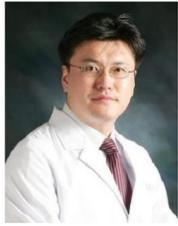


# Effets du traitement acide par ultrasons sur la force de liaison résine-zircone

Horim Lee<sup>1\*</sup>, Changwoo Woo<sup>2</sup>, Janghyun Paek<sup>3</sup>, Jürgen Geis-Gerstorfer<sup>4</sup>



<sup>1</sup>S-D Dental Clinic, Seoul, Rep. of Korea

<sup>2</sup>Yonsei University, Seoul, Rep. of Korea

<sup>3</sup>Kyung Hee University, Seoul, Rep. of Korea

<sup>4</sup>Section for Medical Materials & Technology, Eberhard-Karls University Tübingen, Germany



## Introduction

De nos jours, l'oxyde de zirconium est largement utilisé en dentisterie restauratrice en raison de sa biocompatibilité, de son esthétique et de ses propriétés mécaniques. La chape en oxyde de zirconium pour armature de prothèse partielle fixe nécessite également l'application de céramique cosmétique et de ciment à base de résine. Pour favoriser l'emboîtement micromécanique, de nombreuses méthodes de rugosité de surface pour la zircone ont été développées. Le traitement à l'acide fluorhydrique (HF) est couramment utilisé sur les céramiques à base de silice pour générer une rugosité de surface. Récemment, en raison de sa résistance aux techniques de gravure conventionnelles, une technique alternative de mordantage de la couronne en zircone a été introduite pour augmenter la rugosité de la surface. Et il serait également utile d'augmenter la force de liaison du ciment de résine. Casucci et al. ont constaté que le mordantage à l'acide chaud augmentait la force

de liaison entre la zircone et les résines. Les propriétés mécaniques de la zircone n'ont pas été affectées, ce qui était à son tour dû à sa faible température de manipulation. [1, 2] De plus, l'oxyde de zirconium gravé à chaud avec H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>/HF/HNO<sub>3</sub> et HF/HNO<sub>3</sub> a créé d'excellents réseaux tridimensionnels. [3] Les ultrasons joueraient un rôle important dans le mouvement moléculaire car plus facilement les protons s'ionisent, plus les résultats sont acides. Par conséquent, la zircone pourrait être dissoute efficacement dans des acides avec des ultrasons.

## But de l'étude

Le but de cette étude est d'étudier la résistance au cisaillement des ciments résines sur un bloc d'oxyde de zirconium mordancé/non mordancé. L'hypothèse nulle de cette étude était que le mordantage acide par ultrasons n'affecte pas les valeurs de résistance au cisaillement entre l'oxyde de zirconium et les ciments résine.

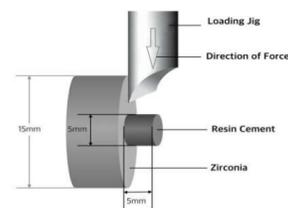
## Matériaux et méthodes

Un noyau de zircone (ACUCERA Inc., Corée) et deux ciments-résine ont été sélectionnés. Rely X Unicem U200 (3M Deutschland GmbH, Allemagne) et Multilink N (Ivoclar Vivadent AG, Liechtenstein) ont été utilisés. Quarante-huit disques Y-TZP (polycristaux d'yttria et de zircone tétragonale) (diamètre 15 mm, hauteur 4 mm) ont été produits et finis et polis comme un miroir. Les disques Y-TZP ont été assignés au hasard à quatre groupes (n=12 par groupe) en fonction du traitement de surface et de la résine-ciment utilisés. Quatre groupes expérimentaux ont été présentés comme suit : Multilink sur surface dépolie à l'acide (M/E), Unicem sur surface dépolie à l'acide (U/E), Multilink sur surface polie (M/P), Unicem sur surface polie (U/P).

La moitié des spécimens ont été plongés dans une solution HF/HNO<sub>3</sub> (ZIRCOS-E, Bioden co., Corée) [Fig. 1] et conservé pendant 30 min avec 5 min aux ultrasons. Après rinçage à l'eau distillée et nettoyage à la vapeur, les processus de recuit ont ensuite été effectués à 1150 °C. Pour le test de résistance au cisaillement, des ciments résine (diamètre 6 mm, hauteur 5 mm) ont été collés sur la surface Y-TZP



[Fig 1] ZIRCOS-E, Bioden.co., Korea



[Fig 2] Illustration of the SBS testing.

en utilisant la clé de positionnement selon les recommandations des fabricants.

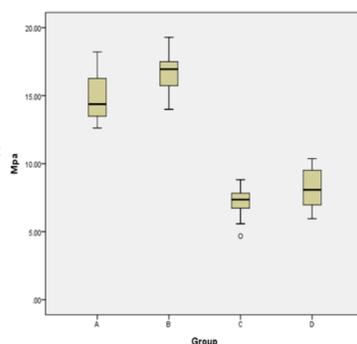
La rugosité de surface de 3 spécimens de chaque groupe a été évaluée à l'aide d'un analyseur optique 3D (Burker, Daltonik, Allemagne) et une analyse au microscope a été effectuée. Les spécimens liés ont été soumis à un test de résistance au cisaillement (SBS) à une vitesse de traverse de 1 mm/min en utilisant une machine d'essai universelle (Instron modèle 3366, États-Unis). [Figure. 2]

Après le test de résistance au cisaillement, toutes les surfaces fracturées des spécimens ont été examinées pour déterminer le modèle de défaillance par un microscope numérique utilisant un grossissement X10. Les modes de fracture ont été classés en défaillance adhésive (fracture se produisant à l'interface résine-ciment et zircone), défaillance cohésive (fracture se produisant dans le résine-ciment) ou défaillance mixte (apparition à la fois de défaillance adhésive et de défaillance cohésive). Les analyses statistiques ont été réalisées à l'aide du logiciel statistique IBM SPSS Statistics 22. Le test de Levene a été appliqué pour assurer la distribution normale des données avant l'ANOVA ( $p < .05$ ). L'ANOVA à un facteur a été réalisée pour chaque groupe afin de déterminer la différence des valeurs de résistance au cisaillement ( $p = 0,05$ ).

## Resultats et Discussion

Les valeurs moyennes de résistance au cisaillement et les écarts types de chaque groupe sont fournis dans le tableau 1 et présentés dans une boîte à moustaches. [Figure. 3] La moyenne  $\pm$  écart type de la résistance au cisaillement était de  $14,9 \pm 1,9$  MPa en U/E,  $16,6 \pm 1,4$  MPa en M/E,  $7,2 \pm 1,1$  MPa en U/P,  $8,2 \pm 1,5$

MPa dans le groupe M/P, respectivement, et étaient significativement différents ( $p < 0,05$ ). La résistance moyenne au cisaillement était la plus élevée dans le groupe M/E, suivi des groupes U/E, M/P et U/P. [Fig 3] Box-plot diagram of the shear bond

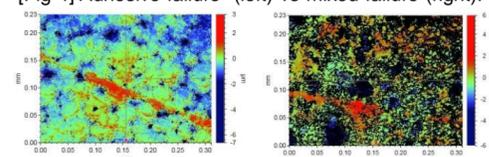


	Group U/E(A)	Group M/E(B)	Group U/P(C)	Group M/P(D)
Mean(Mpa)	14.9	16.6	7.2	8.2
SD	1.9	1.4	1.1	1.5

strength (Mpa)  
[Table 1] The shear bond strength values of each group



[Fig 4] Adhesive failure (left) vs mixed failure (right).



[Fig 5] images 3D optique de poli (gauche) et HF/HNO<sub>3</sub> mordancé avec ultrasons (droite).

La plupart des échantillons des groupes de polissage (U/P et M/P) présentaient un mode de défaillance adhésif et la plupart des échantillons des groupes de mordantage (U/E et M/E) présentaient un mode de défaillance mixte à l'interface entre la zircone et les ciments résine. [Figure. 4] Des images optiques 3D de la surface polie et gravée de la zircone sont présentées sur la figure 5. La gravure à l'acide par ultrasons a donné des textures rugueuses, tandis qu'une morphologie relativement plate à l'échelle du micron par rapport au polissage miroir. La gravure au HF/HNO<sub>3</sub> a ouvert les espaces intergrains et révélé un réseau tridimensionnel poreux. [3]

## Conclusion

La zircone est difficilement dissoute par le traitement à l'acide fluorhydrique (HF), couramment utilisé sur les céramiques à base de silice. Une technique alternative de gravure de surface de la chape en zircone est introduite pour augmenter la rugosité de la surface. Une combinaison de mordantage acide avec HF/HNO<sub>3</sub> et ultrasons semblait être plus prometteuse pour améliorer les performances de liaison des ciments à base de résine. Dans les limites de cette étude, par rapport au mordantage sans mordantage, le mordantage à l'acide par ultrasons a amélioré la résistance au cisaillement entre la zircone et les ciments résine.

**Acknowledgments:** We thank to Ivoclar Vivadent AG (Liechtenstein) for supporting the materials.