

University of Mosul  
College of Dentistry



**The Effects of Hydrogen peroxide and Citric  
acid Solutions on Surface Conditioning of  
Different Zirconia Based Restorations Bonding  
to Resin Cement (An invitro Study)**

A Dissertation submitted By  
**Nadia Hameed Hasan Al Kazaz**

To  
The Council of College of Dentistry  
Mosul University  
In a Partial Fulfillment of the Requirements for the Degree of  
Philosophy Doctorate In Dental Science / Conservative  
Dentistry

**Supervised By**

Ass.Prof. Dr.  
**Ma'an M. Nayif**

Prof. Dr.  
**Amer A. Taqa**

**1440 A.H.**

**2019 A.D**

## Abstract

**Aim of the study:** was to determine the effect of a chemically conditioning of the intaglio zirconia surface with a different chemical solutions on micro-shear bond strength of a dual cure resin cement that bonded to the four types of Y-TZP ceramics and the effect of such conditioning on the mechanical, chemical structure, and surface topographical properties.

**Materials and methods:** 276 zirconia specimens prepared from ((Framework Blank-UPCERA HT White, China), (Full Dental Zirconia Blank-BruxZir® Solid Zirconia, USA and Copran® Zr-i Monolith Symphony, White-peaks Multilayer, Germany )) and milled by a Computer-Aided Design/Computer-Aided Manufacture system, sintered, then randomly divided into three groups. One as a control group while the intaglio surface of the two other groups conditioning either by a 30% Hydrogen peroxide (5 min.) or 30% Citric acid (10 min.). Micro-shear bond strength test used to measuring the RelyX Unicem Maxicap Self-Adhesive Resin Cement (3M ESPE, USA) / zirconia adherence force using the universal testing machine. Flexural strength, microhardness, Fourier Transform Infra- Red Spectroscopy (FTIR), Atomic Force Microscope, and Scanning Electron Microscope(SEM) tests were performed to evaluate mechanical, chemical structure and topographical properties of the zirconia materials respectively. All data were analyzed using one-way ANOVA at p value  $\leq 0.05$  followed by Duncan's Multiple Range Test.

**Results:** conditioning of the zirconia intaglio surface either by a Hydrogen Peroxide or Citric acid solutions showed a significantly

## *Abstract*

---

increasing in cement/zirconia bonding strength with a highest cement adhesion value for UPCERA and BruxZir colored (6.1 Mpa) with Hydrogen Peroxide and for BruxZir colored (1.05 Mpa) with Citric acid conditioning respectively compared to other zirconia. Conditioning the zirconia with Hydrogen Peroxide showed a significant decreasing of their Flexural Strength values but with Citric acid a significant Flexural Strength increasing for both BruxZir non-colored and UPCERA (617.5, 11.212 Mpa) comparing to their control values. A significantly decreasing in Microhardness value for BruxZir colored and non-colored zirconia with Hydrogen peroxide(13611 Mpa) and Citric acid(1503.5 Mpa) conditioning comparing to their control values (123.7, 111.6 Mpa) while a significantly increasing in Microhardness value for UPCERA (16312, 15015 ) and Copran® Zr-I (15165, 1753.2 Mpa) after either Hydrogen peroxide and Citric acid conditioning respectively comparing to their control values. A significantly lowest root mean square surface roughness value for Copran® Zr-I (3101) with Hydrogen peroxide conditioning in comparing to its control and other zirconia groups but with Citric acid the root mean square surface roughness value of Copran® Zr-I showed a highest value in comparing to its control and other zirconia groups. With FTIR analysis, a new bands formation appeared at (1637  $\text{cm}^{-1}$ , and 3352  $\text{cm}^{-1}$ ) with Hydrogen Peroxide, and at (630  $\text{cm}^{-1}$ , and 1663  $\text{cm}^{-1}$ ) with Citric acid for all zirconia tested. With SEM analysis, evidence of a new lines, scratches, surface dissociation in conditioned groups comparing to a control one for the tested zirconia materials.

**Conclusion:** Within the limitation of this in vitro study, both Hydrogen peroxide and Citric acid conditioning solution improve cement/ zirconia adhesion but Citric acid better with an evidence of a different changes

## *Abstract*

---

(increase or decrease) in the zirconia mechanical properties (flexural strength and microhardness) and topographical with chemical structure alteration for zirconia materials after conditioning.



جامعة الموصل  
كلية طب الأسنان

تأثير محلولي بيروكسيد الهيدروجين وحامض الستريك على  
المعالجة السطحية للترميمات الزركونية المختلفة وارتباطها  
بالأسمنت اللصاق (دراسة مختبرية)

رساله تقدمت بها

ناديه حميد حسن القزاز

إلى

مجلس كلية طب الأسنان

جامعة الموصل

كجزء من متطلبات نيل شهادة الدكتوراه فلسفة في علوم طب الأسنان/ العلاج

التحفظي

بإشراف

الأستاذ الدكتور

عامر عبد الرحمن طاقه

الأستاذ المساعد الدكتور

معن موفق نايف

١٤٤٠ هجري

٢٠١٩ ميلادي

## المخلص

**الهدف من الدراسة:** كان لبيان تأثير المعالجة الكيميائية لسطح غلاف الزركونيا الداخلي بعدة محاليل كيميائية على قوة الربط القصي الدقيقة بين مادة السمنت الراتنج ثنائية التصلب والسطح الداخلي لأربعة أنواع من اغلفه الزركونيا و تأثير هذه المعالجة على الخواص الميكانيكية، الكيميائية وخشونة سطح الزركونيا.

**المواد وطرق البحث:** تم تحضير ٢٧٦ عينة من مادة الزركونيا ايسيرا، ابروكزير والمتعدد الطبقات باستخدام نظام التصميم والتصنيع بمساعدة الكمبيوتر والتي لبدت وقسمت عشوائيا إلى ثلاث مجاميع عولج سطحها الداخلي كيميائيا إما ب ٣٠٪ من بيروكسيد الهيدروجين ل (٥ دقائق) أو ب ٣٠٪ من حامض الستريك ل(١٠ دقائق) بينما المجموعة الثالثة كانت قياسيه وبعد تثبيت ماده السمنت الراتنج ثنائية التصلب نوع ريلي اكس مكسي كاب على السطح الداخلي لعينات الزركونيا استخدمت قوة الربط القصي الدقيقة لفحص قوة الالتصاق بين ماده السمنت والزركونيا باستخدام ماكينة الفحص العالمية كذلك فحص تأثير المعالجة الكيميائية لسطح الزركونيا الداخلي على قوة الانثناء، الصلابة الدقيقة، وخشونة السطح واستخدم كل من التحليل الطيفي للأشعة تحت الحمراء ( مجهر القوة الذرية والماسح الضوئي ) لتقييم التركيب الكيميائي والخصائص الطبوغرافية لمواد الزركونيا وحللت جميع البيانات باستخدام الفحص الإحصائي احادي الاتجاه عند قيمة ( $p \leq 0.05$ ) متبوعة باختبار دنكن متعدد المدى.

**النتائج:** استخدام بيروكسيد الهيدروجين أو حامض الستريك اظهر زيادة ملحوظة في قوة الالتصاق بين الأسمنت والزركونيا وكانت أعلى قيمة التصاق للأسمنت مع كل من ايسيرا و ابروكزير الملون بعد معالجته بيروكسيد الهيدروجين و ابروكزير الملون بعد معالجته بحامض الستريك على التوالي مقارنة بمواد الزركونيا الأخرى. أظهرت معالجه الزركونيا باستخدام بيروكسيد الهيدروجين انخفاضا كبيرا في قيمة قوة الانثناء ولكن مع حامض الستريك كانت الزيادة ملحوظة ل ايسيرا و ابروكزير غير ملون مقارنة بقيمهم القياسية. انخفاض كبير في قيمة الصلابة الدقيقة لكل ابروكزير ملون وغير الملون المعالج ب بيروكسيد الهيدروجين وحامض الستريك مقارنة بقيمتهما القياسية. اظهر استخدام بيروكسيد الهيدروجين وحامض الستريك

لمعالجه ابسيرلا والمتعدد الطبقات زيادة كبيرة في قيمة الصلادة الدقيقة مقارنة بالقيم القياسية الخاصة بهما مع دلالة لظهور أدنى قيمة خشونة للسطح بالنسبة لمتعدد الطبقات بعد المعالجة ببيروكسيد الهيدروجين ولكن مع حامض الستريك كانت اعلى قيمة خشونة سطح لمتعدد الطبقات مقارنة مع قيمتها القياسية والأنواع الأخرى من الزركونيا. التحليل الطيفي للأشعة تحت الحمراء اظهر تشكيل حزم جديده عند المعالجة ببيروكسيد الهيدروجين و حامض الستريك لجميع الزركونيا المختبرة ومع تحليل الماسح الضوئي ظهرت خدوش وخطوط مع تفكك للسطح.

**الاستنتاجات** في حدود هذه الدراسة المختبرية، عمل كل من محلول بيروكسيد الهيدروجين وحمض الستريك على تحسين قوة التصاق الأسمنت مع الزركونيا ولكن مع حامض الستريك كانت النتائج أفضل مع وجود دليل على حدوث تغيرات مختلفة في الخواص الميكانيكية والطبوغرافية مع تغير في التركيب الكيميائي لمواد الزركونيا.