

UN MÉTODO PARA MEJORAR LA ADHESIÓN ENTRE LA ZIRCONIA Y UN CEMENTO RESINOSO

A method to improve the adhesion between zirconia and a resinous cement

Cascante Calderón Marcelo *1, Villacís Altamirano Inés 1, Hian Da silva Lucas 2; Studart Medeiros Igor 3

¹ Departamento Clínica Integral. Universidad Central del Ecuador. Facultad de Odontología, Quito, Ecuador
 ² Departamento de Biomateriales y Biología Oral, Escuela de Odontología. Universidad Ciudad de São Paulo (UNICID), São Paulo, Brasil.
 ³ Departamento de Biomateriales y Biología Oral, Escuela de Odontología, Universidad de São Paulo, São Paulo, Brasil.

* mcascante@uce.edu.ec

ORCID: https://orcid.org/0000-0003-3474-6196 ORCID: https://orcid.org/0000-0002-3994-2121 ORCID: https://orcid.org/0000-0002-8277-7782

RESUMEN

El calor puede ser una fuente de mejora de la fuerza de unión (FU) de los agentes de enlace entre la zirconia y un cemento resinoso. **Objetivo:** Medir la FU de los agentes adhesivos utilizados para cementar la zirconia, cuando han sido calentados a 75 y 100°C. **Materiales y Métodos:** tres agentes de acoplamiento disponibles comercialmente, Single Bond Universal (3M), Monobond-N (Ivoclar Vivadent) y Clearfil Ceramic Primer (Kuraray America Inc). Se calentaron a 75°C y 100°C durante 5 min, y se usó un grupo de control a temperatura ambiente de 24°C. Para unir cerámica de zirconia (Y-TZP) con un cemento de resina a base de 10 MDP. Se determinó la fuerza de adhesión al microcizallamiento (μ SBS) para todos los materiales. El análisis estadístico se realizó con un ANOVA de 3 vías seguido de un Greenhouse-Geisser. Se realizó una prueba post-hoc de Tukey. Un α = 0,05 fue utilizado en la estadística. A través del microscopio se analizaron todas las superficies despegadas para clasificarlas en adhesivas, cohesivas y mixtas y se representaron en porcentajes. Resultados: Todos los agentes químicos tuvieron un mejor desempeño de su FU cuando fueron sometidos al tratamiento térmico. **Conclusión:** El calentamiento de los agentes de adhesión demostró ser efectivo en la FU, cuando se utilizaron para unir una 3Y-TZP a un cemento resinoso tanto, inmediatamente como después del envejecimiento.

Palabras clave: Fuerza de Adhesión, Tratamiento térmico, Zirconia, Adhesión en Odontología, Tratamiento de Superficie, Cemento Resinoso.

ABSTRACT

Heat can be a source of improve of bond strength (FU) of bonding agents between zirconia and a resin cement. **Objective:** To measure the FU of the bonding agents used to cement zirconia, when they have been heated at 75 and 100°C. **Materials and Methods:** three commercially available coupling agents, Single Bond Universal (3M), Monobond-N (Ivoclar Vivadent) and Clearfil Ceramic Primer (Kuraray America Inc). They were heated at 75°C and 100°C for 5 min, and a control group at room temperature of 24°C was used. For bonding zirconia ceramic (Y-TZP) with a 10 MDP based resin cement. Microshear bond strength (μ SBS) was determined for all materials. Statistical analysis was performed with a 3-way ANOVA with a Greenhouse-Geisser. A Tukey post-hoc test was performed. Through the microscope all the detached surfaces were analyzed to classify them as adhesive, cohesive and mixed and they were represented in percentages. Results: All chemical agents had a better performance of their immediate bond strength when subjected to heat treatment. Although their resistance decreased after aging, the final value was still high compared to the control group. **Conclusion:** Heating of the coupling agents proved to be effective in increasing their strength values, when used to bond a Y-TZP to a resinous cement in both cases, immediately and after aging.

Key words: Bond Strength, Heat Treatment, Zirconium, Adhesion in Dentistry, Surface Treatment, Resin Cement.

INTRODUCCIÓN

El uso de restauraciones dentales totalmente cerámicas se ha convertido en estos días en una necesidad debido a la alta demanda estética.1 Entre los muchos materiales cerámicos, se destaca la zirconia policristalina tetragonal estabilizada por Itria (Y-TZP), por ser el material de elección a la hora reemplazar dientes en regiones con alta carga masticatoria.² Sin embargo, su nula composición vítrea vuelven imposible su unión a un cemento resinoso.^{3,4} Una unión eficiente de la restauración dental al agente de cementación está directamente relacionado con el éxito clínico del procedimiento restaurador.5,6 Si esta unión es adecuada, se reducirá la posibilidad de deterioro de la restauración⁶, aumentará su resistencia a la fractura^{7,8}, permitirá un mejor sellado marginal y una preparación más conservadora debido a la compensación del aumento de la fuerza adhesiva.

Se han desarrollado varias técnicas en el intento de mejorar la unión adhesiva entre la Y-TZP y los cementos resinosos.^{4,9} La literatura ha demostrado que la silicatización seguida de silanización se ha convertido en el tratamiento superficial capaz de mejorar esta deficiencia de unión entre el cemento de resina y las cerámicas a base de zirconia.^{10,11} La manera más sencilla de conseguir la silicatización de la Y-TZP es por medio del sistema de arenado triboquímico Rocatec o Cojet (3M. Seefeld. Alemania).

Una vez silicatizada la zirconia, es posible utilizar un silano que ya puede unirse por medio de los terminales silanol formando una red de siloxano que permitirá su unión a un cemento resinoso. Sin embargo este enlace todavía es inestable por la hidrólisis a la que está expuesto el silano en presencia de humedad.¹²

Los sistemas adhesivos, también han estado evolucionado, nuevos agentes de acoplamiento y primers aparecieron con el propósito de promover una unión más estable entre la zirconia y un cemento resinoso. El monómero fosfato 10-MDP (10-metacryloyloxydecyldihydrogenfosfato) se ha convertido en el principal agente de esta categoría debido a su buen desempeño. ^{13,14}

Este monómero fosfato es una molécula bifuncional con una cadena orgánica polimerizable de 10 carbonos, en uno de sus extremos tiene un grupo ácido (fosfato) que reacciona con la zirconia silicatizada. La larga cadena de 10 carbonos actúa como un espaciador que afecta la hidrofilicidad, flexibilidad y humectabilidad de esta molécula.¹⁵ Al igual que con el silano, todavía no es posible mantener una unión duradera a largo plazo.

El tratamiento térmico de agentes de enlace: silanos y adhesivos, se ha presentado como una propuesta sencilla, simple y prometedora para mejorar su eficiencia en la promoción de mejores fuerzas de unión.^{3, 17-20} Este tratamiento proporcionaría energía para el sistema, promovería la evaporación del solvente y los subproductos que se forman durante la reacción química¹⁶, mejorando la adhesión.

Tanto para los silanos como para los primers cerámicos que contienen MDP, el tratamiento térmico ha mostrado buenos resultados.^{3, 17-19} Sin embargo, nuevas formulaciones y nuevos productos, vuelven obsoletos e inciertos los tratamientos térmicos previamente definidos en la literatura.

En otras palabras, se deben encontrar nuevas temperaturas y tiempos de tratamiento para definir un protocolo exitoso. El uso optimizado del agente de enlace ayudará a mejorar la adhesión y hacer más predecible y confiable el tratamiento de los clínicos. Por lo tanto, el presente estudio evaluó el efecto del calentamiento de los primers cerámicos y un adhesivo universal (todos con 10 MDP) sobre la resistencia de unión entre el cemento de resina y la Y-TZP, tanto inmediatamente y después del envejecimiento.

La hipótesis nula fue que la fuerza de unión (FU) de los primers cerámicos a base de 10 MDP y los silanos calentados a 75 y 100° C es igual a la FU de los mismos agentes de enlace, pero colocados a temperatura ambiente.

MATERIALES Y MÉTODOS

Fabricación de bloques Y-TZP

Para la fabricación de las muestras se utilizaron bloques parcialmente sinterizados de 3 Y-TZP Vita YZ-20/19 (VITA Zahnfabrik, Bad Saackingen, Alemania). Los bloques parcialmente sinterizados se seccionaron en una máquina de corte de precisión Isomet 1000 (Buehler, Lake Bluff, EE. UU.) con discos de diamante de 0,3 mm de espesor (Extec-Blade, XL 12235, Extec Corp, Enfield, EE.UU.) para producir 126 bloques más pequeños con dimensiones de aproximadamente 12 x 6 x 1,5 mm3. Después, los cuerpos de prueba fueron llevados a la cristalización final, en un horno ZYrcomat (VITA Zahnfabrik, Bad Saackingen, Alemania), según las recomendaciones del fabricante.

Finalmente, una de las áreas superficiales de los bloques seccionados se pulió con papel de carburo de silicio de grano 1200 *(SiC Grinding, Buehler, Dresden, Alemania).* En una máquina Politriz durante 3 minutos a 5 Newtons de presión.

Tratamiento superficial de bloques Y-TZP

Todos los bloques de 3 Y-TZP se limpiaron en agua desionizada mediante baño ultrasónico durante 3 minutos. La superficie pulida de los bloques Y-TZP recibió un recubrimiento triboquímico de sílice de 30 μ m (*Rocatec Soft, 3M ESPE, St. Paul, USA*) Con una presión de 2,8 bar durante 15 segundos con movimientos circulares. La distancia de arenado se estableció en 10mm con una inclinación de 45°. Después del tratamiento superficial, las muestras se limpiaron ultrasónicamente con agua desionizada y se secaron con aire libre de aceite durante 20 segundos.

Caracterización de superficies

Para caracterizar y garantizar la estandarización de la superficie tratada por el proceso de recubrimiento triboquímico de sílice, se midió la rugosidad media (Ra) de cuatro bloques de Y-TZP (n = 4) en μ m mediante un perfilómetro de contacto *(Dektak D150, Veeco, Nueva York, EEUU).* Se realizaron cinco escaneos con puntas de 12,5 μ m, antes y después del arenado sobre las superficies de Y-TZP. Los datos de Ra del Y-TZP se sometieron a una prueba t de student pareada ($\alpha = 0,05$).

Fabricación de las muestras

Los bloques de 3 Y-TZP se dividieron aleatoriamente en 3 grupos para recibir tres agentes de enlace diferentes. Tabla 1. En su superficie silicatada: GSb; grupo Single Bond Universal *(3M ESPE, St. Paul, EE. UU.)*, GMb; grupo Monobond-N *(Ivoclar Vivadent AG, Schaan, Liechtenstein)* y GCP; grupo Clearfil Ceramic Primer *(Kuraray America Inc. Nueva York, EE. UU).*

La aplicación del agente de acoplamiento se produjo frotando activamente un microbrush sobre la superficie de la Y-TZP durante 20 segundos. Luego de la aplicación, los bloques Y-TZP fueron nuevamente divididos en tres subgrupos, para recibir el tratamiento térmico en un horno por 5 minutos a las temperaturas: i) temperatura ambiente controlada (24°C), ii) 75°C y iii) 100°C. Después de los tratamientos térmicos, los bloques de Y-TZP se consideraron listos para el procedimiento adhesivo. Tabla 2

Tabla 1. Composición de	los materiales usados	para la investigación
-------------------------	-----------------------	-----------------------

Material	Composición	Fabricante	Batch No.
Vita Blocks Zirconia Translúcida Vita YZ T LL1/ligth	Zr02 (90-94% en peso) Y2O3 (4-6% en peso) Al2 O3 (0,3 %)	Zahnfabrik, Bad Saackingen, Germany	Lot51330
Single Bond 10-MDP, Universal dimethacrylato, copolimero de vitrebond , partículas inorgánicas, etanol aqua silano		3M/ ESPE	665023
Monobond N	Etanol, silano Area d metacrilato fosfórico, metacrilato sulfato.	e trazado ar/vivadent	W32658
Clearfil Ceramic Primer Primer HEMA, sílica coloid		Kuraray Noritake Dental Inc.Okayama Japan	9C0014
Panavia F 2.0 10-MDP, alifatico dimetacrilato, sílice, canforoquinona, iniciadores, catalizadores.		Kuraray Noritake Dental Inc.Okayama Japan	000056
Rocatec	Arena de alumina silicatizada (110 µm)	3M/ ESPE	539858

Para la conformación de los grupos experimentales, cilindros de 0.8 mm de diámetro de resina compuesta Z250 en color B2 (*3M ESPE, St. Paul, USA*) se cementaron con el cemento resinoso Panavia F 2.0 (*Kuraray America Inc., New York, USA*) en las superficies tratadas de los bloques Y-TZP. La cementación se realizó siguiendo las instrucciones del fabricante del Panavia F 2.0 y la fotoactivación se realizó con una unidad de luz LED con una irradianza de 1100 mW/cm² (*VALO, Ultradent Products Inc., South Jordan, USA*) durante 20 segundos.

Se cementaron un total de 6 cilindros de resina compuesta en cada superficie tratada de un bloque Y-TZP. La mitad de los cilindros (tres) fueron ensayados 24 horas después de cementados (inmediatamente), y la otra mitad fueron envejecidos a través de 2000 ciclos de termociclado (5 °C y 55°C, 30 s) y almacenados por dos meses en agua destilada a 37°C antes de la prueba. Se consideró como unidad de muestra para los grupos experimentales (n=14) el valor medio obtenido para los tres cilindros ensayados en el mismo momento de cada bloque Y-TZP.

Tabla 2. Descripción de los grupos experimentales

Grupos Experimentales (n=14)	Agente de enlace	Tratamiento térmico	Envejecimiento	
Sb24		24 %	No	
Sb24a		24 0	Si	
Sb75	Single Band Universal	75 %	No	
Sb75a	Single Bond Universal	15 0	Si	
Sb100		100 %0	No	
Sb100a		100 C	Si	
Mb24		24.90	No	
Mb24a		24 0	Si	
Mb75	Manahand N	75 %0	No	
Mb75a	Monoborid-N	75 C	Si	
Mb100		100 %	No	
Mb100a		100 0	Si	
Cp24		24 %	No	
Cp24a		24 0	Si	
Cp75	Clearfil Coromia Brimor	75 %0	No	
Cp75a	Cleanin Cerannic Frimer	15 0	Si	
Cp100		100 %	No	
Cp100a		100 0	Si	

Resistencia de unión al microcizallamiento

Todos los especímenes se sometieron a una prueba de resistencia de unión por microcizallamiento a través de la máquina universal Instron 5565 *(Instron Corp., Canton, USA)*. Todos los bloques Y-TZP se incrustaron en resina acrílica y se adaptaron a un dispositivo adecuado para la prueba de resistencia. La carga se aplicó con una velocidad transversal constante de 0,5mm/min con un alambre de ortodoncia de 0,2mm de diámetro adaptado a la interfaz adhesiva formada entre el cilindro de resina compuesta y la superfície Y-TZP. Se registró la fuerza máxima (Newtons) antes de que ocurriera la falla y se usó para calcular la fuerza de unión FU en MPa.

Después de la prueba de resistencia de la unión por microcizallamiento, todas las superfícies de fractura se analiza-



ron bajo un microscopio estereoscópico para clasificar los modos de falla. Los mismos que fueron descritos como 1) adhesivo, entre cemento y Y-TZP; 2) cohesivo en cemento de resina; 3) Falla mixta, adhesiva y cohesiva en la misma superfície de fractura. La distribución de los modos de falla se expresó en porcentajes.

Humectabilidad de la superficie Y-TZP

La humectabilidad de las superficies tratadas con Y-TZP por los agentes de acoplamiento y el tratamiento térmico se evaluaron mediante el ángulo de contacto formado entre la superficie y una gota de agua destilada. Un goniómetro *Drop Shape Analyzer DSA25 (Kröss, Hamburgo, Alemania)* produjo una gota sésil de 0.2 µl en la superficie de 3 bloques de zirconia que recibieron la aplicación de un tipo de agente de acoplamiento. La medida del ángulo de contacto formado entre la gota y la superficie de la Y-TZP se repitió cinco veces en los lados derecho e izquierdo, para luego calcular una media para cada bloque de Y-TZP. Los valores obtenidos (en grados) se sometieron a ANOVA de una vía y prueba de Tukey ($\alpha = 0,05$).

Análisis Estadístico

Los datos fueron analizados con el software estadístico Minitab 18 (Minitab Statistical Software, Minitab, LLC. Pennsylvania, USA) Debido a la gran cantidad de medidas repetidas consideradas en este estudio, se realizó el análisis de Modelos Lineales Mixtos: ANOVA de 3 vías (Split-plot) con ajuste de Greenhouse-Geisser y un factor de medidas repetidas (envejecimiento). Se realizó una prueba post-hoc de Tukey para localizar las diferencias entre los grupos experimentales. Todas las pruebas estadísticas tuvieron un nivel de significación del 5% ($\alpha = 0.05$).

RESULTADOS

Resistencia de unión al microcizallamiento

Los valores promedio y desviación estándar de la resistencia de la unión al microcizallamiento considerando solo los agentes de acoplamiento, el tratamiento térmico y el envejecimiento de las muestras se representan gráficamente en las figuras 1, 2 y 3, respectivamente. La figura 2 muestra claramente que los mejores valores de adhesión fueron alcanzados por aquellos grupos en los cuales se calentaron los agentes de enlace antes de hacer la adhesión.

El ANOVA de 3 vías mostró un efecto significativo del tipo de agente adhesivo utilizado (p= 0,0001), el tratamiento térmico (p = 0,0001) y el envejecimiento de las muestras (p= 0,0001) sobre la resistencia de la unión al microcizallamiento.

La Figura 3 presenta gráficamente las medias y las desviaciones estándar de todos los grupos experimentales considerando solo la interacción entre el agente de acoplamiento y el envejecimiento. Las medias y las desviaciones estándar para todos los grupos experimentales se presentan en la Tabla 3. Los modos de falla de las muestras se identificaron para todos los grupos experimentales y se presentan en la Tabla 4, en porcentaje. Nuevamente se puede observar cómo los grupos tratados con calor tuvieron los mejores resultados de FU.





Figura 2. Las columnas que representan la media y la desviación estándar de la resistencia de la unión al microcizallamiento considerando solo el tratamiento térmico. Letras diferentes representan diferencias estadísticas por la prueba de Tukey a un nivel del 5%



Revista OACTIVA UC Cuenca. Vol. 7, No. 2, Mayo-Agosto, 2022

Figura 3. Las columnas que representan la media y la desviación estándar de la resistencia de la unión al microcizallamiento considerando solo el envejecimiento de las muestras. Letras diferentes representan diferencias estadísticas por la prueba de Tukey a un nivel del 5%.



Figura 4. las columnas representan la media y la desviación estándar de la resistencia de la unión al microcizallamiento, la interacción entre los agentes de acoplamiento y el envejecimiento. Letras diferentes en representan diferencias estadísticas por la prueba de Tukey a un nivel del 5%.



Caracterización de superficies

La prueba t de Student mostró una diferencia significativa (p = 0,001) en la rugosidad promedio (Ra) entre las superficies Y-TZP después del arenado triboquímico de sílice (0,29 \pm 0,09 µm) y después del pulido (0,20 \pm 0,02 µm). Por último, el promedio de los ángulos de contacto alcanzados por cada uno de los grupos se puede apreciar en la Figura 5.

Figura 5. las columnas representan los promedios de los ángulos de contacto alcanzados por cada uno de los agentes de enlace y las diferentes temperaturas a las que fueron calentados. Letras diferentes representan diferencias



Figura 6. Microfotografías representativas de las fallas adhesivas: A) inmediato; mixta con silano a 100°C B) inmediato; cohesiva con silano a 75°C. C) envejecido; mixta con silano a 100oC.D) falla adhesiva; inmediato silano a 24°C E) inmediato; cohesiva silano a 24 grados F) envejecido; adhesiva silano a 24°C.



 Tabla 3. Promedios y desviación estándar de todos los grupos experimentales, con todas las condiciones a las que fueron sometidos.

Agente de Enlace	Tratamiento térmico	Envejecimiento	Grupos experimentales (n=14)	Media (MPa)	DS
Single Bond Universal	24ºC		Sb24	30.0	4.8
	75ºC	Inmediato	Sb75	34.9	4.5
	100ºC		Sb100	32.5	5.4
	24ºC		Mb24	26.5	3.4
Monobond-N	75ºC		Mb75	30.8	4.4
	100ºC		Mb100	32.5	3.4
	24ºC		Cp24	20.5	4.4
Clearfil Ceramic Primer	75ºC		Cp75	24.0	4.5
	100ºC		Cp100	22.6	4.4
Single Bond Universal	24ºC		Sb24a	7.2	2.8
	75ºC		Sb75a	9.9	2.8
	100ºC		Sb100a	12.0	3.7
Monobond-N	24ºC	Termociclado+ almac en agua	Mb24a	14.5	3.4
	75ºC		Mb75a	17.7	6.2
	100ºC		Mb100a	18.6	5.2
Clearfil Ceramic Primer	24ºC		Cp24a	2.2	0.7
	75ºC		Cp75a	6.8	2.6
	100ºC		Cp100a	10.0	3.5

Finalmente, los modos de falla se pueden apreciar en la Tabla 4. Nuevamente se puede observar que, en los grupos sometidos al tratamiento térmico, las fallas adhesivas porcentualmente fueron mucho menores, cuando el ensayo se hizo inmediatamente. En tanto que cuando fueron envejecidos, los grupos que fueron calentados a 1000 C tuvieron mayores fallos cohesivos, indicando que la FU fue tan buena que se necesitó que se rompa el cemento para que se puedan despegar las interfaces adhesivas.

Tabla 4. Modos de falla de todos los grupos experimentales. Se puede apreciar como aquellos grupos sometidos a 100°C presentan en promedios mayores fallos de tipo cohesivo después del envejecimiento.

	Single Bond Universal					
Modos	24 °C		75 °C		100 °C	
de falla	Inmediato	Envejecido	Inmediato	Envejecido	Inmediato	Envejecido
Adhesiva	0%	97.7%	4.7%	97.7%	2.4%	95.8%
Cohesiva	93%	0%	85.8%	0%	85.7%	4.8%
Mixta	7%	2.3%	9.5%	2.3%	11.9%	0%
	Monobond-N					
	24 °C		75 °C		100 °C	
	Inmediato	Envejecido	Inmediato	Envejecido	Inmediato	Envejecido
Adhesiva	2.4%	88.4%	2.2%	99%	0%	95.2%
Cohesiva	88.1%	2.4%	88.1%	0.5%	85.8%	4.8%
Mixta	9.5%	9.5%	9.4%	0.5%	14.2%	0%
	Clearfil Ceramic Primer					
	24 °C		75 °C		100 °C	
	Inmediato	Envejecido	Inmediato	Envejecido	Inmediato	Envejecido
Adhesiva	0%	99%	0%	92.8%	2.3%	97.7%
Cohesiva	92.9%	0.5%	90.5%	7.14%	88.2%	0%
Mixta	7.14%	0.5%	9.5%	0%	9.5%	2.3%

DISCUSIÓN

El mecanismo de adhesión del Y-TZP ha sido investigado durante años porque de él depende el éxito o fracaso de la restauración clínica.²⁰⁻²² Se han propuesto muchas técnicas para mejorar la calidad y la durabilidad de la fuerza de unión de Y-TZP al cemento de resina. Este estudio se centró en el efecto de la resistencia de la unión al microcizallamiento (μSBS) en el tratamiento térmico del agente de acoplamiento sobre la resistencia de la unión entre el cemento de resina y la Y-TZP.

Se confirmó la hipótesis experimental de que el tratamiento térmico de los diferentes productos de enlace químico aumenta la fuerza de unión. De hecho, los agentes de adhesión, sometidos a 75 y 100°C mostraron valores superiores (21,2 MPa y 21,9 MPa respectivamente) estadísticamente superiores (valor de $p \le 0,0001$) a la media a temperatura ambiente (17 MPa a 24°C). Estos resultados confirman los hallazgos reportados por Ha et al, en 2015.²³

En el estudio de Ha se obtuvieron mejores valores de adhesión, pero ellos calentaron el silano a 150°C durante 1 hora. Estos valores no serían de mucha utilidad clínica. Esta es la razón por la cual nosotros, decidimos utilizar tiempos y temperaturas menores. A pesar de ello, se pudo confirmar que el calor influyó notablemente en la mejora de la adherencia entre la Y-TZP y el cemento resinoso, tanto inmediatamente como después del envejecimiento.

Hay que notar que, aunque todos los agentes adhesivos tuvieron una disminución de su desempeño cuando fueron sometidos al termociclado. Sin embargo, estos valores aún eran altos para los grupos calentados a 100°C.

El calor facilitó la volatilización del etanol y otros productos producidos por la hidrólisis de los monómeros de fosfato ácido, proporcionando una mayor concentración de moléculas funcionales disponibles para la unión.³ Además, posiblemente catalizó la formación de una mayor cantidad de enlaces entre los grupos silanol y fosfatos presentes en los agentes de acoplamiento con la superficie de silicato de la zirconia.

Silva et al. Señalan que los primers absorben calor alrededor de los 60°C produciendo eliminación de sustancias volátiles, especialmente etanol y agua, por encima de esta temperatura se pudo observar con estudios TG/DSC una pérdida de masa acompañada de una reacción endotérmica y exotérmica inversa que se inicia a los 79°C. De manera similar al presente trabajo, los primers cerámicos calentados por encima de 80°C presentaron una mayor fuerza de unión.³ Esto Sugiere que el calor influyó en la pérdida por evaporación de las capas superficiales del silano y los agentes de acoplamiento. Tal como lo señaló previamente Dal Piva, et al.¹⁹

La presente investigación también evaluó la fuerza de unión de los adhesivos cerámicos (calentados después de la aplicación sobre la Y-TZP que contienen monómeros de silano y fosfato y la estabilidad de la unión después del envejecimiento. Después de la inmersión en agua y el termociclado, la fuerza de unión se redujo significativamente, lo que confirma los hallazgos de otras investigaciones publicadas.^{24,25} Aunque hubo una disminución en la fuerza de unión a todos los agentes de acoplamiento, Monobond N parece ser menos sensible a la degradación por la temperatura y el calor sujeto al envejecimiento de las muestras. Ha sido establecido que el silano por sí solo puede establecer enlaces fuertes y duraderos con las cerámicas vítreas, ello explica porque el Monobond N pudo mantener los valores de unión después del envejecimiento, que obtuvo con la zirconia al ser silicatizada, pues este tratamiento es responsable de dejar una sólida capa de sílice en su superficie.

El recubrimiento de sílice seguido de la aplicación de un agente adhesivo de silano se ha propuesto como gold estandar para la adhesión a la Y-TZP. La abrasión por arena recubierta de sílice aumenta la rugosidad de la superfície, mejora la retención micromecánica, aumenta la energía superfícial y la humectabilidad de los silanos.¹⁹

La silicatización de la superficie se realiza mediante un arenado que técnicamente se llama tratamiento triboquímico, el mismo además de producir silicato de circonio, vuelve más reactivas a las moléculas de acoplamiento químico.²⁶

Los agentes de enlace silanos están formados por una cadena de moléculas orgánicas que son capaces de generar enlaces Silicio-Carbono-Oxígeno. Dichos enlaces son muy fuertes, según Maitilnha et al.¹², además, los silanos poseen



dos terminales en ambos extremos de la molécula, por ello se los llama bifuncionales. Un extremo es un grupo vinílico, amino, isocianato o alilo, que puede reaccionar químicamente y polimerizarse con una matriz orgánica, a base de BIS-GMA, TEDMA, UDMA. El otro extremo tiene terminaciones alcoxi, metoxi o etoxi, que tras la hidrólisis, reaccionan con terminales metacrilato de los cementos resinosos.¹²

Cuando se coloca un silano sobre una superficie, se forman espontáneamente tres subcapas: (1) la externa es la más débil porque tiene grupos pequeños y débiles de oligómeros que pueden eliminarse fácilmente con solventes orgánicos y agua; (2) la capa intermedia que tiene un mayor número de oligómeros y algunos enlaces de siloxano (covalentes) entre las moléculas de silano, y que puede eliminarse con agua; y (3) la capa interna y más reactiva que contribuye a la adhesión, que se considera la más estable y duradera.^{19,21} Muy probablemente el calor tuvo una influencia notable en la evaporización de las dos primeras capas, lo que contribuyó a obtener las mejores FU, cuando comparados con la temperatura ambiente.

Una hipótesis para explicar los resultados superiores de Monobond N es que tiene una composición más sencilla como se muestra en la tabla 1. El etanol puede haberse evaporado rápidamente, dejando la capa interna más reactiva para producir altos valores de adhesión.

Clearfil Ceramic Primer tiene una composición más compleja, lo que dificultó la evaporación de las capas más débiles. Además este silano reacciona mejor en presencia de una capa con mayor oxidación como la que tienen las aleaciones metálicas NiCr.²⁷

Cuando se analizan los resultados del ángulo de contacto para este último silano, se aprecia que fueron decrecientes como se indica en la figura 5. Conforme aumentó la temperatura del tratamiento térmico, sugiriendo que las moléculas hidrofilicas se volatilizaron velozmente. Ello explica los resultados que alcanzó.

Por otro lado, los adhesivos universales son agentes de acoplamiento que generalmente están compuestos por silano, fosfato ácido monómero, etanol y agua. Los fabricantes los han introducido recientemente con el objetivo de hacer más fácil y rápido el trabajo de los clínicos.

Nuestros resultados confirman lo anterior, puesto que el *Single Bond Universal* fue capaz de alcanzar altos valores de adhesión inmediatamente, así como a los 100°C debido a que a esa temperatura formó un ángulo de contacto mayor a todos los adhesivos, muy probablemente el metacrilato y el copolímero polimerizan en gran cantidad a esa temperatura y al recibir una capa de cemento resinoso, son capaces

de reaccionar y formar enlaces muy fuertes.

Después del envejecimiento, el *Single Bond Universal* disminuyó su FU, de manera similar a los otros agentes de acoplamiento, pero aún esta FU envejecida es alta. Probablemente porque la unión íntima entre las dos superficies adheridas dificulta la entrada de humedad en la interfaz. Además, la larga cadena de 10 carbonos del MDP pudo haber contribuido a este fenómeno.

En lo que tiene que ver con la rugosidad y la humectabilidad de superficie (ángulo de contacto) nuestros resultados mostraron que el arenado triboquímico es capaz de producir microirregularidades en la Y-TZP ($0,29 \pm 0,09 \mu m$) para el grupo arenado versus un ($0,20 \pm 0,02 \mu m$). p $\leq 0,0001$ Para el grupo pulido. (Sin arenar). Es evidente que superficies más rugosas y libres de contaminantes facilitan mucho la adhesión.

Uno de los resultados de arenar una superficie es que los agentes adhesivos y cementantes humedecen mejor la interfaz y con ello se logra un íntimo contacto con un cemento.^{28,29}

Los resultados del ángulo de contacto y rugosidad (Ra) indican que el Single Bond y el Monobond N a temperatura ambiente son capaces de tener ángulos menores lo que facilita se alcancen altas FU. Mientras que el Clearfil Ceramic Primer obtuvo un ángulo de contacto mayor. Probablemente la sílica coloidal tenga algo que ver con este fenómeno.

En lo que tiene que ver con el cemento utilizado, se puede afirmar que es uno de los cementos que más ha sido investigado y ha demostrado excelentes resultados a largo plazo.³⁰⁻³²

La molécula 10 MDP en su composición. Tabla 1. En unión con el 10 MDP de los adhesivos universales hace que su efecto de cementación se potencialice y se consigan muy buenos valores de FU. La fluidez de este cemento mejora mucho con el contacto del silano calentado, lo cual indudablemente contribuyó a obtener los valores que obtuvieron los grupos 75 y 100°C.

Por último, los tipos de falla observados en los grupos con agentes de enlace calentados y ensayados inmediatamente fueron en su gran mayoría de tipo cohesivo y mixto, lo que indicaría que las fuerzas de adhesión fueron excelentes por medio de esta técnica. Sin embargo, todos los grupos después del envejecimiento sufrieron fallas de tipo adhesivo, lo que sugiere una degradación hidrolítica en la interfaz del cemento de resina y la superficie de la Y-TZP. Hallazgo similar a lo reportado por otras publicaciones.^{19,33,34} Esto se explica porque la Y-TZP es extremadamente densa y sus



granos están muy juntos¹, por lo que no presenta porosidades, junto con la ausencia de sílice en su composición, se vuelve muy difícil establecer una unión fuerte y confiable, en ausencia de estas nuevas técnicas.

CONCLUSIÓN

Dentro de las limitaciones del presente estudio, se pueden extraer las siguientes conclusiones:

Los agentes de enlace silanos y adhesivos a base de 10 MDP al ser sometidos a un tratamiento térmico a 75° C y 100°C mejoraron la fuerza de unión entre el cemento de resina y la zirconia 3 Y-TZP. La fuerza de unión inmediata fue mayor para Monobond N y Single Bond Universal. Después del envejecimiento hubo una reducción de la fuerza de unión para todos los grupos, pero Monobond N obtiene mejores valores para todos.

Conflicto de interés: Los autores declaran no tener ningún conflicto de interés

Contribución de los autores: IGSM concepción original de la investigación. Escribió y corrigió en manuscrito. LHDS realizó los análisis estadísticos, escribió y corrigió el manuscrito. IVA. Realizó los ensayos de laboratorio, contribuyó en la primera parte del manuscrito. MCC realizó los ensayos de laboratorio, contribuyó a desarrollar la idea original de la investigación, escribió y corrigió el manuscrito final.

Referencias Bibliográficas

- 1. Nayar S, Aruna U, Bhat WM. Enhanced aesthetics with all ceramics restoration. Journal of pharmacy & bioallied sciences. 2015;7(Suppl 1):S282. Disponible en: https://www.ncbi.nlm.nih.gov/pmc/articles/PMC4439693/
- Manicone PF, Iommetti PR, Raffaelli L. An overview of zirconia ceramics: basic properties and clinical applications. J of dent. 2007;35(11):819-26. Disponible en: https://doi.org/10.1016/j.jdent.2007.07.008
- Silva L, Costa A, Queiroz J, Bottino M, Valandro L. Ceramic primer heat-treatment effect on resin cement/Y-TZP bond strength. Op dent. 2012;37(6):634-40. Disponible en: https://www.researchgate.net/profile/Luiz-Valandro/publication/225057385.
- 4. Ruyter EI, Vajeeston N, Knarvang T, Kvam K. A novel

etching technique for surface treatment of zirconia ceramics to improve adhesion of resin-based luting cements. Acta biomat od Scandinavica. 2017;3(1):36-46. Disponible en: https://www.tandfonline.com/doi/pdf/10.1080/23337931.2017.1309658

- Della Bona A, Borba M, Benetti P, Pecho OE, Alessandretti R, Mosele JC, et al. Adhesion to dental ceramics. Current Oral Health Reports. 2014;1(4):232-8. Disponible en: https://link.springer.com/article/10.1007/s40496-014-0030-y
- 6. Özcan M, Bernasconi M. Adhesion to zirconia used for dental restorations: a systematic review and meta-analysis. J of Adh Dent. 2015;17(1).7-26. Disponible en: https://www.academia.edu/download/60068498/Adhesion-to-Zirco-nia-Used-for-Dental-Restorations-A-Systematic-Revie w-and-Meta-Analysis-220190720-79027-10pifcs.pdf
- Soares CJ, Martins LRM, Fonseca RB, Correr-Sobrinho L, Neto AJF. Influence of cavity preparation design on fracture resistance of posterior Leucite-reinforced ceramic restorations. The JPD. 2006;95(6):421-9. Disponible en: https://doi.org/10.1016/j.prosdent.2006.03.022
- 8. May LG, Kelly JR, Bottino MA, Hill T. Effects of cement thickness and bonding on the failure loads of CAD/CAM ceramic crowns: multi-physics FEA modeling and monotonic testing. Dent Mat. 2012;28(8):e99-e109. Disponible en: https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S010956411200139X?casa token=M0Li5RULUO4A AAAA:ttgVGVtYs3UleXsRdWqO1ECpiV2WRbJOJT N39zpcehObwCixBL4feYwzAH5kyCpcdyUrktlJGic
- 9. Tzanakakis E-GC, Tzoutzas IG, Koidis PT. Is there a potential for durable adhesion to zirconia restorations? A systematic review. The JPD. 2016;115(1):9-19. Disponible en: https://www.sciencedirect.com/science/article/pi-i/S002239131500548X?casa_token=LE8a6BDX0HEA AAAA:P-u5w9tyO5TufTNaeoD1--o5FIV_82wZPvhG6 73bdA64BFzgv6KVCz54YzULpfaecRWqcHROwRw
- Nagaoka N, Yoshihara K, Tamada Y, Yoshida Y, Van Meerbeek B. Ultrastructure and bonding properties of tribochemical silica-coated zirconia. Dent mat journal. 2018:2-7. Disponible en: https://www.jstage.jst.go.jp/article/dmj/advpub/0/advpub_2017-397/_pdf.
- 11. Tanaka R, Fujishima A, Shibata Y, Manabe A, Miyazaki T. Cooperation of phosphate monomer and silica modification on zirconia. J of dent research. 2008;87(7):666-70. Disponible en: https://journals.sa-g e p u b . c o m / d o i / f u ll/10.1177/154405910808700705?casa_token=evJs_Yp prxcAAAAA:78B_7jugctBjJ_IHQOM-W3Oj9yZMsu BMIdK6T90T66Zq4n0G_BdIJ5O6uKPoG22C-2wuhh OrvBIEzQ
- **12.** Matinlinna JP, Lung CYK, Tsoi JKH. Silane adhesion mechanism in dental applications and surface

Revista OACTIVA UC Cuenca. Vol. 7, No. 2, Mayo-Agosto, 2022

treatments: A review. Dent Mat. 2018;34(1):13-28. Disponible en: https://www.sciencedirect.com/scienc e / a r t i c l e / p i i/S0109564117310254?casa_token=ThNSO1Nk-BkAA AAA:I6I6buIIgRGsTy1K_siFPnX4mCUEZGAS8z6Q DmFxZmx77ikZnRQBjUIFRZCTR0wIb6rZgrDXOIc.

- 13. Aboushelib MN, Matinlinna JP, Salameh Z, Ounsi H. Innovations in bonding to zirconia-based materials: Part I. Dent Mat. 2008;24(9):1268-72. Disponible en: https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0109564108000420?casa_token=gSAhVcmcv_YAA AAA:4IiVdc9qA04koY5W0KMcqGMRVEtYZi6Nb06 aFXXpwWNClGfZEu3z1QD3sIgnJRstxNZ k7oyo7k
- 14. Aboushelib MN, Mirmohamadi H, Matinlinna JP, Kukk E, Ounsi HF, Salameh Z. Innovations in bonding to zirconia-based materials. Part II: Focusing on chemical interactions. Dent Mat. 2009;25(8):989-93. Disponible en: https://www.sciencedirect.com/science/article/pi-i/S010956410900133X?casa_token=fvSOdfduPWAA AAAA:4tTSfexpyLBcbMwgKkph0sqfqfclUTDAu8bJ VQEd2ZMv5PuFM9sf_01Sz8QEYniK5c0RUkblzPQ
- 15. Nothdurft F, Motter P, Pospiech P. Effect of surface treatment on the initial bond strength of different luting cements to zirconium oxide ceramic. Clinical Oral Invest. 2009;13(2):229-35. Disponible en: https://i dp.springer.com/authorize/casa?redirect_uri=https://link.springer.com/article/10.1007/s00784-008-02 228&casa_token=Mpy285RU7jkAAAAA:to9oxcXG7 tUqMGt2KzfCZ31E7WAps5FcLd5hlnG3-UpZjNd9fV erIKxjuH81xhATDYdUUpG3G7Gu6s1JNg
- 16. Ishida H, Koenig JL. Effect of hydrolysis and drying on the siloxane bonds of a silane coupling agent deposited on E-glass fibers. J of Polymer Sci: Polymer Physics Edition. 1980;18(2):233-7. Disponible en: https://doi.org/10.1002/pol.1980.180180206
- 17. Hooshmand T, van Noort R, Keshvad A. Bond durability of the resin-bonded and silane treated ceramic surface. Dent Mat. 2002;18(2):179-88. Disponible en: https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0109564101000471?casa_token=SYEwr6gncsMA AAAA:vKoTxav_MjPzIZ_7z8KRJhvp2MrDXgkA08 Dj7svPL668HWsDZxXII1i1GRIAFFbqABcvPp3iPA0
- 18. de CARVALHO RF, Martins MEMN, de QUEIROZ JRC, Leite FPP, Oezcan M. Influence of silane heat treatment on bond strength of resin cement to a feldspathic ceramic. Dent mat J. 2011:1105140134. Disponible en: https://www.jstage.jst.go.jp/article/dmj/advpub/0/advpub_2010-137/_pdf
- 19. Dal Piva AM, Carvalho RL, Lima AL, Bottino MA, Melo RM, Valandro LF. Silica coating followed by heat-treatment of MDP-primer for resin bond stability to yttria-stabilized zirconia polycrystals. J of Biomed MatRes Part B: Applied Biomaterials. 2019;107(1):104-11. Disponible en: https://onlinelibrary.wiley.com/doi/pdfdirect/10.1002/jb-

m.b.34100?casa_token=390R-CRHLlkAAAAA:kdCa ZICaCoIbzqcFUnS8sXIMCVyxeFiqJ7E-oI_IbsJoKpB atIKNoXJhECqOFZp7ZsPNiPh-LlJ7mZagBQ

- 20. Khan AA, Al Kheraif A, Jamaluddin S, Elsharawy M, Divakar DD. Recent trends in surface treatment methods for bonding composite cement to zirconia: a review. J Adhes Dent. 2017;19(1):7-19. Disponible en: http://search.ebscohost.com/login.aspx?direct=t r u e & p r o f i l e = e host&scope=site&authtype=crawler&jrnl=14615185& AN=122076698&h=%2F%2Bo4HmRqBrLPR6KDlb Q1nFaJ16zbkuiSLLNW9vWYeQwXaty7hhP9W8B% 2FyfRX7CkN6xpDGorV7s2PLEe%2BvanVVw%3D %3D&crl=f&casa_token=15Jc0Ot8uU0AAAAA:dBN 9Y-XhJjI0IXaEKU_t3um758kBFgQEOusoAaAQ8ue4 4wF6GaL9S76oy50QroXp16skmmYExBaTTRA4
- 21. Keshvad A, Hakimaneh SMR. Microtensile bond strength of a resin cement to silica-based and Y-TZP ceramics using different surface treatments. J. of Prosth. 2018;27(1):67-74. Disponible en: https://onlinelibrary.wiley.com/doi/pdf/10.1111/jopr.12622?casa_token=ovqYJ452MJIAAAAA:OxHZA-3zefQ0F6 WqsuPKLIirCX4zuMy73ln3Oj4U72fMgMvfEJI_G_7 i2Skq22K3t2RfRs2VtVRiMhaFoA
- 22. Llerena-Icochea AE, Costa R, Borges A, Bombonatti J, Furuse A. Bonding polycrystalline zirconia with 10-MDP–containing adhesives. Op dent. 2017;42(3):335-41. Disponible en: https://doi.org/10.2341/16-156-L
- 23. Ha J-Y, Son JS, Kim K-H, Kwon T-Y. Simple heat treatment of zirconia ceramic pre-treated with silane primer to improve resin bonding. J. of nanosc and nanotech. 2015;15(1):587-90. Disponible en: https://www.researchgate.net/profile/-Tae-Yub-Kwon-2/publica-tion/265969135_Simple_Heat_Treatment_of_Zirconia_Ceramic_Pre-Treated_with_Silane_Primer_to_Improve_Resin_Bonding/links/5546c0440cf234bdb21da418/Simple-Heat-Treatment-of-Zirconia-Ceramic-Pre-Treated_with-Silane-Primer-to-Improve-Resin-Bonding.pd.
- 24. da Silva EM, Miragaya L, Sabrosa CE, Maia LC. Stability of the bond between two resin cements and an yttria-stabilized zirconia ceramic after six months of aging in water. The JPD. 2014;112(3):568-75. Disponible en: https://www.sciencedirect.com/science/articeleneet.com/science/arti
- 25. Alp G, Subaşı MG, Johnston WM, Yilmaz B. Effect of different resin cements and surface treatments on the shear bond strength of ceramic-glass polymer materials. The JPD. 2018;120(3):454-61. Disponible en: https://www.sciencedirect.com/science/article/pi-i/S0022391318300453?casa_token=WknNjD-urTkAA

AAA:YN5tuTEh_aqtsZ8yza21AJm1CUiJOFRP99Xz E8U-GY5h7-mln8P6EH69TmUxefffh3Z2_icLymE

- 26. Hallmann L, Ulmer P, Reusser E, Hämmerle CHF. Surface characterization of dental Y-TZP ceramic after air abrasion treatment. J. of Dent. 2012;40(9):723-35. Disponible en: https://www.sciencedirect.com/science e / a r t i c l e / p i i/S030057121200125X?casa_token=90ZbQgzAuXYAA AAA:UQYSLAxOSUCwo3kPHESJ0uxloytSyaDsm7R NBHOtjlMsqVLKi1c8FMwMrS2p7fVb1vjzozdDW94
- 27. Al-Harbi FA, Ayad NM, Khan ZA, Mahrous AA, Morgano SM. In vitro shear bond strength of Y-TZP ceramics to different core materials with the use of three primer/resin cement systems. The JPD. 2016;115(1):84-9. Disponible en: https://www.scienced i r e c t . c o m / s c i e n c e / a r t i c l e / p i i/S0022391315003996?casa_token=EJIsqpoG-KUAA AAA:Nn222obHtOczbtXBJKGjzATGMmsV9iNojsqI 9Ek3IMTOJ_JLqMjutEunnmhrzDbKBkJmUWsQ4m0
- 28. Jakovac M, Klaser T, Radatović B, Bafti A, Skoko Ž, Pavić L, et al. Impact of Sandblasting on Morphology, Structure and Conductivity of Zirconia Dent Ceramics Mat. 2021;14(11).2-12 Disponible en: https://www.mdpi.com/1996-1944/14/11/2834/pdf
- 29. Karami Zarandi P, Madani A, Bagheri H, Moslemion M. The Effect of Sandblasting and Coating of Zirconia by Nano Composites on Bond Strength of Zirconia to Resin Cements. J Dent (Shiraz). 2020;21(1):63-8. Disponible en: https://www.ncbi.nlm.nih.gov/pmc/articles/pmc7036355/
- 30. Mahmoodi N, Hooshmand T, Heidari S, Khoshro K. Effect of sandblasting, silica coating, and laser treatment on the microtensile bond strength of a dental zirconia ceramic to resin cements. Lasers Med Sci. 2016;31(2):205-11. Disponible en: https://idp.springer.-c o m / a u t h o r i z e / c a s a ? r e d i r e c t _ u r i = h t tps://link.springer.com/article/10.1007/s10103-015-18 48-9&casa_token=_tUQ36TlGyUAAAAA:E392Y7T9 3p3e9Vkfi8UirGM1IoYScfy4mzo3zzHRd-zeJeCcyN MrB_EZtEmOyU8ws3lQgcvIS9vWEVziag
- 31. Sakrana AA, Al-Zordk W, Shoukry H, Özcan M. Bond Strength Durability of Adhesive Cements to Translucent Zirconia: Effect of Surface Conditioning. Eur J Prosthodont Restor Dent. 2020;28(4):161-71. Disponible en: https://doi.org/10.1922/ejprd_2036sakrana11
- 32. Yenisey M, Dede D, Rona N. Effect of surface treatments on the bond strength between resin cement and differently sintered zirconium-oxide ceramics. J Prosthodont Res. 2016;60(1):36-46. https://www.scienc e d i r e c t . c o m / s c i e n c e / a r t i c l e / p i i/S1883195815000766?casa_token=-aYbwgDcJWkA AAAA:D7JvpnCB_vcsPr0ZNKrEKJ9zUCXIJJf8Bn29 hF251_X1GMGazcDaKezIBpjm1kdw7xyyGD6PztQ
- **33.** 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. The JPD 2004;91(4):356-62. Disponible en: https://www.scienc e d i r e c t . c o m / s c i e n c e / a r t i c l e / p i i/S0022391304000472?casa_token=MbQEdAEMXVc AAAAA:e3-BN0Vq7SfiOsPn2QfuacezqBcdflTr-r2KC p243UFvHpv4oAZlsxjpxGYotN64 FpteoP63Ps

34. Sailer I, Makarov NA, Thoma DS, Zwahlen M, Pjetursson BE. All-ceramic or metal-ceramic tooth-supported fixed dental prostheses (FDPs)? A systematic review of the survival and complication rates. Part I: Single crowns (SCs). Dent Mat. 2015;31(6):603-23. Disponible en: https://www.sciencedirect.com/science/articc l e / p i - i/S0109564115000603?casa_token=c2rfoC1NfQgAA AAA:GYuXzRDU1sI2OljaQv9Cy0VAgxehBwEVkBk d-bolclTeujynV0i4GVqXSGwmtgPcYUYhGJrxlKs

Recibido: 14 enero 2022 Aceptado: 22 abril 2022