Zirconia*, Material Background and Clinical Aplication, *Compendiu* 2010, **31**,710.
10. P. Ru Liu, A Panorama of Dental CAD/CAM Restorative Systems., *Compendiu* 2005, **26**, 507.

(Bisco) presented the highest value of shear bond strength to zirconia.

11. S. Jivraj, Kim Tae Hyung, and T.E. Donovan, Selection of Luting Agents, *Journal of The California Dental Association*, 2006, **34**, 149.
12. M. Kern, A. Barloi, and B. Yang, Surface Conditioning Influences Zirconia Ceramic Bonding ,*J. Dent. Res.* 2009, **88**, 817.
13. J.L.Ferracane, J.W. Stansbury and F.J.Burke: Review Article- „Self-adhesive resin cements-chemistry, properties and clinical consideration“, *Journal of Oral Rehabilitation*, 2011,**38**, 295.
14. F.Monticelli, R. Osorio, C. Mazzitelli, M. Ferrari and M.Toledano: „Limited decalcification/diffusion of self-adhesive cements into dentin“*J. Dent.Res.*2008, **87**, 974.
15. <https://bisco.com/catalog/Biscem.pdf>
16. H. Gerth, T. Dammaschke, H. Zucker, and E. Schafer, Chemical analysis and bonding reaction a Rely XUnicem and Bifix composites-a comparative study, *Dental Materials* 2006, **22**, 934.
17. <http://www.ivoclarvivadent.com/en/competences/all-ceramics/cementation/variolink-ii>
18. L. Han, A. Okamoto, M. Fukushima, and O. Takashi, Evaluation of physical properties and surface degradation of self-adhesive resin cements, *Dent. Mater. J.*, 2007, **26**, 906.
19. <http://www.bisco.com/instructions/Z-PRIME%20PLUS%20MSDS.pdf>
20. <http://www.bisco.com/catalog/March%202010%20BisDent%20Globe.pdf>

MANIFESTĂRI ȘTIINȚIFICE / SCIENTIFIC EVENTS

**INTERNATIONAL CONFERENCE ON BUILDING MATERIALS
18th ibausil from 12th until 15th of September 2012**



Main Topics

The main topics of the conference are grouped according to materials and will deal with problems of both basic research and applied science, ranging from new buildings and revitalisation to the preservation of monuments. Methodologically-oriented contributions (production engineering, ecology, ensuring of admixtures, additives and aggregates) should therefore be classified according to application.

- Inorganic binders •Concretes •Walling materials / Construction maintenance / Recycling
- Exhibition of products and production processes

<http://www.ibausil.de/>
