

---

# COMPARACIÓN DE LA RESISTENCIA DE UNIÓN AL CIZALLAMIENTO ENTRE LA CERÁMICA DE RECUBRIMIENTO Y LA SUPERFICIE DE ZIRCONIO CON Y SIN MODIFICACIONES

## COMPARISON OF THE SHEAR BOND STRENGTH OF CERAMIC COATING AND ZIRCONIA SURFACE WITH AND WITHOUT MODIFICATIONS

JULIANA ZULUAGA<sup>1</sup>, JOSÉ FERNANDO GIRALDO<sup>2</sup>, HERNEY GARZÓN<sup>3</sup>

**RESUMEN. Introducción:** hoy en día, hablar de restauraciones odontológicas estéticas de alta resistencia implica hablar de sistemas cerámicos de dióxido de zirconio estabilizados con itrio (Y-TZP), los cuales han cobrado importancia por sus buenas propiedades mecánicas y físicas y por su buena biocompatibilidad. Una de las principales complicaciones que están sufriendo hoy en día dichas restauraciones es la delaminación de la porcelana de recubrimiento. Se ha determinado que la interface de los dos materiales es el origen de la falla a causa de una deficiente resistencia de unión, debido principalmente a una tensión interna excesiva en el material de recubrimiento, por una diferencia entre los coeficientes de expansión térmica de ambos materiales. **Métodos:** se tomaron 15 bloques de zirconio y fueron divididos aleatoriamente en 3 grupos: un grupo control y los otros dos con modificación en la superficie de unión a la cerámica de recubrimiento por medio de un rallado con fresa redonda de forma diagonal y cuadrangular respectivamente. Una vez fueron zinterizados, se puso la cerámica de recubrimiento y finalmente se les realizó pruebas de cizallamiento. Se llevó a cabo un análisis de varianza de una vía (ANOVA). Se usó la prueba de Tukey múltiple para comparar la diferencia de los resultados entre los grupos. **Resultados:** los resultados arrojados en el estudio fueron muy heterogéneos. Los valores promedio de resistencia de unión al cizallamiento arrojados fueron 20,2 MPa  $\pm$  6,8 MPa para el grupo A; 5,87 MPa  $\pm$  4,87 MPa para el grupo B, y 3,69  $\pm$  2,68 MPa para el grupo C. **Conclusiones:** no es necesario preparar la superficie de zirconio con trabas mecánicas por medio de un fresado para mejorar la resistencia de unión con la cerámica de recubrimiento.

**Palabras clave:** cerámica, zirconio, resistencia al cizallamiento, delaminación.

Zuluaga J, Giraldo JF, Garzón H. Comparación de la resistencia de unión al cizallamiento entre la cerámica de recubrimiento y la superficie de zirconio con y sin modificaciones. Rev Fac Odontol Univ Antioq 2016; 27(2): 322-341. DOI: <http://dx.doi.org/10.17533/udea.rfo.v27n2a5>

---

**ABSTRACT. Introduction:** currently, talking about highly resistant aesthetic dental restorations implies talking of yttrium-stabilized zirconium dioxide (Y-TZP) ceramic systems, which have become important due to their good mechanical and physical properties and high biocompatibility. One of the main complications of such restorations nowadays is ceramic coating delamination. It has been shown that the interface of both materials is the origin of failure because of poor bonding strength, mainly due to excessive internal tension in the coating material caused by a difference in the thermal expansion coefficients of both materials. **Methods:** 15 zirconium blocks were randomly sorted out into 3 groups: one control group and two groups where the surface of bonding to the ceramic coating was modified by grinding with rounded diagonal and squared burs respectively. Once the samples were sintered, the ceramic coating was applied and shear bond strength tests were performed. A one-way analysis of variance (ANOVA) was conducted. The Tukey's range test was used to compare the difference in results among groups. **Results:** the results in this study were very heterogeneous. The average shear bond strength values were 20.2 MPa  $\pm$  6.8 MPa for Group A; 5.87 MPa  $\pm$  4.87 MPa for Group B, and 3.69  $\pm$  2.68 MPa for Group C. **Conclusions:** it is not necessary to prepare the zirconium surface with mechanical grinding in order to improve shear bond strength in ceramic coatings.

**Key words:** ceramics, zirconium, shear strength, delamination.

Zuluaga J, Giraldo JF, Garzón H. Comparison of the shear bond strength of ceramic coating and zirconia surface with and without modifications. Rev Fac Odontol Univ Antioq 2016; 27 (2): 322-341. DOI: <http://dx.doi.org/10.17533/udea.rfo.v27n2a5>

---

1 Odontólogo, Especialista en Biomateriales, Operatoria y Estética Dental, Universidad Santiago de Cali, Docente en la Escuela de Odontología Universidad del Valle. [jzuluagal@yahoo.com.ar](mailto:jzuluagal@yahoo.com.ar)  
2 Odontólogo, Especialista en Biomateriales, Operatoria y Estética Dental, Universidad Santiago de Cali. [josefergiraldo@gmail.com](mailto:josefergiraldo@gmail.com)  
3 Odontólogo, Especialista en Rehabilitación Oral, Docente en la Escuela de Odontología Universidad del Valle. Director de la Especialización en Rehabilitación Oral, Universidad del Valle. [herneygarzon@hotmail.com](mailto:herneygarzon@hotmail.com)

---

1 DMD, Specialist in Biomaterials, Operative Dentistry, and Dental Esthetics, Universidad Santiago de Cali. Professor, School of Dentistry, Universidad del Valle. [jzuluagal@yahoo.com.ar](mailto:jzuluagal@yahoo.com.ar)  
2 DMD, Specialist in Biomaterials, Operative Dentistry, and Dental Esthetics, Universidad Santiago de Cali. [josefergiraldo@gmail.com](mailto:josefergiraldo@gmail.com)  
3 DMD, Specialist in Oral Rehabilitation. Professor, School of Dentistry, Universidad del Valle. Head of the Specialization Program in Oral Rehabilitation, Universidad del Valle. [herneygarzon@hotmail.com](mailto:herneygarzon@hotmail.com)

## INTRODUCCIÓN

El zirconio es un elemento químico descubierto en 1789 por Martin Klaproth. Pertenece a los metales de transición; es más liviano que el acero y reacciona fácilmente con el oxígeno formando dióxido de zirconio ( $ZrO_2$ ) o zirconia. Además, es abundante en la naturaleza. No es posible encontrarlo como metal libre, sino formando parte de numerosos minerales como el silicato de zirconio ( $ZrSiO_4$ ) y la badeleyita, o dióxido de zirconio estabilizado con itrio (Y-TZP). En 1990 se inició el uso de este material en odontología, con aplicaciones en ortopedia maxilar, brackets, postes intrarradiculares y aditamentos de implantes, más o menos desde hace una década, como componente de estructuras de coronas y prótesis fijas, con gran éxito clínico.<sup>1</sup> Este éxito se debe a sus excelentes propiedades físico-mecánicas, como altos valores de tenacidad, alta dureza, resistencia al desgaste, buen comportamiento friccional, buen aislamiento eléctrico, baja conductividad térmica y resistencia a la corrosión con la mayoría de ácidos y alcalinos; además, tiene un módulo de elasticidad similar al del acero y un coeficiente de expansión térmica similar al del hierro.<sup>2</sup> Por esta condición, ocupa un lugar único entre las cerámicas de óxido, ya que presenta los valores más altos registrados por cualquier cerámica dental, y por eso ha generado un considerable interés en la comunidad dental. Esto puede permitir la realización de prótesis parciales fijas en el sector posterior, con una reducción sustancial en el espesor del núcleo. Estas capacidades son muy atractivas en odontología protésica, donde la fuerza y la estética son primordiales; con la introducción de técnicas de fabricación mediante el diseño por computador se ha aumentado su uso.

Los cristales de zirconio sufren cambios cristalográficos al pasar de la temperatura de fusión (2715 °C) a la temperatura ambiente; estos cambios son: fase monoclinica (temperatura ambiente-1170 °C), fase tetragonal (1170-2370 °C) y fase cúbica (mayor de 2370 °C). La transformación de la fase tetragonal a la monoclinica se acompaña de un aumento de volumen (4,5%), suficiente para lograr un fracaso catastrófico. Esta transformación es reversible

## INTRODUCTION

Zirconium is a chemical element discovered in 1789 by Martin Klaproth. It is one of the transition metals; it is lighter than steel and easily reacts with oxygen forming zirconium dioxide ( $ZrO_2$ ) or zirconia. In addition, it is abundant in nature. It cannot be found as a free metal, but as part of numerous minerals such as zirconium silicate ( $ZrSiO_4$ ) and baddeleyite, or yttrium-stabilized zirconium dioxide (Y-TZP). The use of this material in dentistry started in 1990 with applications in orthodontics, braces, intra-radicular posts, and implants and, since about a decade ago, as a component of fixed crowns and prostheses with great clinical success.<sup>1</sup> This level of success results from its excellent physical-mechanical properties, high tenacity values, high hardness, resistance to wear, good frictional behavior, good electrical insulation, low thermal conductivity, and resistance to the corrosion of most acids and alkaline substances; in addition, its modulus of elasticity is similar to that of steel and its thermal expansion coefficient is similar to that of iron.<sup>2</sup> Due to these conditions, it is unique among oxide ceramics as it has the highest values of all dental ceramics and therefore has elicited a considerable amount of interest in the dental community. It allows achieving partially fixed prostheses in the posterior sector with a substantial reduction in core thickness. These capabilities make it very attractive in dental prosthetics, where strength and aesthetics are fundamental; the introduction of computer-aided manufacturing techniques has increased its use.

Zirconium crystals undergo crystallographic changes ranging from the melting temperature (4919 °F) to room temperature; these changes are: monoclinic phase (room temperature-2138 °F), tetragonal phase (2138-4298 °F), and cubic phase (over 4298 °F). The transformation from tetragonal to monoclinic phase is accompanied by an increase in volume (4.5%), which is enough to cause a disastrous failure. This transformation is reversible

y empieza a los 950 °C, aproximadamente durante el enfriamiento. Al unir el zirconio puro con óxidos metálicos, como el óxido de calcio (CaO), el óxido de magnesio (MgO), el óxido de itrio ( $Y_2O_3$ ) y el óxido de cerio ( $CeO_3$ ), se puede obtener la estabilidad de la fase tetragonal a temperatura ambiente, y de esta manera controlar el estrés inducido en la transformación de la fase tetragonal a monoclinica, deteniendo la formación de grietas y llevando a una alta dureza. Procedimientos como el pulido, el arenado, el tratamiento térmico o el recubrimiento con porcelana son responsables de desencadenar una transformación de la fase tetragonal (t) a la fase monoclinica (m), acompañada de un aumento sustancial en el volumen de (~4,5%), suficiente para afectar a largo plazo la estabilidad y el éxito de este material y para influir en su sensibilidad y envejecimiento. En las grietas, los cristales de zirconio se transforman de tetragonales a monoclinicos, lo cual aumenta el volumen que contrarresta la propagación de la grieta. Las impresionantes propiedades mecánicas del zirconio se deben principalmente a la transformación de la fase tetragonal a la monoclinica, inducida por la tasa de enfriamiento y/o por situaciones de estrés externas (impacto, desgaste y pulimiento).<sup>3,4</sup>

Una de las principales complicaciones que están sufriendo hoy en día las estructuras de zirconio con la cerámica de recubrimiento es la delaminación; se ha determinado que la interfaz entre la estructura y el material de recubrimiento es el origen de la falla. Se ha reportado una tasa de complicaciones de 13 a 15% después de 2 a 5 años.<sup>5</sup> Los siguientes factores han sido identificados como responsables de una disminución en la fuerza de unión: tensiones debidas a las diferencias en los coeficientes de expansión térmica (CET) del zirconio y los materiales de recubrimiento; poca humectabilidad de la estructura de zirconio; la contracción de la cerámica de recubrimiento durante el proceso de cocción por diferencias térmicas entre ésta y la estructura de zirconio; fase de transformación de los cristales de zirconio en la interfaz debido a influencias térmicas o a cargas; formación de fallas inherentes durante el proceso de fabricación; espesor de la capa de cerámica de recubrimiento; propiedades mecánicas

and starts at 1742 °F, approximately during cooling. By mixing pure zirconium with metal oxides, such as calcium oxide (CaO), magnesium oxide (MgO), yttrium oxide ( $Y_2O_3$ ), and cerium oxide ( $CeO_3$ ), one may achieve stability of the tetragonal phase at room temperature, thus controlling the stress produced during transformation from tetragonal to monoclinic phase, interrupting crack formation and achieving high levels of hardness. Procedures such as grinding, sandblasting, heat treatment, or ceramic coating trigger the transformation from tetragonal (t) to monoclinic (m) phase, accompanied by a substantial increase in volume (~4.5%), which is enough to affect long-term stability and the success of this material, influencing sensibility and aging. Inside cracks, zirconium crystals transform themselves from tetragonal to monoclinic, increasing the volume that prevents cracks from expanding. The remarkable mechanical properties of zirconium are mainly due to its transformation from tetragonal to monoclinic phase, which is induced by the cooling rate and/or by external traumatic situations (such as impacts, wear, or polishing).<sup>3,4</sup>

One of the main complications of zirconium structures nowadays is ceramic coating delamination; it has been shown that this failure originates at the interface between structure and coating material. An amount of 13-15% complication rate after 2 to 5 years has been reported.<sup>5</sup> The following factors have been identified as responsible for a decrease in bonding strength: tensions due to differences in the coefficients of thermal expansion (CTE) of zirconium and coating materials; low zirconium structure wettability; contraction of ceramic coating during the cooking process by thermal differences between it and the zirconium structure; a transformation phase of zirconium crystals in the interface due to thermal influences or loads; formation of failures during the manufacturing process; thickness of ceramic coating layer; the mechanical properties

de cada cerámica; módulo elástico de la estructura; dirección, magnitud y frecuencia de la carga aplicada; tamaño y localización de las áreas de contacto oclusal; estrés residual inducido durante la fabricación; defectos en la interfaz entre el cemento y la restauración, y efectos ambientales.<sup>6</sup> También se han identificado como causas el acabado superficial de la estructura de zirconio, el tipo de cerámica de recubrimiento y el método de aplicación de esta. Algunos estudios han comparado la resistencia de unión de la estructura de zirconio con la cerámica de recubrimiento, arrojando valores inferiores a los de otros sistemas totales cerámicos, lo que sugiere que las estructuras de zirconio con capas de cerámica de recubrimiento son más susceptibles a la delaminación durante la función masticatoria.<sup>7</sup>

Uno de los puntos cruciales que ha dado lugar a las altas tasas de fracaso es la contracción de la cerámica de recubrimiento durante el proceso de cocción por diferencias térmicas entre ésta y la estructura de zirconio. Durante el proceso de cocción, la cerámica está en estado plástico. Durante el enfriamiento ocurre un intervalo de temperatura que hace que la cerámica se torne de un estado plástico a sólido. Esa temperatura extrapolada se define como temperatura de transición vítrea. La formación de estrés en la cerámica de recubrimiento solo es posible por debajo de esta temperatura, es decir, en estado sólido. Por lo tanto, aparte de la diferencia en los coeficientes de expansión térmica, se debe considerar, como otro elemento importante en la formación de estrés, este paso entre la temperatura de transición vítrea y la temperatura ambiente.<sup>5</sup>

En el mercado se consiguen diferentes materiales para realizar las estructuras de zirconio, materiales que, a pesar de compartir un producto químico similar, se diferencian en las técnicas de fabricación, proceso de fresado y temperatura de sinterización, por lo que se recomienda realizar diferentes tratamientos en la superficie de la estructura.<sup>8</sup>

Para disminuir o evitar el efecto de delaminación, se puede manejar por medio de varios procesos, como el control térmico en cuanto al tiempo de enfriamiento o calentamiento de las restauraciones durante la fabricación de las mismas,<sup>9</sup> y los factores intrínsecos

of each ceramic material; the structure's elastic modulus; direction, magnitude, and frequency of applied loads; size and location of occlusal contact areas; residual stress induced at the time of manufacturing; defects at the cement-restoration interface, and environmental factors.<sup>6</sup> Other causes of failure of the zirconium structure surface include type of ceramic coating and method of application. Some studies have compared the bonding strength of zirconium structure and ceramic coating, finding out that its values are lower than those of other all-ceramic systems, suggesting that zirconium structures with layers of ceramic coating are more susceptible to delamination during masticatory function.<sup>7</sup>

One of the critical aspects responsible for high failure rates is ceramic coating contraction during cooking due to thermal differences of ceramic and zirconium structure. During the cooking process, the ceramic is in its plastic state. The temperature interval that turns that ceramics from plastic to solid state occurs during cooling. This extrapolated temperature is defined as glass transition temperature. Stress in the ceramic coating is only possible below this temperature, i.e., in solid state. Therefore, another important aspect to take into account in stress formation besides the difference in thermal expansion coefficients is this change from glass transition temperature to room temperature.<sup>5</sup>

Several materials available in the market can be used to manufacture zirconium structures; despite sharing similar chemicals, these materials differ in manufacturing techniques, milling processes, and sintering temperatures, so it is recommended to perform different treatments on the structure surface.<sup>8</sup>

There are various techniques to reduce or avoid the delamination effect, including thermal control in terms of cooling or heating while the restoration is being performed,<sup>9</sup> intrinsic characteristic

propios del material y recomendados por el fabricante, como el coeficiente de expansión térmica,<sup>10</sup> la conductividad térmica<sup>9</sup> o las propiedades mecánicas.<sup>11</sup> La selección adecuada de los materiales de la cerámica de recubrimiento y de la estructura de zirconio, y el tratamiento adecuado de la superficie, son de extrema importancia para garantizar que las restauraciones con zirconio se realicen de acuerdo a las demandas funcionales esperadas.<sup>8</sup> El manejo de la superficie del zirconio es uno de los tratamientos más investigados en la literatura para evaluar la resistencia de unión entre el zirconio y la porcelana de recubrimiento, por eso el objetivo de este estudio es comparar la resistencia de unión al cizallamiento en la interface entre la cerámica de recubrimiento y el zirconio realizando modificaciones en la superficie del zirconio por medio de un rayado mecánico de dos formas diferentes, las cuales se compararán con una superficie de zirconio sin modificar.

## MATERIALES Y MÉTODOS

### Confección de los cuerpos de prueba

Ocho bloques de óxido de zirconio estabilizado con itrio (Y-TZP) de Ceramill Zi Blanks (Amann Girrbach GmbH, Koblach Austria), en estado presinterizado, con dimensiones de 40 x 20 x 16 mm, se cortaron a la mitad con un disco de diamante, obteniendo 16 bloques de 20 x 20 x 16 mm, y luego se limaron las superficies de corte con lija de papel N.º 400. De estos bloques se tomaron aleatoriamente 15 y se descartó uno. Los 15 bloques fueron divididos aleatoriamente en 3 grupos con 5 muestras cada uno (Norma ISO 9693, 6872 y 11405): el grupo A como grupo control, sin tratamiento en la superficie de unión; el grupo B con modificación en la superficie de unión a la cerámica de recubrimiento por medio de una rallado con fresa redonda de carburo HP-1, referencia 14823 (SS White, Lakewood NJ, USA), de forma diagonal hacia los extremos del cuerpo de prueba, como se muestra en la figura 1, y el grupo C, también con modificación en la superficie de unión a la cerámica de

factors of the material, or those recommended by the manufacturer, such as coefficient of thermal expansion,<sup>10</sup> thermal conductivity,<sup>9</sup> or mechanical properties.<sup>11</sup> The appropriate selection of ceramic coating materials and zirconium structure plus proper surface treatment are extremely important to ensure that zirconium restorations are made according to the expected functional demands.<sup>8</sup> Management of zirconium surfaces is one of the most researched treatments in the literature to evaluate shear bond strength between zirconium and coating ceramic; the goal of this study is therefore to compare shear bond strength at the zirconium-ceramic coating interface by making changes in the zirconium surface by means of mechanical gridding using two different methods, and making comparisons with a zirconium surface with no modification.

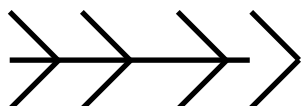
## MATERIALS AND METHODS

### Preparation of samples

Eight pre-sintered yttrium-stabilized zirconium dioxide (Y-TZP) blocks by Ceramill Zi Blanks (Amann Girrbach GmbH Austria Koblach) measuring 40 x 20 x 16 mm were cut in halves with a diamond disc, resulting in 16 blocks of 20 x 20 x 16 mm; the cut surfaces were polished with sandpaper #400. 15 blocks were randomly picked and one was discarded. The 15 blocks were randomly sorted out into 3 groups with 5 samples each (ISO Standard 9693, 6872, and 11405): Group A was the control group, with no bonding surface treatment; Group B was subjected to modification at the surface bonding to the ceramic coating using a diagonal round HP-1 carbide bur, reference 14823 (SS White, Lakewood NJ, USA), grinding diagonally towards the far ends of each sample, as shown in figure 1, and Group C also underwent

recubrimiento por medio de un rallado con fresa redonda de carburo HP-1, referencia 14823 (SS White. Lakewood NJ, USA), de forma cuadrangular, según se muestra en la figura 2. Las muestras se sinterizaron en horno (Ceramill Therm, serie 20-901011. Amann Girrbach GmbH. Koblach, Austria) según recomendaciones del fabricante, y se obtuvieron bloques con una longitud final de 18 x 18 x 14 mm después de la sinterización.

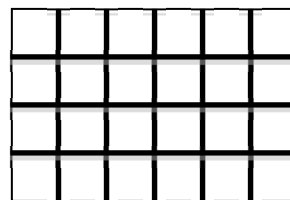
modification at the surface bonding to the ceramic coating using a quadrangular round HP-1 carbide bur, reference 14823 (SS White. Lakewood NJ, USA), as shown in figure 2. The samples were sintered in an oven (Ceramill Therm, series 20-901011. Amann Girrbach GmbH Koblach, Austria) following the manufacturer's recommendations, obtaining blocks with a final length of 18 x 18 x 14 mm after sintering.



**Figura 1. Rallado en forma diagonal**

**Figure 1. Diagonal grinding**

Una vez realizada la sinterización, los cubos fueron lavados con alcohol al 70% en ultrasonido NEY por 3 minutos. Posteriormente, sobre la superficie de unión delimitada en los cubos de zirconio se aplicó con pincel una capa fina, delgada y continua de liner (IPS e.max Zirliner, Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein), y se cocinó a 960 °C en un horno (Programat EP 300, serie 200703. Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein), según las recomendaciones del fabricante. Con técnica estratificada, y mezclando polvo/líquido de cerámica de recubrimiento de nano-flúor-apatita de dentina color D3 (IPS e.max Ceram, Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein) (Lote N° N51011), se fue condensando la cerámica capa a capa y se realizaron cubos con la ayuda de un molde de silicona con medidas de 8 x 14 x 8 mm, se eliminó el exceso de humedad y luego se retiró el molde para su cocción. Cada capa de cerámica de recubrimiento se llevó al horno a 750 °C (Programat EP 300, serie 200703. Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein) para su cocción según recomendaciones del fabricante.



**Figura 2. Rallado en forma cuadrangular**

**Figure 2. Quadrangular grinding**

Once the samples were sintered, they were rinsed with 70% alcohol under NEY ultrasound for 3 minutes. A brush was used to apply a thin smooth layer of liner (IPS e.max Zirliner, Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein) on the bonding surface of zirconium blocks, which were cooked at 3200 °F in an oven (Programat EP 300, series 200703. Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein), according to the manufacturer's recommendations. Using the stratified technique, and mixing the powder/liquid of the D3 dentin shade nano-fluor-apatite ceramic coating (IPS e.max Ceram, Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein) (Lot No. N51011), the ceramic was condensed layer to layer, making cubes with a silicone mold measuring 8 x 14 x 8 mm and removing excess moisture; each mold was removed and then cooked. Each layer of ceramic coating was taken to a furnace at 1382 °F (Programat EP 300, series 200703. Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein) and cooked following the manufacturer's recommendations.

## Prueba de cizallamiento

Los cuerpos de prueba fueron montados en una máquina universal (Modelo 3366, Instron Corp., Norwood, MA, USA). Las muestras se estabilizaron con las mordazas y en una posición que garantizara que el dispositivo de corte estuviera en contacto con la interfaz entre el zirconio y la cerámica de blindaje. Se aplicó una carga sobre el eje axial del cubo, a una velocidad de 1 mm/min hasta que ocurrió la fractura. Se registró la última carga en el momento de la fractura en Newton (N). La resistencia de unión en MPa se calculó dividiendo la carga (N) al momento de la fractura con el área de unión, la cual se le midió a cada uno de los cuerpos de prueba.

## Descripción de la interfaz entre el zirconio y la cerámica de recubrimiento

Para ver la interfaz, se seccionó un cuerpo de prueba de cada uno de los grupos y todas las secciones se observaron en un microscopio electrónico de barrido (JSM-6490LV, JEOL, Japón).

## Análisis estadístico

Se hizo un análisis de varianza de una vía (ANOVA). Se usó la prueba de Tukey múltiple para comparar la diferencia de los resultados entre los grupos ( $\alpha = 0,05$ ). Todos los análisis estadísticos se hicieron con el software estadístico SPSS versión 18,0 (SPSS Inc, Chicago III).

## RESULTADOS

En la tabla 1 se muestra un resumen de los resultados de laboratorio, y en ella se pueden observar cómo fue el comportamiento de los diferentes cuerpos de prueba en cuanto a la resistencia de unión al cizallamiento (RUC) entre la cerámica de recubrimiento y el zirconio en los tres grupos experimentales, los cuales se describen

## Shear test

The samples were brought to a universal machine (Model 3366, Instron Corp., Norwood, MA, USA). They were fastened with clamps, positioning them in such a way that the cutting device was in contact with the interface of zirconium and ceramic coating. A load was applied on the axial axis of each block at a speed of 1 mm/min until fracture. The last load when the fracture occurred was recorded in Newton (N). Bond strength in MPa was calculated by dividing the load (N) at the time of fracture by bonding area, which was measured on each sample.

## Description of the zirconium-ceramic coating interface

To view the interface, one sample from each group was sectioned and all fragments were observed in a scanning electron microscope (JSM-6490LV, JEOL, Japan).

## Statistical analysis

A one-way analysis of variance (ANOVA) was conducted. Tukey's range test was used to compare the difference in results among the groups ( $\alpha = 0.05$ ). All statistical analyses were performed using the SPSS statistical software, version 18.0 (SPSS Inc, Chicago III).

## RESULTS

Table 1 summarizes the lab results, showing the behavior of samples in terms of the shear bond strength (SBS) of ceramic coating and zirconium in the three experimental groups: Group A was the control group, where zirconium surfaces were not subjected to any alteration or modification,

como el grupo A, o grupo control, donde no se realizó ninguna alteración o modificación en la superficie del zirconio, el grupo B, con modificación en la superficie de unión a la cerámica de recubrimiento por medio de un rallado con fresa redonda de forma diagonal hacia los extremos del cuerpo de prueba, y el grupo C, también con modificación en la superficie de unión a la cerámica de recubrimiento por medio de un rallado con fresa redonda de forma cuadrangular. Los valores promedio de RUC fueron  $20,2 \text{ MPa} \pm 6,8 \text{ MPa}$  para el grupo A,  $5,87 \text{ MPa} \pm 4,87 \text{ MPa}$  para el grupo B y  $3,69 \pm 2,68 \text{ MPa}$  para el grupo C. En la misma tabla se muestra también la fuerza en Newton y el área de unión en milímetros cuadrados para cada cuerpo de prueba; la división entre la fuerza y el área da como resultado la resistencia de unión al cizallamiento de cada uno de los grupos, expresada en Mpa.

Group B samples had their surface of bonding to ceramic coating modified by grinding diagonally with a round bur towards the ends of each sample, and Group C also had modifications on surface of bonding to ceramic coating by grinding with a square-shaped round bur. The average SBS values were  $20.2 \text{ MPa} \pm 6.8 \text{ MPa}$  for Group A,  $5.87 \text{ MPa} \pm 4.87 \text{ Mpa}$  for Group B and  $3.69 \pm 2.68 \text{ MPa}$  for Group C. The table also shows force in Newton and bonding area in square millimeters for each sample; SBS is obtained by dividing force by area in each group, and is expressed in Mpa.

Tabla 1. Resumen de resultados

Grupos	Fuerza (N)	Área (mm <sup>2</sup> )	Resistencia de unión (Mpa)	Media	Desviación típica	Coefficiente de variación
A1	3024	99,60	30,36	20,2689	6,80377	0,335675345
A2	1607	107,95	14,89			
A3	2423	111,76	21,68			
A4	2184	102,50	21,31			
A5	1437	109,62	13,11			
B1	191,3	110,40	1,73	5,8745	4,8703	0,829057792
B2	544	106,60	5,10			
B3	1603	113,40	14,14			
B4	310,3	106,25	2,92			
B5	632	115,32	5,48			
C1	411,20	142,20	2,89	3,6952	2,68178	0,725746915
C2	776,90	150,73	5,15			
C3	1197,90	159,58	7,51			
C4	339,40	146,01	2,32			
C5	89,05	148,72	0,60			



Table 1. Summary of results

Groups	Force (N)	Area (mm <sup>2</sup> )	Bond strength (Mpa)	Media	Standard deviation	Coefficient of variation
A1	3024	99.60	30.36	20.2689	6.80377	0.335675345
A2	1607	107.95	14.89			
A3	2423	111.76	21.68			
A4	2184	102.50	21.31			
A5	1437	109.62	13.11			
B1	191.3	110.40	1.73	5.8745	4.8703	0.829057792
B2	544	106.60	5.10			
B3	1603	113.40	14.14			
B4	310.3	106.25	2.92			
B5	632	115.32	5.48			
C1	411.20	142.20	2.89	3.6952	2.68178	0.725746915
C2	776.90	150.73	5.15			
C3	1197.90	159.58	7.51			
C4	339.40	146.01	2.32			
C5	89.05	148.72	0.60			

Al evaluar la variabilidad de los datos en cada grupo se evidencian cambios en los coeficientes de variación. Es así como la variabilidad de la RUC en el grupo A es de 33%, en el grupo B de 82% y en el grupo C de 72%. En este apartado se muestran los resultados encontrados en este trabajo de investigación mediante un análisis estadístico; a su vez, se presentan las diferencias al comparar el comportamiento de los diferentes tratamientos de superficie en el zirconio ante las pruebas de cizallamiento.

### Análisis descriptivo

De acuerdo con los objetivos de la investigación, los datos arrojados fueron tabulados y, con el fin de analizar la RUC de los tres grupos, se aplicó en primer lugar una prueba de normalidad (Kolmogorov-Smirnov). Como esta prueba dio un valor de  $p$  mayor a 0,05, se pudo considerar que la población de la cual vienen los datos es normal y esto permitió aplicar pruebas paramétricas de ANOVA. Para comparar la resistencia de unión entre los tres grupos,

To evaluate data variability in each group, changes in coefficients of variation were analyzed, finding out that SBS variability in Group A was 33%, in Group B 82%, and in Group C 72%. This section shows the findings of this study through statistical analysis; it also shows the differences observed when comparing the behavior of the different zirconium surface treatments before shear testing.

### Descriptive analysis

In accordance with the objectives of this study, all the obtained data were tabulated, analyzing SBS in the three groups by first using a normality test (Kolmogorov-Smirnov). Since this test yielded a  $p$  value greater than 0.05, the population was considered to be normal and this allowed applying a parametric ANOVA tests. To compare SBS among the three groups, a one-way ANOVA test

se aplicó la prueba de ANOVA a una vía; los resultados de esta prueba muestran que hay diferencia en los promedios de resistencia entre los tres grupos, siendo mayor en el grupo A, donde no hay tramado, y es estadísticamente significativa para rechazar la hipótesis de normalidad ( $p > 0,05$ ). El valor de  $p$  indicó que la hipótesis de igualdad en la resistencia de unión al cizallamiento entre los grupos es rechazable.

### Análisis comparativo

La prueba de ANOVA permite concluir que no todos los tres grupos son iguales en cuanto a la RUC, por eso se realizaron pruebas adicionales para determinar diferencias significativas entre los tres grupos, y para ello se aplicó la prueba de Tukey. Los resultados se muestran en la tabla 2. El grupo A presenta diferencias significativas con el grupo B ( $p = 0,002$ ) y el grupo C ( $p = 0,001$ ), pero el grupo B y el C no presentan diferencias significativas ( $p = 0,780$ ). Las pruebas post-hoc de Tukey indican que el grupo que difiere es el A.

was used; the results of this test showed differences in strength averages among the three groups, being higher in Group A, which was not grinded, and such differences were statistically significant rejecting the hypothesis of normality ( $p > 0.05$ ). The  $p$  value showed that the hypothesis of equality in bond shear strength among the groups is rejectable.

### Comparative analysis

The ANOVA test allowed concluding that the three groups are not equal in terms of SBS; therefore, additional tests were conducted in order to determine significant differences among the three groups, using the Tukey's range test to do this. The results are shown in table 2. Group A had significant differences with Group B ( $p = 0.002$ ) and Group C ( $p = 0.001$ ), but Groups B and C did not show significant differences ( $p = 0.780$ ). The post-hoc Tukey's tests showed that the group that differs is Group A.

Tabla 2. Resultados de Tukey. Variable dependiente: Resistencia de Unión al Cizallamiento (RUC) (Mpa).

(I) Grupos	(J)VAR 00001	Diferencia de medias (I-J)	Error Típico	Sig.	Intervalo de confianza al 95%	
					Límite superior	Límite inferior
A	B	14,39439(*)	3,20839	0,002	5,8348	22,9539
	C	16,57378 (*)	3,20839	0,001	8,0142	25,1333
B	A	-14,39439 (*)	3,20839	0,002	-22,9539	-5,8348
	C	2,17937	3,20839	0,780	-6,3802	10,7389
C	A	-16,57376 (*)	3,20839	0,001	-25,1333	-8,0142
	B	-2,17937	3,20839	0,780	-10,7389	6,3802

\* La diferencia de medias es significativa al nivel 0,05.

Table 2. Tukey's test results. Dependent variable: Shear Bond Strength (SBS) (Mpa).

(I) Groups	(J) VAR 00001	Mean difference (I-J)	Typical error	Sig.	Confidence interval 95%	
					Upper limit	Lower limit
A	B	14.39439 (*)	3.20839	0.002	5.8348	22.9539
	C	16.57378 (*)	3.20839	0.001	8.0142	25.1333
B	A	-14.39439 (*)	3.20839	0.002	-22.9539	-5.8348
	C	2.17937	3.20839	0.780	-6.3802	10.7389
C	A	-16.57376 (*)	3.20839	0.001	-25.1333	-8.0142
	B	-2.17937	3.20839	0.780	-10.7389	6.3802

Mean difference is significant at 0.05.

## Comparaciones múltiples

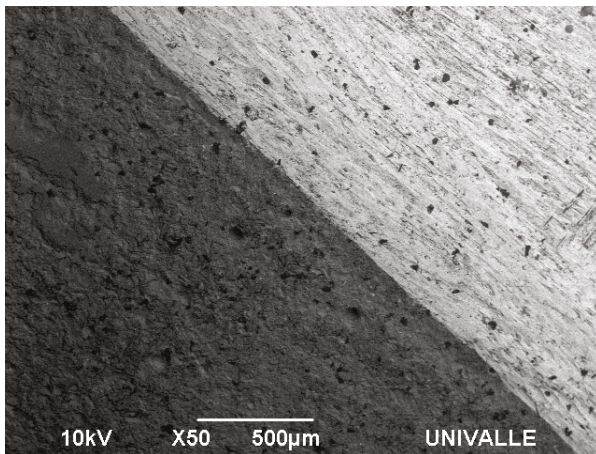
Dada la heterogeneidad de las varianzas en el grupo, se contrastó la hipótesis de igualdad de las muestras mediante la prueba no paramétrica de Tukey; los resultados sugieren que existe diferencia estadísticamente significativa para RUC ( $p \leq 0,05$ ).

Las figuras 3 a 8 muestran la interfaz entre el zirconio y la cerámica de recubrimiento; estas fotografías fueron tomadas con microscopio electrónico de barrido. Las figuras 3 y 4 pertenecen al grupo A sin tratamiento en la superficie. Las figuras 5 y 6 al grupo B, y la figuras 7 y 8 al grupo C con traba mecánica. En estas últimas (fig. 5, 6, 7 y 8) se aprecian burbujas y falta de homogeneidad de la cerámica de recubrimiento justo en las cavidades realizadas como traba mecánica.

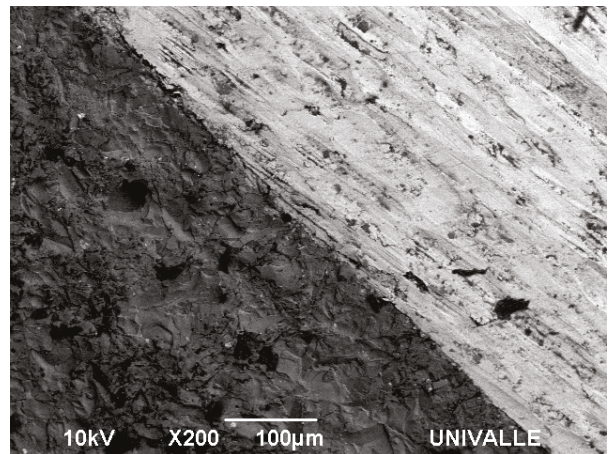
## Multiple comparisons

Given the heterogeneity of variances among groups, the hypothesis of equality was validated by means of the non-parametric Tukey' test; the results suggest that there is statistically significant difference for SBS ( $p \leq 0.05$ ).

Figures 3 to 8 show the zirconium-ceramic coating interface. These photographs were taken with a scanning electron microscope. Figures 3 and 4 show Group A, with no surface treatment. Figures 5 and 6 correspond to Group B, and figures 7 and 8 to Group C, with mechanical grinding. These last figures (5, 6, 7, and 8) show bubbles and lack of ceramic coating homogeneity in the cavities performed with mechanical grinding.



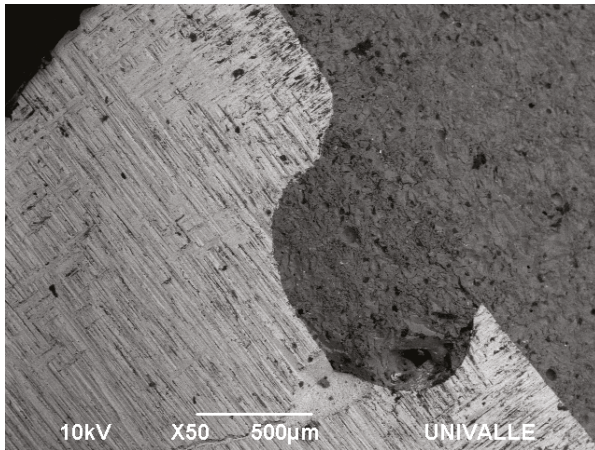
3



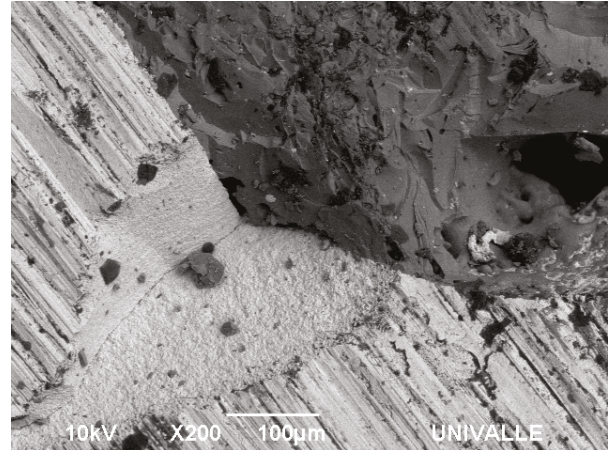
4

Figuras 3 y 4. Imágenes de la interfaz entre zirconio y cerámica de recubrimiento. Superficies sin tratamiento. Grupo A. 3. 50X, 4. 200X

Figures 3 and 4. Images of the zirconium-ceramic coating interface. Surfaces with no treatment. Group A. 3. 50X, 4. 200X



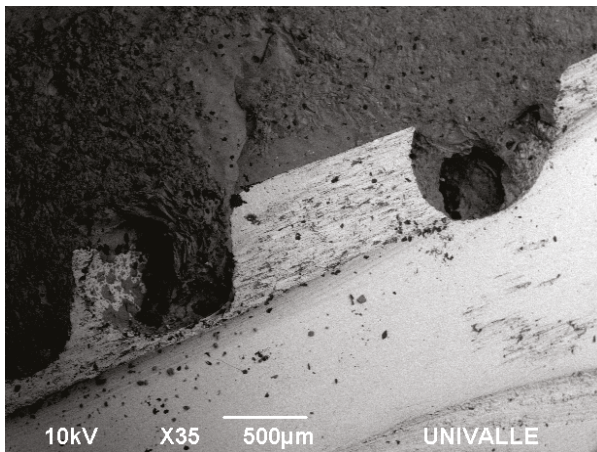
5



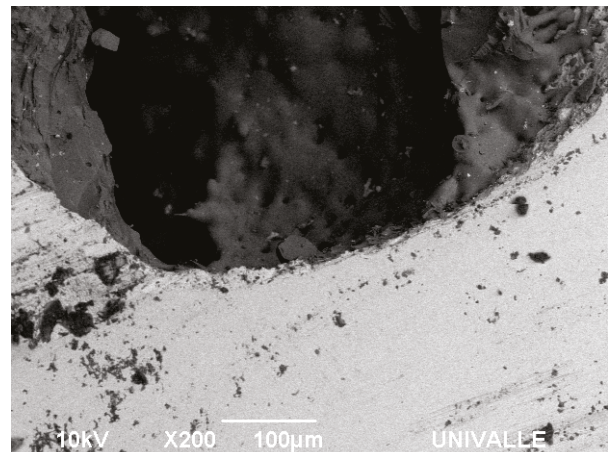
6

Figuras 5 y 6. Imágenes de la interfaz entre zirconio y cerámica de recubrimiento. Superficies con traba mecánica Grupo B 5. 50X, 6. 200X

Figures 5 and 6. Images of the zirconium-ceramic coating interface. Surfaces with mechanical grinding. Group B 5. 50X, 6. 200X



7



8

Figuras 7 y 8. Imágenes de la interfaz entre zirconio y cerámica de recubrimiento. Superficies con traba mecánica Grupo C 7. 35X, 8. 200X

Figures 7 and 8. Images of the zirconium-ceramic coating interface. Surfaces with mechanical grinding. Group C 7. 35X, 8. 200X

## DISCUSIÓN

En los últimos años, las investigaciones en odontología se han centrado en materiales cerámicos nuevos, enfocados en mejorar las propiedades mecánicas de estos, como la tenacidad y la resistencia de unión con la cerámica de blindaje.<sup>12</sup> La resistencia de los materiales, en general, es estudiada de muy diferentes formas. Hay estudios con cargas o fuerzas de compresión (axiales o anguladas), de flexión en tres o cuatro puntos, de deslizamiento, cizallamiento, tracción o torsión.<sup>13</sup> En este estudio se escogió la prueba de cizallamiento por considerar que reproduce muy bien muchas situaciones de la dinámica maxilo-mandibular sobre las restauraciones dentales. Es por eso que se midió la resistencia de unión al cizallamiento entre el zirconio y la cerámica de recubrimiento según la norma ISO 9693.<sup>14</sup>

Aunque algunos autores pueden decir que el método para medir la resistencia de unión no es consistente,<sup>12</sup> en la actualidad las pruebas de cizallamiento se definen como pruebas en las cuales se unen dos materiales y se les aplica una carga en corte hasta que ocurra la separación. La resistencia de unión al cizallamiento se calcula dividiendo la máxima fuerza aplicada sobre el área de unión. La prueba es relativamente rápida y fácil de hacer, y produce resultados rápidos. Sin embargo, algunos aspectos críticos deben considerarse al usar una prueba *in vitro* para predecir el comportamiento clínico de un material. Primero, la información *in vitro* no se puede extrapolar directamente a las situaciones clínicas, y, segundo, la prueba de resistencia de unión al cizallamiento tiene grandes variaciones.<sup>15</sup>

En la mayoría de las investigaciones consultadas en cuanto a la medición de resistencia de unión al cizallamiento entre materiales dentales, especialmente las cerámicas, se encuentran variaciones relevantes en cuanto a la disposición y elaboración de los cuerpos de prueba, y en cuanto a su tamaño.<sup>13</sup> En el presente estudio, y también en el de Fischer y colaboradores en el 2008,<sup>10</sup> se realizaron pruebas de resistencia de unión al cizallamiento con bloques de zirconio con un tamaño determinado según el instrumento de medición utilizado (Instron 3366).

## DISCUSSION

In recent years, research in dentistry has focused on new ceramic materials seeking to improve their mechanical properties, such as tenacity and bond strength to ceramic coating.<sup>12</sup> The strength of materials is studied in very different ways. The studies generally analyze loads or compression flexural forces (axial or angular) on three or four points, as well as bending, sliding, shearing, traction, and torsion forces.<sup>13</sup> The authors of the present study decided to analyze the shear test because it accurately reproduces many situations of the maxillary-mandibular activity on dental restorations. This is why shear bond strength of zirconium and ceramic coating was measured according to ISO 9693.<sup>14</sup>

While some authors claim that the method for measuring bond strength is not consistent,<sup>12</sup> currently shear testing is defined as a tests in which two parts are bonded and then applied a load until separation occurs. Shear bond strength is calculated by dividing the maximum applied force by bonding area. This test is relatively quick and easy to make and produces fast results. However, some critical aspects should be considered when using an *in vitro* test to predict the clinical behavior of a material. First, *in vitro* findings cannot be directly extrapolated to clinical situations, and, secondly, the shear bond strength test has abundant variations.<sup>15</sup>

Most studies on shear bond strength between dental materials, especially on ceramic materials, show important variations regarding sample location and manufacture, as well as size.<sup>13</sup> In this study, and also in the study by Fischer et al in 2008,<sup>10</sup> shear bond strength tests were performed on zirconium blocs of certain size according to the measurement instrument used (Instron 3366).

Clinicamente, la mayor parte de las fallas entre el zirconio y la cerámica ocurren en la interfaz. Este tipo de fallas en la interfaz es uno de los más reportados en la literatura<sup>16-19</sup> y coincide con el tipo de fallas adhesivas encontradas en este estudio. La interfaz es una zona vulnerable; según Fischer y colaboradores,<sup>10</sup> estas fallas se pueden atribuir a un estrés generado en la unión, debido a una diferencia significativa en el coeficiente de expansión térmica entre ambos materiales. Los estudios sugieren que el coeficiente de expansión térmica de la cerámica de recubrimiento debe ser ligeramente más bajo ( $0,5 \times 10^{-6}/K$ ) que el de la estructura, con el fin de reducir una leve tensión compresiva residual.<sup>3, 11</sup>

En este estudio se demostró que, al realizar una traba mecánica con fresa en la superficie del zirconio, se disminuye significativamente la resistencia de unión al cizallamiento de la cerámica de recubrimiento. Por eso estos datos rechazan la hipótesis nula, según la cual se creía que haciendo una retención se podría mejorar esta unión. La falta de humectación de la superficie del zirconio, como se pudo observar en este estudio, se compara con el estudio de Fischer y colaboradores en el 2008<sup>10</sup> y puede ser una de las razones del fracaso; así mismo, esa falta de humectación genera que el liner utilizado sea muy grueso en las zonas de retención —esto se visualiza en las fotos de microscopía electrónica de barrido—.

Tanto el CET como la conductividad de la cerámica de recubrimiento y la estructura de zirconio influyen sobre la interfaz. Es importante aclarar que la temperatura afecta la unión de los dos materiales, ya que un cambio de temperatura afecta más a un material que a otro, dependiendo de los diferentes coeficientes de expansión térmica y conductividad, la cual puede generar tensiones entre ellos y producir cizallamiento, dando como resultado una delaminación. Según Guess y colaboradores en el 2008,<sup>9</sup> el control de la temperatura de enfriamiento permitiría reducir las tensiones dentro de la interfaz y evitaría dicha delaminación. Esta condición es inherente a las indicaciones del fabricante; el manejo del material es importante, pero es el fabricante quien debería generar esos cambios, es por eso que una forma de disminuir

Clinically, most failures between zirconium and ceramics occur in the interface. This type of failure in the interface is one of the most commonly reported in the literature<sup>16-19</sup> and coincides with the type of adhesive failures found in this study. This interface is a vulnerable zone. According to Fischer et al,<sup>10</sup> these failures can occur because of stress in the bonding area due to a significant difference in coefficient of thermal expansion between both materials. Studies suggest that the coefficient of thermal expansion of the ceramic coating should be slightly lower ( $0.5 \times 10^{-6}/K$ ) than that of the structure, in order to reduce the slight residual compressive stress.<sup>3, 11</sup>

This study showed that using a bur to perform mechanical grinding on the zirconium surface significantly reduces shear bond strength to ceramic coating. Thus, these findings reject the null hypothesis, which suggests that performing retentions could improve bonding. This study also observed that lack of moisture on the zirconium surface can be one of the reasons for failure, agreeing with the study by Fischer et al in 2008.<sup>10</sup> Similarly, lack of moisture greatly increases liner thickness in the retention areas—as shown in the scanning electron microscopy photos—.

Both CTE and conductivity of ceramic coating and zirconium structure have an influence on the interface. It is worth noting that temperature affects bonding of both materials, since temperature changes affects one of the materials more than the other, depending on the coefficients of thermal expansion and conductivity, which can cause tensions between them and produce shearing, resulting in delamination. According to Guess et al in 2008,<sup>9</sup> controlling cooling temperature may reduce tensions within the interface, avoiding delamination. This condition is included in the manufacturer's instructions; material management is important, but it is the manufacturer who should make these changes, so one way to reduce those

esos efectos es el manejo de la superficie del zirconio y el conocimiento exacto de los bloques a usar, de modo que sean de calidad garantizada.<sup>20</sup> Sin embargo, en estudios anteriores, como el de Von Steyern y colaboradores en el 2005,<sup>21</sup> en el que los autores analizaron las microfrazas y la delaminación de las cerámicas de recubrimiento en las estructuras de zirconio, estos hechos no sólo se relacionan con una unión débil entre el zirconio y la cerámica de recubrimiento, sino también con las diferentes características estructurales de la cerámica de recubrimiento, en cuanto a la composición, resistencia, CET y contracción por la cocción.<sup>10</sup> Por otro lado, las diferentes características de los materiales de óxido de zirconio, en términos del tamaño de partícula, forma, composición, densidad y dureza,<sup>16</sup> además del manejo de la temperatura en el momento de la sinterización y de la cocción de la cerámica de blindaje, se pueden relacionar con esos procesos de delaminación.<sup>20</sup>

Para mejorar la resistencia de unión entre la estructura de zirconio y el material de recubrimiento, algunos estudios recomiendan el arenado para lograr rugosidad superficial en el zirconio y proporcionar microrretenciones.<sup>7, 10</sup> Sin embargo, también se ha encontrado que con el arenado se puede iniciar una transición de la fase tetragonal a la monoclinica, lo que afecta la resistencia mecánica del zirconio y muy probablemente la capacidad de unión al material de recubrimiento.<sup>10, 11</sup> Esto sucede porque el coeficiente de expansión térmica del zirconio en fase monoclinica es de  $7,5 \times 10^{-6}/K$ , significativamente menor que el del zirconio en fase tetragonal,  $10,8 \times 10^{-6}/K$ . Esto crea una gran diferencia en el coeficiente de expansión térmica entre el zirconio y la porcelana de recubrimiento, generando tensiones en la interfaz entre estos materiales, lo que conlleva a fracturas y delaminación de la porcelana. Es muy probable que el efecto del arenado, o la realización de una traba mecánica como la efectuada en este estudio, afecten la resistencia mecánica del Y-TZP y la calidad de la unión a la porcelana de recubrimiento.<sup>10</sup>

Cuando se comparó la unión metal-cerámica y zirconio-cerámica, esta última resultó siempre más baja, dando un rango entre 21,9 y 31,0 MPa; <sup>22-24</sup> de hecho, los valores de resistencia de unión al cizallamiento

effects is handling the zirconium surface and having an exact knowledge of the blocs that are to be used, so that they are of a high quality.<sup>20</sup> However, in previous studies, such as the one by Von Steyern et al in 2005,<sup>21</sup> which analyzed microfractures and delamination of ceramic coating in zirconium structures, these facts are not only connected to weak bonding between zirconium and ceramic coating, but also to different structural ceramic coating characteristics in terms of composition, strength, CTE, and contraction by cooking.<sup>10</sup> On the other hand, the diverse characteristics of zirconium oxide materials, in terms of particle size, shape, composition, density, and hardness,<sup>16</sup> as well as temperature management while sintering and cooking the ceramic coating, may be related to these delamination processes.<sup>20</sup>

In order to improve bond strength between zirconium structure and coating material, some studies recommend sandblasting to achieve surface roughness in zirconium and create micro-retentions.<sup>7, 10</sup> However, it has also been found that sandblasting can trigger a transition from tetragonal to monoclinic phase, affecting the mechanical strength of zirconium and most likely the binding capacity of the coating material.<sup>10, 11</sup> This happens because the coefficient of thermal expansion of zirconium in monoclinic phase is  $7.5 \times 10^{-6}/K$ , significantly lower than that of zirconium in tetragonal phase,  $10.8 \times 10^{-6}/K$ . This creates a difference in coefficient of thermal expansion between zirconium and ceramic coating, producing tensions at the interface between these materials, which leads to fractures and ceramic delamination. It is very likely that the sandblasting effect, or a mechanical grinding like the one performed in this study, affect the mechanical strength of Y-TZP and the quality of bonding to ceramic coating.<sup>10</sup>

When comparing metal-ceramic and zirconium-ceramic bonding, the latter was always lower, ranging from 21.9 to 31.0 MPa; <sup>22-24</sup> in fact, the shear bond strength values found in this study

obtenidos en este estudio oscilaron entre 0,66 y 30,36 MPa, similar a los estudios realizados por Aboushelib en 2006 y 2008.<sup>8, 16</sup>

Una vez que los cubos están listos para unir la cerámica de recubrimiento a ellos, viene la aplicación del liner sobre la superficie del zirconio con un pincel. El objetivo de este material es enmascarar el color blanco propio del zirconio y proporcionar la propiedad de humectabilidad a la superficie del mismo. La composición química de los liners varía dependiendo del fabricante, pero el principal componente es el  $\text{SiO}_2$ , que es el mismo que se encuentra en la cerámica de recubrimiento.<sup>19</sup>

En este estudio se realizó traba mecánica seguida de la aplicación del liner, que es la recomendación de las diferentes compañías, para luego colocar la cerámica de recubrimiento. En las imágenes mostradas por el microscopio electrónico de barrido se observaron áreas seccionadas en la interfaz del zirconio y la cerámica de recubrimiento, con muchos defectos y poros. Lo que indica que el liner no generó una excelente humectabilidad ni penetración en las superficies irregulares, por lo que se produjeron fallas adhesivas en todas las muestras en las que se realizó la traba mecánica. Esto último se puede relacionar con otros estudios, como el de Fisher y colaboradores,<sup>10</sup> en el que también se evaluó la resistencia de unión al cizallamiento de la cerámica de recubrimiento realizando modificaciones en la superficie del zirconio. Estos autores concluyen que la fuerte unión de las cerámicas de recubrimiento a la superficie pulida del zirconio sugiere una unión química estable de ambos materiales, mientras que una superficie rugosa producida por el arenado no mejora la resistencia de unión.

En otros estudios, como el de Aboushelib et al en 2006, Kim et al en 2007 y Studart et al en 2007,<sup>16, 18, 19</sup> la aplicación de liner no afectó la resistencia de unión al cizallamiento. También se observaron fallas adhesivas en la interfaz, similares a los resultados de este estudio. La formación de porosidades y microespacios en la interfaz es un factor que debilitó la unión en las muestras con retención mecánica, lo cual es comparable con los hallazgos en el estudio de Guess en el 2008, en el que se presentó dicha formación.<sup>9, 16, 25, 26</sup>

ranged from 0.66 to 30.36 MPa, which are similar to the studies conducted by Aboushelib in 2006 and 2008.<sup>8, 16</sup>

Once the blocs are ready to be bonded to the ceramic coating, the liner is applied to the zirconium surface with a brush. The purpose of this material is masking the white shade of zirconium and providing wettability to its surface. The chemical composition of liners varies depending on manufacturer, but their main component is  $\text{SiO}_2$ , which is the same as the ceramic coating.<sup>19</sup>

This study used mechanical grinding followed by liner application, as recommended by several manufacturers, and then ceramic application. The scanning electron microscope photos showed sectioned areas in the zirconium-ceramic coating interface, with abundant pore defects. This demonstrates that the liner did not produce excellent wettability or penetration on irregular surfaces, resulting in adhesive failure in all the samples that were modified with mechanical grinding. This may be compared to other studies, such as that by Fisher et al,<sup>10</sup> who also assessed shear bond strength of ceramic coating making changes in the zirconium surface. The authors conclude that the strong bonding of the ceramic coating to the polished zirconium surface suggests a stable chemical bonding of both materials, while a rough surface produced by sandblasting does not improve bonding strength.

In other studies, such as those by Aboushelib et al in 2006, Kim et al in 2007, and Studart et al in 2007,<sup>16, 18, 19</sup> liner application did not affect shear bond strength. They also observed adhesive interface failures, similar to the results of this study. The formation of porosity and microgaps on the interface is a factor that reduced bonding in the samples with mechanical retention, which is comparable with the findings by Guess in 2008, where such formation occurred as well.<sup>9, 16, 25, 26</sup>



En un estudio realizado por Kim y colaboradores en el 2011,<sup>18</sup> los autores demostraron que la aplicación de un liner incrementa la posibilidad de falla en la interfaz entre la cerámica de recubrimiento y la estructura de zirconio, y que un arenado con partículas de óxido de aluminio de 100 micrómetros y con una presión de 0,4 MPa por 10 s puede ser más útil que la aplicación de un liner para incrementar la resistencia de unión. Sus hallazgos se dieron en el grupo control, en el que no se realizó tratamiento de la superficie, dando como resultado 32,08 MPa, mientras que en el tratamiento de la superficie con microarenado el resultado fue de 36,63 MPa, con microarenado y liner fue de 30,51 MPa y con solo liner de 27,87 MPa. Contrario a los resultados de este estudio, en los grupos B y C (en donde se realizaron las retenciones), se disminuyó la resistencia de unión comparado con el grupo control (grupo A), en el cual las superficies no fueron preparadas y se aplicó únicamente el liner, lo que aumentó la resistencia de unión en la interfaz. Es de aclarar que en el presente estudio se manejó una macrotraba y no microrretenciones como en el estudio mencionado, lo cual pudo haber generado la falta de humectabilidad y permitir que el liner se depositara en esas macrorretenciones, generando los bajos valores.

Algunas investigaciones concluyen que el arenado con  $Al_2O_3$  produce traba mecánica en la superficie del zirconio y mejora la unión con la cerámica de blindaje.<sup>26,27</sup> Otras investigaciones, por el contrario, sostienen que un arenado con  $Al_2O_3$  no altera la superficie del zirconio en In-Ceram Zirconio, aunque este arenado fue realizado con óxido de aluminio con un tamaño de partícula de  $50 \mu m$  a una presión de 0,25 MPa.<sup>11</sup>

Los resultados encontrados en el presente estudio, y los que muestra la evidencia, generan la posibilidad de seguir investigando las diversas formas de obtener una unión óptima entre el material de blindaje y una superficie de zirconio. El uso de zirconio liso o de macro o microrretenciones con determinado producto, además del uso del liner, abre la expectativa del futuro de la unión de tan complicada interfaz. Lograr una unión estable implica no solo conceptos físico-mecánicos, sino también conocimientos adecuados de los materiales y una

In a study by Kim et al in 2011,<sup>18</sup> the authors showed that liner application increases the chance of failure at the interface between ceramic coating and zirconium structure, and that sandblasting with aluminum oxide particles of 100 micrometers and a pressure of 0.4 MPa for 10 seconds can be more useful than applying a liner to increase bond strength. Their findings occurred in the control group, in which the surfaces were not treated, obtaining 32.08 MPa, while in samples with surface treatment with sandblasting the result was 36.63 MPa, with sandblasting and liner it was 30.51 MPa, and with liner only, 27.87 MPa. Contrary to the results of the present study, in groups B and C (where retentions were made), shear bond strength decreased compared with the control group (Group A), where surfaces were not prepared and only liner was applied, increasing bond strength in the interface. It is worth noting that this study used macro-grinding instead of micro-retentions as in the aforementioned study, which could have caused lack of wettability, allowing the liner to be deposited in these macro-retentions, resulting in low values.

Some studies conclude that sandblasting with  $Al_2O_3$  produces mechanical grinding on the zirconium surface, improving bond strength to ceramic coating.<sup>26,27</sup> Other studies, on the other hand, claim that sandblasting with  $Al_2O_3$  does not alter the zirconium surface in In-Ceram Zirconio, although this sandblasting was performed with aluminum oxide of  $50 \mu m$  in size at a pressure of 0.25 MPa.<sup>11</sup>

The findings of the present study, as well as those offered by other evidence, suggest the need for further studies on ways of obtaining optimal bonding between coating material and zirconium surface. Using smooth zirconium or macro- or micro-retentions with certain product, in addition to the use of liner, opens expectations for future bonding of this complicated interface. Achieving a stable bonding involves not only physical-mechanical concepts, but also adequate knowledge of materials and

manipulación adecuada de los mismos. Los fabricantes deben hacer su trabajo, y los técnicos y clínicos deben entender el suyo, para así conseguir restauraciones funcionales y longevas.

## CONCLUSIONES

Dentro de las limitaciones de este estudio, y por los resultados encontrados, se puede concluir que:

- No es necesario preparar la superficie de zirconio con fresas como las utilizadas en este estudio para mejorar la resistencia de unión con la porcelana de recubrimiento.
- La falta de humectabilidad cumple un papel importante cuando se prepara la superficie de zirconio con macrorretenciones, ya que es posible que la tensión superficial del liner no sea la adecuada en superficies tratadas, lo que disminuye la resistencia de unión entre ambos materiales.
- La utilización del zirconio sin preparar la superficie, o preparándola con macrorretenciones, más el uso o no de un liner, abren la expectativa de la interfaz entre ambos materiales, por tratarse de una interfaz compleja debido a las características propias de los materiales que intervienen. Lograr una unión estable implica no solo conceptos físico-mecánicos, sino también un conocimiento adecuado de estos materiales y una manipulación apropiada por parte de técnicos y clínicos.

## SUGERENCIAS

- En vista de los resultados encontrados en el presente estudio y los que muestra la evidencia, se genera la posibilidad de seguir investigando las diversas formas de obtener una óptima unión entre el material de recubrimiento y la superficie de zirconio.
- Los fabricantes deben estar a la vanguardia para mejorar las técnicas y métodos de fabricación de sus

proper handling of them. Manufacturers should do their job, and technicians and clinicians should understand theirs, in order to achieve functional and long-lasting restorations.

## CONCLUSIONS

With the limitations of this study and its results, the following conclusions can be drawn:

- It is not necessary to prepare the zirconium surface with burs like the ones used in this study to improve bond strength to ceramic coating.
- Lack of wettability plays an important role in preparing zirconium surfaces with macro-retentions, since the liner's surface tension may not be adequate on treated surfaces, decreasing bond strength between both materials.
- Using zirconium with no prior surface preparation, or preparing it with macro-retentions, opens the expectations on the interface between these two materials, because it is a complex interface due to the characteristics of involved materials. Achieving stable bonding involves not only physical-mechanical concepts, but also an adequate knowledge of these materials and appropriate handling of them by technicians and clinicians.

## SUGGESTIONS

- In light of the findings of the present study and those offered by other evidence, further research is needed in terms of the various ways of achieving optimal bonding between coating material and zirconium surface.
- Manufacturers must be at the forefront to improve techniques and manufacturing methods of their

productos en general, en especial los mencionados en este estudio, apoyados en investigaciones serias. Deben además dar una capacitación adecuada a técnicos y odontólogos para su adecuado manejo; a su vez, estos últimos deben conocer dichos productos para así conseguir restauraciones funcionales y longevas.

## CONFLICTO DE INTERESES

Los autores declaran que no existe ningún conflicto de interés.

## AGRADECIMIENTOS

A Óscar Pascuas, técnico dental que elaboró los cuerpos de prueba para esta investigación en el laboratorio.

## CORRESPONDENCIA

Juliana Zuluaga Londoño  
jzuluagal@yahoo.com.ar  
Cra. 36 # 3Bis-36, Edificio Santa Verónica, Apto. 203  
Calí, Colombia

products in general, in particular those referred to in this study, supported by serious research. They must also provide technicians and dentists with training in proper management; in turn, the latter should know these products in order to achieve functional and long-lasting restorations.

## CONFLICT OF INTERESTS

The authors state that they have no conflict of interests.

## ACKNOWLEDGMENTS

To Óscar Pascuas, dental technician who prepared the samples for this study in the laboratory.

## CORRESPONDING AUTHOR

Juliana Zuluaga Londoño  
jzuluagal@yahoo.com.ar  
Cra. 36 # 3Bis-36, Edificio Santa Verónica, Apto. 203  
Calí, Colombia

## REFERENCIAS / REFERENCES

1. Villarreal E, Sánchez LA, Musip S, Gómez A. Dióxido de zirconio en odontología: un camino hacia la búsqueda del material ideal. *Dentum* 2007; 7(3): 113-111.
2. Della-Bona A. Adhesión a las cerámicas: evidencias científicas para el uso clínico. São Paulo: Artes Medicas; 2009.
3. Vagkopoulou T, Koutayas SO, Koidis P, Strub JR. Zirconia in dentistry: Part 1. Discovering the nature of an upcoming bioceramic. *Eur J Esthet Dent* 2009; 4(2): 130-151.
4. Denry I. State of the art of zirconia for dental applications. *Dent Mater* 2008; 24(3): 299-307.
5. Fisher J, Stawarczyk B, Trottmann A, Hammerle C. Impact of thermal misfit on shear strength of veneering ceramic/zirconia composites. *Dent Mater* 2009; 25(4): 419-423.
6. Al-Dohan H, Yaman P, Dennison JB, Razzoog M, Lang B. Shear strength of core-veneer interface in bi-layered ceramics. *J Prosthet Dent* 2004; 91(4): 349-355.
7. Aboushelib MN, De Jager N, Kleverlaan C. Microtensile bond strength of different components of core veneered all-ceramic restorations: Part I. *Dent Mater* 2005; 21(10): 984-991.
8. Aboushelib MN, Kleverlaan C, Feilzer AJ. Effect of zirconia type on its bond strength with different veneer ceramics. *J Prosthodont* 2008; 17(5): 401-408.

9. Guess P, Kuliš A, Witkowski S, Wolkewitz M, Zhang Y, Strub J. Shear bond strengths between different zirconia cores and veneering ceramics and their susceptibility to thermocycling. *Dent Mater* 2008; 24(11): 1556-1567.
10. Fischer J, Grohmann P, Stawarczyk B. Effect of zirconia surface treatments on the shear strength of zirconia/veneering ceramics composites. *Dent Mater J* 2008; 27(3): 448-454.
11. Guazzato M, Albakry M, Ringer SP, Swain MV. Strength, fracture toughness and microstructure of a selection of all-ceramic materials. Part II. Zirconia-based dental ceramics. *Dent Mater* 2004; 20(5): 449-456.
12. Ban S. Reliability and properties of core materials for all-ceramic dental restorations. *Jpn Dent Sci Rev* 2008; 44(1): 3-21.
13. Vega del Barrio JM. Resistencia al cizallamiento de un sistema totalmente cerámico frente a siete sistemas ceramo-metálicos: estudio comparativo. *RCOE*. 2005; 10 (5-6): 529-539.
14. International Organization for Standardization. ISO 9693:1999: metal-ceramic dental restorative systems. Ginebra: ISO; 1999.
15. Al-Dohan H, Yaman P, Dennison J, Razzoog M, Lang B. Shear strength of core-veneer interface in bi-layered ceramics. *J Prosthet Dent* 2004; 91(4): 349-355.
16. Aboushelib M, Kleverlaan C, Feilzer A. Microtensile bond strength of different components of core veneered all-ceramic restorations. Part II: Zirconia veneering ceramics. *Dent Mater* 2006; 22(9): 857-863.
17. Kim HJ, Lim HP, Park YJ, Vang MS. Effect of zirconia surface treatments on the shear bond strength of veneering ceramic. *J Prosthet Dent* 2011; 105(5): 315-322.
18. Kim B, Zhang Y, Pines M, Thompson VP. Fracture of porcelain-veneered structures in fatigue. *J Dent Res* 2007; 86(2): 142-146.
19. Studart AR, Filser F, Kocher P, Luthy H, Gauckler LJ. Mechanical and fracture behavior of veneer-framework composites for all-ceramic dental bridges. *Dent Mater* 2007; 23(1): 115-123.
20. Mainjot A, Schajer G, Vanheusden A, Sadoun M. Influence of cooling rate on residual stress profile in veneering ceramic: measurement by hole-drilling. *Dent Mater* 2011; 27(9): 906-914. DOI: 10.1016/j.dental.2011.05.005
21. Vult-von-Steyern P, Carlson P, Nilner K. All-ceramic fixed partial dentures designed according to the DC-Zirkon technique. A 2-year clinical study. *J Oral Rehabil* 2005; 32(3): 180-187.
22. Ashkanani HM, Raigrodski AJ, Flinn BD, Heondl H, Manel LA. Flexural and shear strengths of ZrO<sub>2</sub> and a high-noble alloy bonded to their corresponding porcelains. *J Prosthet Dent* 2008; 100(4): 274-284.
23. Akova T, Ucar Y, Balkaya MC, Brantley WA. Comparison of the bond strength of laser-sintered and cast base metal dental alloys to porcelain. *Dent Mater* 2008; 24(1): 1400-1404.
24. Joias RM, Tango RN, Junho-de-Araujo JE, Junho-de-Araujo MA, Ferreira-Anzaloni-Saavedra GdeS, Paes-Junio TJ et al. Shear bond strength of a ceramic to Co-Cr alloys. *J Prosthet Dent* 2008; 99(1): 54-59.
25. Dündar M, Ozcan M, Gökçe B, Cömlekoğlu E, Leite F, Valandro LF. Comparison of two bond strength testing methodologies for bilayered all-ceramics. *Dent Mater* 2007; 23(5): 630-636.
26. Luthardt RG, Sandkuhl O, Reitz B. Zirconia-TZP and alumina-advanced technologies for the manufacturing of single crowns. *Eur J Prosthodont Rest Dent* 1999; 7(4): 113-119.
27. Blatz MB, Sadan A, Martin J, Lang B. In vitro evaluation of shear bond strengths of resin to densely-sintered high-purity zirconium-oxide ceramic after long-term storage and thermal cycling. *J Prosthet Dent* 2004; 91(4): 356-362.