UNIVERSIDAD COMPLUTENSE DE MADRID
FACULTAD DE ODONTOLOGIA

TESIS DOCTORAL

Influencia del tratamiento superficial con plasma de baja presión y tratamientos tradicionales sobre los materiales de restauración indirectos

MEMORIA PARA OPTAR AL GRADO DE DOCTOR

PRESENTADA POR

Pablo Sevilla Hernández

Directores

María Jesús Suárez García
Carlos López Suárez

Madrid

© Pablo Sevilla Hernández, 2022

UNIVERSIDAD COMPLUTENSE DE MADRID
FACULTAD DE ODONTOLOGÍA

TESIS DOCTORAL

INFLUENCIA DEL TRATAMIENTO SUPERFICIAL CON PLASMA DE BAJA PRESIÓN Y TRATAMIENTOS TRADICIONALES SOBRE LOS MATERIALES DE RESTAURACIÓN INDIRECTOS

MEMORIA PARA OPTAR AL GRADO DE DOCTOR

PRESENTADA POR

Pablo Sevilla Hernandez

DIRECTORES

Profa. Dra. María Jesus Súarez García
Prof. Dr. Carlos López Suárez

UNIVERSIDAD COMPLUTENSE DE MADRID

FACULTAD DE ODONTOLOGÍA

DEPARTAMENTO DE ODONTOLOGÍA CONSERVADORA Y PRÓTESIS BUCOFACIAL

INFLUENCIA DEL TRATAMIENTO SUPERFICIAL CON PLASMA DE BAJA PRESIÓN Y TRATAMIENTOS TRADICIONALES SOBRE LOS MATERIALES DE RESTAURACIÓN INDIRECTOS

TESIS DOCTORAL

Pablo Sevilla Hernández

Directores:

Profa. Dra. María Jesús Suárez García

Prof. Dr. Carlos López Suárez

Madrid, 2022

A Laura, mi compañera de vida, por tu amor y dedicación en cada una de las etapas de este largo camino, gracias por trasmitirme la paz y el cariño que me ha permitido calmar y organizar mi mente. Que esto solo sea el comienzo de algo mucho más grande.

A mis padres, José y Marga y a mi hermana María, por su apoyo incansable y generosidad. Gracias por vuestro cariño y cuidado en la educación que he recibido, que me han permitido alcanzar esta meta.

Deseo expresar mi más sincero agradecimiento a todas las personas que de una u otra forma han colaborado en la realización del presente trabajo de investigación:

A la Dra. María Jesús Suárez García, directora de esta Tesis. Por confiar en mí y brindarme la oportunidad de iniciarme en el mundo de la investigación. Por sus consejos, paciencia y experiencia, orientándome en este trayecto.

Al Dr. Carlos López Suárez, codirector de esta Tesis, por su apoyo y colaboración durante la investigación.

A Irene Ibarra y Sergio Montoya, de Aname. Por abrirme las puertas de vuestra casa y prestarme los recursos necesarios para la realización de este trabajo.

A Rafael Briones, de Prótesis S.A.; por su tiempo y predisposición siempre amable en cada uno de los proyectos que le he propuesto.

A Endzhe Matykina, profesora de la Facultad de Ciencias Químicas de la Universidad Complutense, por orientarme y ayudarme, siempre amable, a entender el mundo de la química y los materiales.

Al taller mecánico de la Facultad de CC Físicas de la Universidad Complutense, y todos sus técnicos, por su atención y trabajo siempre impecable.

A Irene Llorente, del CENIM, por ayudarme a dar el último empujón, aportando todo su saber de las ciencias químicas, y ayudándome a comprender el porqué de muchos de los resultados.

A la Dra. Carmen Bravo, del Centro Centro de Proceso de Datos del Servicio de Apoyo a la Investigación del Área de Informática y Comunicación de la UCM, por su asesoramiento en la realización del análisis estadístico y por su paciencia.

A mis compañeros y profesores del Máster de Prótesis Bucofacial y Oclusión de la Universidad Complutense de Madrid. Por hacerme sentir como en casa, porque con vosotros comencé este camino, y con vosotros lo termino. Por todos esos grandes momentos que hemos pasado juntos. Gracias siempre.

A mis amigos y compañeros de trabajo, por escucharme y hacerme sentir acompañado en todo este largo proceso.

Gracias a todos.

ÍNDICE

ÍNDICE

RESUMEN *16*

ABSTRACT *22*

1. INTRODUCCIÓN *28*

1.1. GENERALIDADES **28**

1.1.1. Cerámicas con Matriz Vítrea 30

1.1.2. Cerámicas Policristalinas 35

1.1.3. Cerámicas con Matriz de Resina 40

1.2. ADHESIÓN **43**

1.2.1. Tratamientos De Superficie 44

1.2.2. Imprimación 47

1.3 PLASMA **49**

2. HIPÓTESIS DE TRABAJO *59*

3. JUSTIFICACIÓN Y OBJETIVOS *62*

3.1 JUSTIFICACIÓN **62**

3.2. OBJETIVOS **64**

4.MATERIAL Y MÉTODOS *67*

4.1. MATERIALES **67**

4.2. PREPARACIÓN DE LAS MUESTRAS **70**

4.3. TRATAMIENTO DE LAS MUESTRAS **72**

4.4. MOJABILIDAD: MEDICIÓN DEL ÁNGULO DE CONTACTO **77**

4.5. FUERZA DE ADHESIÓN **79**

4.5.1. Obtención De Los Cilindros De Composite 79

4.5.2 Cementado de las Probetas 80

4.5.3. Termociclado 82

4.5.4. Test De Fuerza De Adhesión 84

4.6. MICROSCOPÍA ÓPTICA **87**

4.7. MICROSCOPÍA ELECTRÓNICA DE BARRIDO (MEB) 88

4.7.1. Preparación Muestras 88

4.7.2. Obtención De Las Imágenes MEB 89

4.8. ESPECTRÓMETRO DE FOTOELECTRÓNICA DE RAYOS X (XPS) 91

4.9. TRATAMIENTO DE LOS DATOS 94

5. RESULTADOS 98

5.1. DISILICATO DE LITIO 99

5.1.1. Ángulo De Contacto 99

5.1.2. Fuerza De Adhesión 102

5.2. ÓXIDO DE CIRCONIO 104

5.2.1 Ángulo de Contacto 104

5.2.2. Fuerza de Adhesión 106

5.3 COMPARACIÓN DE LOS TRATAMIENTOS DE SUPERFICIE EN AMBAS CERAMICAS 110

5.3.1. Tratamiento De Superficie Control 110

5.3.2. Tratamiento De Superficie con Plasma Oxígeno 110

5.3.3. Tratamiento de Superficie con Plasma Argón 110

5.4. ANÁLISIS TIPO DE FRACTURA 111

5.5. CARACTERIZACIÓN QUÍMICA 113

5.6. CARACTERIZACIÓN MICROSCÓPICA 116

6.DISCUSIÓN 125

6.1 Disilicato de Litio 126

6.2 Óxido de Circonio 129

6.3 Comparación de los Tratamientos de Superficie entre las Cerámicas. 137

6.4 Análisis del Tipo de Fractura 140

7.CONCLUSIONES 145

8.BIBLIOGRAFÍA 148

9. ANEXOS 174

9.1. Pruebas Estadísticas 174

9.1.1 Pruebas de Normalidad 174

9.1.2. Comparación de los Tratamientos de Superficie en ambas cerámicas 174

9.2. Espectros del Cálculo del Porcentaje Atómico Total de Carbono y Oxígeno 178

RESUMEN

RESUMEN

INFLUENCIA DEL TRATAMIENTO SUPERFICIAL CON PLASMA DE BAJA PRESIÓN Y TRATAMIENOTS TRADICIONALES SOBRE LOS MATERIALES DE RESTAURACIÓN INDIRECTOS

Introducción y Objetivos:

La tendencia de la odontología hacia los procedimientos mínimamente invasivos ligado a la gran oferta de materiales de restauración indirectos promueve la aparición de nuevo de nuevos protocolos de adhesión específicos para cada uno de los materiales empleados. Esto requiere que el clínico tenga una gran variedad de productos con diferentes concentraciones, tamaños y presentaciones para cada uno de los materiales a emplear para las restauraciones. El éxito y la supervivencia de los tratamientos adhesivos esta intrínsecamente ligado a la correcta realización de cada uno de los pasos, siendo los tratamientos de superficie el primero de ellos y el más crítico.

En este sentido, ante la necesidad de estandarizar y automatizar los tratamientos de superficie apareció el plasma no térmico (NTP). Esta tecnología permite modificar el comportamiento de las superficies cerámicas, pudiendo mejorar las propiedades adhesivas, mediante los procesos de limpieza y activación química.

Los objetivos del presente estudio fueron: analizar y comparar el ángulo de contacto y la fuerza de adhesión producidos por los tratamientos de plasma no térmico de baja presión frente a los tratamientos tradicionales en las cerámicas de disilicato de litio y óxido de circonio, evaluar el patrón de fractura y analizar la caracterización química y

microscópica de las superficies tratadas. Las hipótesis nulas planteadas fueron: que no existirán diferencias en la mojabilidad y la fuerza de adhesión entre los tratamientos de superficie evaluados, entre los materiales evaluados

Material y Métodos:

De cada material cerámico fueron preparados 30 cilindros, los cuales fueron sometidos a un tratamiento de superficie. La cerámica de disilicato de litio fue tratada con: ácido fluorhídrico (LD-C), ácido fluorhídrico con plasma de oxígeno (LD-CP), y plasma de argón (LD-P). La cerámica de óxido de circonio fue tratada mediante: arenado con óxido de aluminio (ZR-C), arenado con óxido de aluminio con plasma de oxígeno (ZR-CP) y plasma de argón (ZR-P). La humectabilidad de la superficie fue analizada mediante el cálculo del ángulo de contacto, posteriormente la fuerza de adhesión fue estudiada por medio de un test de cizalla (SBS). Se evaluó el patrón de fractura mediante microscopía óptica. La caracterización química y microscópica de las superficies tratadas se realizó mediante microscopía electrónica de barrido y espectrómetro de fotoelectrónica de rayos X.

Resultados:

En el análisis del **ángulo de contacto**, en el disilicato de litio se encontraron diferencias estadísticamente significativas entre los grupos LD-C y LD-CP ($p < 0,001$), y entre LD-C y LD-P ($p < 0,05$). Así mismo, en el óxido de circonio se encontraron diferencias estadísticamente significativas entre los grupos ZR-C y ZR-CP ($p = 0,013$), y entre ZR-C y ZR-P ($p < 0,001$).

En el análisis de la **fuerza de adhesión**, en el disilicato de litio no se encontraron diferencias estadísticamente significativas entre los grupos ($p > 0,05$). En el caso del óxido de circonio si se encontraron diferencias significativas entre los grupos ZR-C y ZR-CP ($p = 0,018$).

No se observaron diferencias para la humectabilidad y la fuerza de adhesión entre ambos grupos cerámicos tratados mediante plasma.

El patrón de fractura fue predominantemente mixto en ambos grupos cerámicos.

Conclusiones:

1. Los ángulos de contacto producidos por los tratamientos de plasma no térmico de baja presión son menores que los formados por los tratamientos tradicionales para ambas cerámicas.
2. La fuerza de adhesión obtenida en los tratamientos mediante plasma no térmico de baja presión fue superior en ambas cerámicas respecto al control. Sin embargo, solo se demostraron diferencias en el óxido de circonio para el tratamiento mediante plasma oxígeno
3. Los tratamientos de plasma no térmico de baja presión con oxígeno produjeron menor ángulo de contacto en el disilicato de litio, pero no se encontraron diferencias en la fuerza de adhesión entre ambos materiales.
4. En los tratamientos de plasma no térmico de baja presión con argón no se observaron diferencias en el ángulo de contacto, ni en la fuerza de adhesión entre ambas cerámicas.
5. El patrón de fractura más frecuente fue el mixto en ambas cerámicas.

6. La caracterización química puso de manifiesto un incremento del oxígeno y una disminución del carbono en las superficies de ambas cerámicas tras el tratamiento con plasma oxígeno y con plasma argón.

ABSTRACT

ABSTRACT

INFLUENCE OF LOW-PRESSURE PLASMA SURFACE TREATMENT AND TRADITIONAL TREATMENTS ON INDIRECT RESTORATIVE MATERIALS

Introduction and Objectives:

The trend in dentistry towards minimally invasive procedures linked to the large offer of indirect restorative materials promotes the emergence of new specific bonding protocols for each of the materials used. This requires that clinician must have a wide variety of products with different concentrations, sizes, and presentations for each of the materials used for the restorations. The success and survival of the adhesive treatments is intrinsically linked to the correct performance of each of the steps, being the surface treatments the first and most critical.

In this sense, the need to standardize and automate surface treatments led to the appearance of non-thermal plasma (NTP). This technology allows to modify the behavior of ceramic surfaces and to improve their adhesive properties by means of cleaning and chemical activation processes.

The objectives of the present study were to analyze and compare the contact angle and adhesion strength produced by low pressure non-thermal plasma treatments versus traditional treatments on lithium disilicate and zirconium oxide ceramics, to evaluate the fracture pattern, and to analyze the chemical and microscopical characterization of the treated surfaces. The null hypotheses were that no differences would be found in

wettability and adhesion strength among the different surface treatments, or between both ceramics.

Material and Methods:

From each material, 30 cylinders were prepared and subjected to surface treatment. Lithium disilicate ceramic was treated with hydrofluoric acid (LD-C), hydrofluoric acid and oxygen plasma (LD-CP), and argon plasma (LD-P). The zirconium oxide ceramic was treated by sandblasting with aluminum oxide (ZR-C), sandblasting with aluminum oxide and oxygen plasma (ZR-CP), and argon plasma (ZR-P). The wettability of the surface was analyzed by calculating the contact angle, then the adhesion strength was studied by means of a shear test (SBS). The fracture pattern was evaluated by optical microscopy. The chemical and microscopical characterization was evaluated by X-ray photoelectron spectroscopy and a scanning electron microscope.

Results

In the contact angle analysis, significant differences were found between LD-C with LD-CP ($p < 0.001$) and LD-C with LD-P ($p < 0.05$) in lithium disilicate. Likewise, for zirconium oxide, significant differences were again found between ZR-C with ZR-CP ($p = 0.013$) and ZR-C with ZR-P ($p < 0.001$).

In the analysis of adhesion strength, no significant differences were found for lithium disilicate ($p > 0.05$). In the case of zirconium oxide, significant differences were found between ZR-C and ZR-CP ($p = 0.018$).

No differences were observed between both groups in the wettability and the adhesion strength between both ceramic groups treated with plasma.

The fracture patterns were predominantly mixed in both ceramic groups.

Conclusions:

1. The contact angles produced by low pressure non-thermal plasma treatments are smaller than those formed by traditional treatments in both ceramic groups.
2. The adhesion strength produced by the low pressure non-thermal plasma treatments in both ceramic groups was equal to or higher than in the control group. However, only differences were observed for zirconia ceramic treated by oxygen plasm.
3. Low pressure non-thermal oxygen plasma showed no differences for contact angle and adhesion strength between both ceramic groups.
4. Low pressure non-thermal argon plasma showed no differences for contact angle and adhesion strength between both ceramic groups.
5. Fracture mode was mainly mixed in both ceramic groups.
6. The chemical characterization showed an increase in oxygen, and a decrease in carbon in the surfaces of both ceramic groups after their treatment with oxygen and argon plasma.

INTRODUCCIÓN

1. INTRODUCCIÓN

1.1. GENERALIDADES

El aumento de la esperanza de vida y el cambio en los hábitos de la población, están generando una alteración en la prevalencia de las patologías que afecta a la cavidad oral, siendo los desgastes dentarios, una de las patologías orales con mayor incidencia en el mundo (1). Se trata de una afección que cursa con la perdida de estructura dentaria, en la que intervienen múltiples factores como pueden ser: la dieta, la higiene oral, el bruxismo, o los trastornos alimenticios, que no solo afecta a personas adultas, sino también a jóvenes (2,3). La necesidad de recuperar la forma y la función con unos altos requerimientos estéticos, hacen que los tratamientos mediante restauraciones indirectas estén a la orden del día (4).

La tendencia de la odontología restauradora hacia los procedimientos mínimamente invasivos, en la que prima la máxima conservación del tejido dentario, otorga un gran protagonismo a las restauraciones adhesivas. En este sentido, la planificación de los tratamientos mediante las nuevas tecnologías hace que mediante pruebas como el Mock-up, se pueda probar el resultado final, permitiendo planificar de una manera más predecible los tratamientos (5). La selección del material de restauración es uno de los factores más importantes a tener en cuenta para la realización con éxito de las restauraciones indirectas (6).

En las últimas décadas los materiales dentales han experimentado un gran cambio gracias a la incorporación de nuevos componentes y métodos de fabricación industriales.

Asimismo, las cerámicas han sido las que más han evolucionado. Según la ADA las cerámicas/porcelanas se definen como: "Materiales prensado, cocidos, pulidos o molidos que contienen predominantemente compuestos refractarios inorgánicos que incluyen porcelanas, vidrios, cerámicas y vitrocerámicas" (7).

A la hora de clasificar las cerámicas se pueden agrupar en función de diversos parámetros con son: las indicaciones, la composición, el método de fabricación, la temperatura de cocción, la microestructura, la translucidez, la resistencia a la fractura, la resistencia a la flexión y la abrasividad (8), siendo su composición la forma más empleada para clasificarlas. Gracis y cols, clasifican las cerámicas en 3 familias: cerámicas con matriz de vidrio, cerámicas policristalinas y cerámicas con matriz de resina (9). Fig. 1

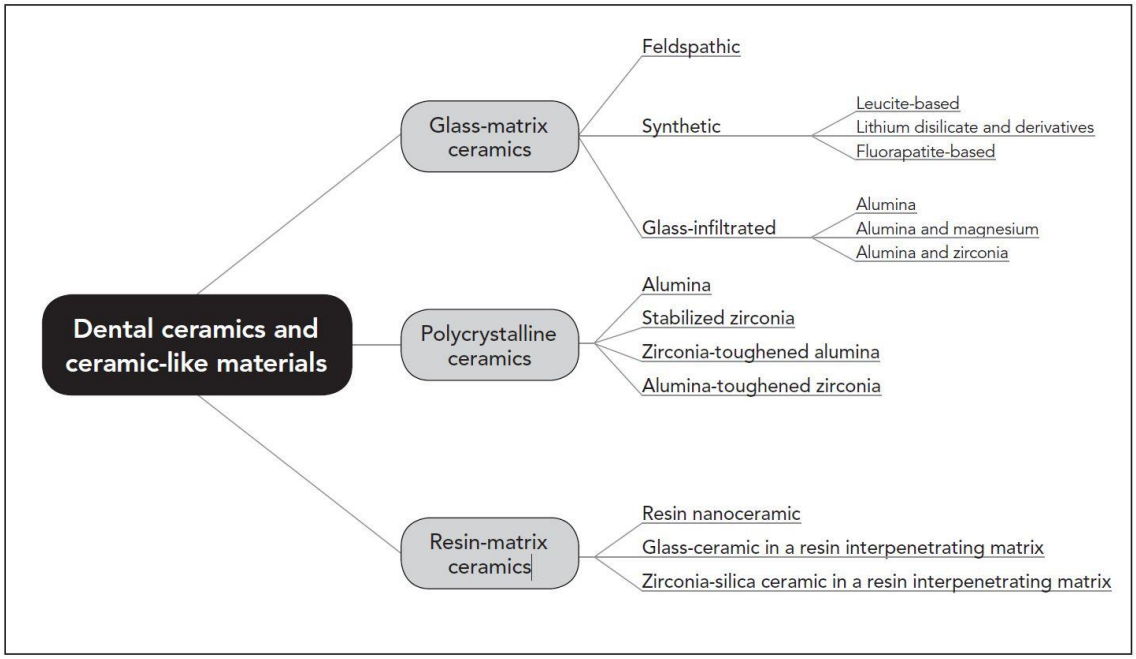


Figura 1. Clasificación de las Cerámicas Dentales (9).

Para entender mejor la clasificación es preciso recordar, que la mayor parte de las cerámicas dentales se trata de materiales compuestos formados por una matriz (vítrea, resina o mixta) en la que están inmersas partículas de diversos tamaños de minerales cristalizados. Es importante señalar que la matriz es la encargada de las propiedades estéticas, mientras que la fase cristalina o relleno es la encargada de conferir las propiedades mecánicas (10).

1.1.1. Cerámicas con Matriz Vítrea

Cerámicas Feldespáticas Clásicas

Se trata de las cerámicas tradicionales por excelencia, compuestas por: caolín (aluminosilicatos hidratado), dióxido de sílice (cuarzo) y feldespato (una mezcla de potasio y sodio aluminosilicatos) (11).

El feldespato sódico tras cristalizarse es el responsable de formar los cristales de leucita, que dependiendo de la concentración no solo aporta un aumento de las propiedades físicas, sino que modifica su coeficiente de expansión térmico permitiéndole recubrir núcleos metálicos de restauraciones ceramo-metalicas (12). Su alto contenido en feldespato aporta unas altas propiedades ópticas y bajas propiedades mecánicas, siendo el revestimiento de estructuras su función principal (13).

Cerámicas Sintéticas

Las cerámicas sintéticas son cerámicas feldespáticas a las cuales se les ha ido modificando el contenido de partículas de relleno para poder mejorar las propiedades mecánicas, y controlar las propiedades ópticas (opalescencia, color y opacidad) (14).

El aumento del relleno de la cerámica se puede hacer añadiendo de manera directa cristales sintéticos o mediante la cristalización de la fase vítrea mediante tratamientos térmicos específicos (15). Dos de los cristales más empleados son la Leucita y el Disilicato de Litio.

La leucita fue el primer relleno que se empleó en las cerámicas dentales con la intención de mejor el coeficiente de expansión térmica, mejorar las propiedades ópticas, inhibir la propagación de las grietas, y mejorar las resistencia (12,16). Presenta una resistencia a la flexión de 164 Mpa. Dentro del mercado se puede encontrar en dos tipos de concentraciones: Leucita de baja concentración (17 a 25 vol.%), que suele presentarse en formato polvo y agua, y estaría destinada al recubrimiento de estructuras (17,18), y leucita de alta concentración (35 a 55 vol.%), que se puede fabricar mediante bloques de inyección como puede ser IPS Empress® (Ivoclar-Vivadent, Schaan, Liechtenstein) o bloques para fresar VitaBlocs Mark II® (Vita Zahnfabrik, Bad Sachingen, Alemania). ambas presentaciones estarían indicadas para inlays, onlays, carillas y coronas anteriores (15).

Morimoto y cols, determinaron la tasa de supervivencia de las cerámicas con base de leucita para 5811 restauraciones unitarias (onlays y overlays), siendo los resultados

obtenidos de 92-95% a los 5 años, y de un 91% a los 10 años para 2154 restauraciones (19). En el caso de las coronas unitarias la tasa de supervivencia obtenida fue del 96,6% a los 5 años (20,21).

El disilicato de litio (LiS_2) se introdujo por primera vez en el mercado en la década los 90s del siglo pasado con el nombre de "IPS Empress 2" (Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein), compuesta por un 65 vol% de disilicato de litio, con unos cristales en forma de aguja (3-6 µm x 0,8 µm) embebidos en una matriz feldespática, teniendo una resistencia la flexión de 350 Mpa (22–24). Para poder reproducir las características ópticas del diente natural, se realizaban núcleos que posteriormente se recubrían por una cerámica muy translucida que contenía fluorapatita.

Posteriormente en el 2005 se presentó una reformulación del LiS_2 llamado "IPS e.max press", en la que se obtuvieron unos cristales más pequeños y con una distribución más uniforme que mejoraba las propiedades mecánicas (resistencia a la flexión 370 a 460 Mpa). Tras la aparición de los sistemas CAD-CAM se desarrolló un nuevo sistema en forma de bloques fresados, los cuales pueden estar sinterizados o presinterizados. Los bloques presinterizados tienen la peculiaridad de ser de color azul "blue state", se trata de metasilicato (Li_2SiO_3) con una resistencia a la flexión de 140 Mpa, siendo más sencillo poder fresarlo. Tras la fabricación y sinterización definitiva pasa a ser disilicato de litio ($Li_2Si_2O_5$), obteniendo el máximo de sus propiedades ópticas y mecánicas (25,26).
Durante el 2012 salió al mercado una nueva generación de disilicato de litio reforzado con oxido de circonio "silicato de litio reforzado con circonio (ZLS)". Se trata de una matriz de vítrea que se rellena con disilicato de litio (4 a 8 veces más pequeño que las

anteriores formulaciones) al que le incorporan un 10% de su peso con óxido de circonio tetragonal (27). No existe evidencia indiscutible que demuestre que la incorporación de óxido de circonio al relleno confiera una mayor resistencia mecánica en comparación con LiS_2 tradicional (28).

Al igual que los anteriores, el ZLS se encuentran en lingotes de inyección, en bloques presinterizados y en bloques sinterizados (Vita Suprinity PC, Vita Zahnfabrik, Bad Sachingen, Alemania) (Celtra Duo, Denstply Sirona, Hanau-Wolfgang, Alemania). Estudios de caracterización revelan que ambos materiales presentan microestructuras muy similares, la única diferencia obtenida fue el tamaño de las partículas en la fase Li_2SO_3, en la que Celtra Duo tiene una mayor longitud de los cristales (1 µm) frente a Vita Suprinity (0,5 µm) (29,30).

Por último, en el 2021 Denstply Sirona desarrollo nuevos avances en el disilicato de litio en bloques fresados (Tessera; Denstply Sirona, Denstply Sirona, Hanau-Wolfgang, Alemania). La principal característica de esta cerámica es la reducción en los tiempos de sinterización. Se pueden realizar cocciones rápidas gracias a su nueva composición, en la que incorporan virgilita (31).

La mayor parte de los disilicatos y silicatos de litio están indicados para restauraciones unitarias (carillas, coronas e incrustaciones) tanto del sector anterior y posterior. En el caso de puentes anteriores de 3 piezas solo estaría indicado el disilicato de litio. Por otro lado también sería posible realizar restauraciones unitarias sobre

implantes, pero no existe suficiente evidencia científica que respalde y confirme dicha indicación (26,32,33).

Debido a su reciente aparición en el mercado, es complicado encontrar estudios in vivo a largo plazo con restauraciones de LiS_2. Estudios prospectivos a medio plazo demuestran que las coronas dentosoportadas presentan un 94,8% de supervivencia a los 8 años (34). Rike y cols, estudiaron las supervivencia de 92 restauraciones en 71 pacientes empleando Celtra Duo, con un periodo de seguimiento de 3 años, obteniendo una tasa de supervivencia del 99% (35). Las incrustaciones y carillas fueron las que mejor supervivencia demostraron frente a coronas unitarias y puentes cortos, siendo los puentes las restauraciones con más índice de fracasos a los 5 años (36).

Cerámicas Infiltradas con Vidrio

La primera cerámica infiltrada con vidrio introducida fue In-Ceram Alúmina en 1989. Sus principales diferencias con respecto al resto de cerámicas vítreas radicaban en su composición y su método de fabricación (slip-casting). Se concibió como el primer sistema cerámico sin metal para restauraciones unitarios y puentes de tres piezas en el sector anterior (37). Su composición según el fabricante constaba de Al_2O_3 (82%), La_2O_3 (12%), SiO_2 (4,5%), CaO (0,8%) y otros óxidos metálicos (0,7%). Sobre un muñón refractario se condensaba un pasta de Al_2O_3, la cual tras su sinterización en el horno se obtenía un núcleo poroso de alúmina que se infiltraba con vidrio de lantano, y tras una segunda cocción mejoraba sus propiedades físicas limitando la propagación de las grietas (38,39). Debido a su alto contenido en óxido de aluminio, presenta una alta opacidad,

requiriendo ser recubierto por una cerámica feldespática para poder obtener una buena estética (40).

Posteriormente el sistema In-Ceram fue modificando su composición generando dos nuevas cerámicas. In-Ceram Spinell que incluía dentro de su composición una matriz de alúmina y magnesio ($MgAl_2O_4$) a la que se denominó "Spinell". Dicha estructura incrementaba su translucidez y le proveía de propiedades ópticas isotrópicas (41,42). Por otro lado, al disminuir su contenido en alúmina también lo hacía su resistencia a la flexión limitando su uso a coronas anteriores (43).

Por último, con el objetivo de aumentar sus resistencia y emplearlo para estructuras de puentes más largos, se desarrolló In Ceram Zirconia la cual incluía hasta un 30% de óxido de circonio parcialmente estabilizado, que le confería una mayor resistencia a la flexión y opacidad siendo ideal para sectores posteriores (44,45). El uso de las cerámicas infiltradas por vidrio fue desapareciendo debió a la aparición del disilicato de litio y la circona, especialmente por la fabricación CAD-CAM (9).

1.1.2. Cerámicas Policristalinas

Con el objetivo de desarrollar materiales totalmente cerámicos más resistentes, se crearon las cerámicas policristalinas, las cuales a diferencia de las cerámicas clásicas se forman a partir de un alto porcentaje de fase cristalina, reduciendo al mínimo la fase vítrea. Estas cerámicas se sinterizan directamente solo el relleno, creando así una estructura densa policristalina libre de matriz vítrea. Una de sus principales características es la presencia de una sólida matriz monofásica de cristales cuyos átomos están

densamente comprimidos, obteniendo un material sólido extremadamente resistente que impide la propagación de las grietas a través de éste (12,15,46).

El proceso de fabricación de estos materiales es más complejo debido a su composición, siendo necesario la fabricación industrial y su posterior procesado mediante métodos CAD-CAM. Los dos representantes de esta familia son el óxido de aluminio (alúmina, Al_2O_3) y el óxido de circonio (circona, ZrO_2) (38).

Alúmina

Se considera la primera cerámica policristalina empleada en el ámbito odontológico. Procera All Ceram (Nobel Biocare, Kloten, Suiza) fue diseñada en 1983 junto con el concepto CAD-CAM para la fabricación de restauraciones totalmente cerámicas asistidas por ordenador. Se trataba de una cerámica de óxido de aluminio de alta pureza (99,5%-99,9%), la cual se tenía que recubrir con porcelana de recubrimiento de baja fusión (47).

El flujo de trabajo pasaba en primer lugar por escanear el muñón mediante un escáner táctil, que realizaba un mapeado del muñón generando un archivo en 3D de la preparación. La estructura de la restauración se fresaba siempre un 20% más grande para compensar la contracción del material tras la sinterización (47,48).

Circona

La Circona se trata de un óxido metálico (ZrO_2) polimórfico que presenta 3 estructuras cristalinas diferentes que son dependientes de la temperatura a la que se encuentre el material: monoclínica (temperatura ambiente hasta los 1170º), tetragonal (1170º hasta los 2370º), y cúbica (2370º hasta su punto de fusión). Para poder estabilizar la circona en fase tetragonal o cúbica a temperatura ambiente se ha de añadir Ytrio (Y), Calcio (Ca), Magnesio (Mg), Cerio (Ce), o cualquier ion que presente mayor radio iónico que el circonio (Zr) (49,50).

El compuesto más empleado para la estabilización de la circona a temperatura ambiente es la Ytria (Y_2O_3), que dependiendo de la cantidad se puede estabilizar en 3 formas distintas. Cuando se añade un 8 mol% de Ytria, la fase cúbica es estable a temperatura ambiente, llamándose cubic-stabilized zirconia (CSZ). Con un 3 a 8 mol% de Ytria, se obtiene una fase mixta de tetragonal y cúbica, llamándose partially stabilized zirconia (PSZ). Por último, con un 3 mol% de Ytria, prácticamente el 100% de la circona se encuentra en fase tetragonal, llamándose tetragonal zirconia polycristal (TZP) (51,52).

Tanto PSZ como TZP presentan un fenómeno denominado “transformación resistente”, consistente en que tras la aplicación de una fuerza que genere una grieta sobre la circona, se produce un cambio de fase cristalina de la fase tetragonal a la monoclínica. Dicha transformación viene acompañada del aumento del volumen de las partículas en torno a un 4%. Se cree que la compresión producida por el aumento del volumen de los cristales frenaría y prevendría la propagación de las grietas (53–55).

Por otro lado, la transformación resistente puede llegar a ser revertido mediante un proceso de regeneración, en el cual la cerámica es sometida a una cocción entre 900º-1000º, consiguiendo que todos los cristales que estén en fase monoclínica pasen de nuevo a fase tetragonal, reduciendo todo el estrés compresivo (56,57). Al exponer el material a temperaturas tan altas, se pueden modificar sus propiedades ópticas iniciales, siendo posible una sobresaturación cromática. La regeneración solo estaría indicada cuando la circona se someta a procesos potencialmente agresivos como pueden ser grandes ajustes oclusales (58,59).

La evolución historia de la circona ha estado estrechamente relacionada con la cantidad de ytria (Y_2O_3) que contenga en su composición, obteniendo diversas propiedades mecánico/ópticas.

Originalmente la primera circona para uso dental fue 3Y-TZP (3Y-HA), se caracterizaba por contener entre 0,25-0,5 wt% de alúmina en su composición, confiriéndole una gran resistencia mecánica pero una gran opacidad, por lo que era intrínsecamente necesario ser estratificada. Para poder solventar dichos problemas de translucidez se decidió sacrificar parte de su resistencia reduciendo la cantidad de alúmina al 0,05% 3Y-TZP (3Y), pudiendo complementarse con cerámica de recubrimiento o con tinciones internas y/o externas para obtener buenos resultados estéticos. Una vez que se incrementa la cantidad de ytria por encima del 3 wt% se obtienen 3 tipos de circona: 4Y-PSZ (4 wt% Ytria) siendo el término medio entre resistencia y translucidez, 5Y-PSZ (5 wt% Ytria) sería la circona muy translúcida, y 6Y-PSZ (6 wt% Ytria) circona super

translúcida. La translucidez de 5Y es 20 a 25% mayor que la 3Y, pero un 40 a 50% menos resistente (60–63).

En relación a las cerámicas policromáticas multicapas existen dos tipos de óxido de circonio: Multicapa de composición homogénea y multicapa de composición híbrida. La circona multicapa homogénea tiene exactamente la misma composición de Ytria que en la monocromática, pero el disco de fresado presenta un degradado de color simulando la coloración de un diente natural. En cuanto la circona multicapa híbrida presenta dentro del mismo disco de fresado distintas capas cromáticas y distintas cantidades de Ytria, obteniendo tanto un degradado cromático como diversos tipos de translucidez a lo largo del disco (61). Fig. 2.

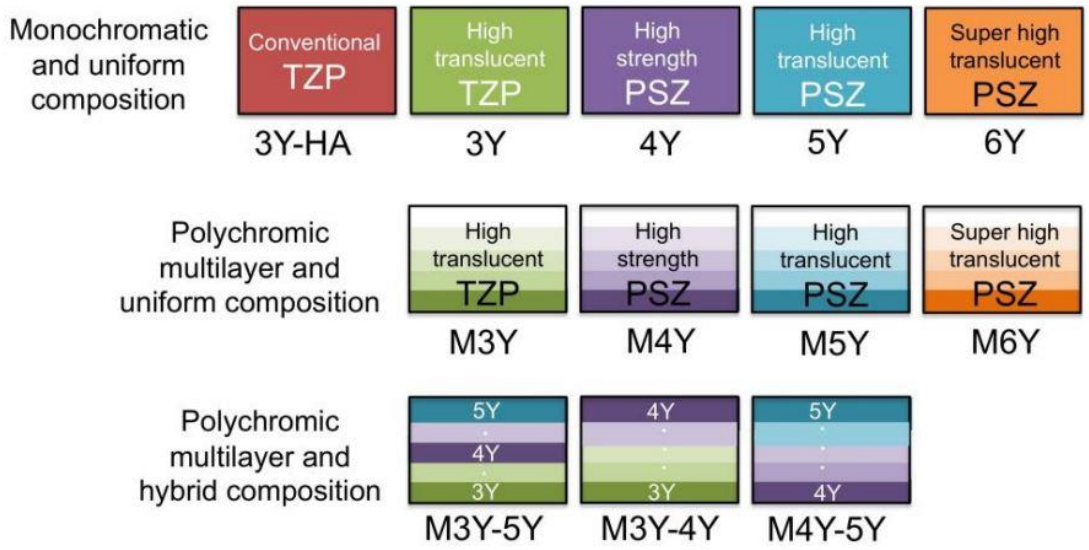


Figura 2. Clasificación de la zirconia estabilizada con Ytrio(61).

A la hora de seleccionar que tipo de óxido de circonio es más indicado en cada situación, se han de valorar dos variables: la resistencia y la estética. La circona 3Y-HA y 3Y estarían indicadas para restauraciones parciales múltiples, siendo necesario

estratificar cerámica para la obtención de una buena estética. En el caso de 4Y, 5Y y 6Y estarían indicadas para restauraciones unitarias, e incluso puentes de 3 unidades en el sector anterior. La forma más común de confeccionarlas seria monolítica, aunque también sería posible estratificar la cara vestibular (64).

La supervivencia de las coronas individuales de circona con cerámica estratificada están en un rango del 88,8% al 100% a los 5 años (65,66). En cuanto a la supervivencia de las prótesis parciales fijas con núcleos de circona el rango fue del 89,43% +/- 10%, siendo el chipping la complicación más frecuente en el 16,97 % de los casos (67,68). En el caso de las restauraciones monolíticas, Sulaiman y cols investigaron el índice de fracaso debido a fractura de 1952 coronas y 1799 prótesis parciales fija en el sector anterior y 29808 coronas individuales y 6288 prótesis parciales fijas del sector posterior con periodo de seguimiento de 5 años, obteniendo que solo el 1% de las restauraciones había fracturado, siendo la tasa del fractura del sector anterior del 2,06% y del sector posterior el 0,99% (69).

1.1.3. Cerámicas con Matriz de Resina

Se tratan de un nuevo grupo de materiales CAD-CAM híbridos con unas propiedades físicas similares al diente, combinando lo mejor de las propiedades mecánicas de las resinas compuestas con la excelente estética y resistencia de las cerámicas (70). Existe una controversia en la literatura a la hora de clasificar/nombrar dichos materiales, ya que comúnmente se denominan “cerámicas hibridas” o “nano cerámicas” atendiendo a una etiqueta comercial que en muchos casos no refleja de manera correcta composición química del material (71).

A pesar de que Gracis y cols subdividen las cerámicas con matriz de resina en tres grupos basándose solo en su composición, es posible realizar la subdivisión en dos grandes grupos atendiendo a las siguientes características: Microestructura (vidrio disperso o PICN), método de polimerización (alta temperatura o alta temperatura más alta presión), tipo de matriz predominante (matriz de resina o cerámica) y el tipo de relleno (9,30,70,71).

Composites con Base Resina (RBCs; CAM/CAM)

Se debe considerar que los RBCs son una evolución de los composites tradicionales. Gracias su fabricación industrial y su posterior procesado CAD-CAM se ha podido modificar su composición sin tener en cuenta la viscosidad. Presentan una matriz de resina a base de uretano dimetacrilato (UDMA) que produce el doble de enlaces, un mayor grado de conversión y menor absorción de agua que el bis glicol dimetacrilato (BIS-GMA) (72,73). Su polimerización mediante altas temperaturas obtiene un mayor grado de conversión (pudiendo llegar al 89%), un mayor número de enlaces cruzados y una polimerización más homogénea, reduciendo el número y tamaño de los defectos dentro de la matriz (74,75).

Por otro lado, presentan un relleno disperso en torno al 80 wt%, 65vol%, fundamentalmente de sílice o sílice/circona. El tamaño de las partículas puede ir desde las 0,02 µm hasta grupos de 0,6 µm. El incremento de la cantidad de relleno junto con el diseño de las partículas (tamaño y distribución) mejoran resistencia a la tensión y compresión, la dureza, el módulo de elasticidad y la resistencia al desgaste (76–81).

Dentro de este grupo se encuentran productos como: Lava Ultimate (3M-ESPE. St. Paul, USA), Cerasmart (GC, Tokyo, Japón), Shofu blocks HC (Shofu, Kioto, Japón), o Brillant Crios (Coltene, Altstätten, Suiza).

Cerámicas Infiltradas con Matriz de Resina (PICN)

Las PINC se tratan de cerámicas feldespáticas reforzada principalmente con leucita y en menor medida con circona la cual esta infiltrada con resina (UDMA y trietilen glicol dimetacrilato (TEGDMA) un 14% de su peso (82). Se pueden considerar las únicas cerámicas hibridas, siendo Vita Enamic (Vita Zahnfabrik, Bad Sachingen, Alemania) el único producto que cumple con dicha descripción. La ventajas que presenta estos materiales son similares a la de los composites, siendo menos abrasivos con los dientes antagonistas, y se pueden reparar mediante técnica directa con composite (83).

Debido a su doble matriz el control de contracción de polimerización es más complejo teniendo que someter al material a un proceso de alta temperatura y presión. La presión a la que se somete el material compensa la contracción de la matriz cerámica y disminuye los defectos de ésta (75,84).

Las cerámicas con matriz de resina estarían indicadas para restauraciones unitarias adhesivas (carillas e incrustaciones), pudiendo llegar a realizar en ciertos casos coronas individuales sobre dientes e implantes (Vita Enamic). La novedad de dichos materiales hace que no existan estudios a largo plazo de la supervivencia de restauraciones fabricadas con dichos materiales.

1.2. ADHESIÓN

La adhesión se puede definir como toda aquella interacción entre átomos y moléculas de distinto origen que permiten que permanezcan unidas. Se trata de la atracción molecular existente entre dos superficies mediante una interfase que permite a través de procesos físicos, químicos o físico-mecánicos la unión de dos cuerpos en contacto. Por otro lado, la cohesión se definiría como la atracción existente entre átomos y moléculas de similar origen, y se suele señalar como la resistencia del propio material. Asimismo, uno de los principales factores que afectan a la creación de la interfase adhesiva es la energía superficial de los materiales, y por ende la mojabilidad de los mismos, propiedad que interfiere de manera directa en la correcta aplicación de los adhesivos/agentes de unión (85,86).

La mojabilidad o humectabilidad es la habilidad de un líquido para formar una interfase en la superficie de un sólido. El grado de mojabilidad se evalúa mediante la medición del ángulo de contacto formado entre una gota de un líquido sobre la superficie del sólido. Cuando los ángulos de contacto son bajos, indica una mayor capacidad adhesiva ya que aumentara la superficie de contacto entre el adhesivo y el sustrato, resultando en una gran energía superficial y una gran fuerza de interacción entre ambos (85,86).

El éxito clínico de las restauraciones esta intrínsecamente relacionado con dos factores: la selección del material y la estrategia de cementado. Una vez seleccionado el

tipo de material basado en el balance resistencia/estética, el éxito/supervivencia de la restauración dependerá en gran de medida del proceso de cementado adhesivo.

Cualquier protocolo de adhesión a cerámicas dentales se divide en dos fases: Tratamientos de superficie y la imprimación. Ambas partes son totalmente dependientes del tipo de matriz y del tipo de relleno que contengan las porcelanas. Los tratamientos de superficie permiten mejorar la capacidad adhesiva del material, ya sea generando una rugosidad, o funcionalizando mediante radicales libres. Una vez que la superficie de la restauración ya es hidrofílica, es preciso producir una afinidad química entre la cerámica y el cemento de resina, para lo que se aplicarán imprimadores cerámicos a base de silano o metacriloiloxidecil dihidrógeno fosfato (MDP) (87).

1.2.1. Tratamientos De Superficie

Los tratamientos de superficie son todos aquellos procesos que modifican la energía superficial de los materiales, permitiendo mejorar las capacidades adhesivas de los mismos. Dichos procesos tienen dos competencias básicas: limpieza de la superficie y generar una rugosidad. La contaminación del campo operatorio o de la restauración mediante agua, restos orgánicos o biofilm, afectan de manera directa a la mojabilidad disminuyendo la energía superficial e impidiendo la correcta aplicación de los productos. Uno de los principales métodos para mejorar la mojabilidad en odontología es por medio de la creación de micro rugosidades superficiales. Esta práctica está basada en el efecto Wenzel y su ecuación que predicen que cuando existen ángulos de contacto menores a 90º, la mojabilidad aumenta, aumentado la rugosidad, pero decrece en materiales no

humectables con ángulos superiores a 90º. El efecto Wenzel se ha estudiado en múltiples materiales dentales como polímeros, cementos y composites (86,88–90).

Para la obtención de una superficie rugosa que mejore las propiedades adhesivas de los materiales existen diversos métodos químicos o fiscos que modifican su topografía en base a su composición química. Los tratamientos de superficie más comunes son los realizados mediante ácidos, cuya misión es disolver la matriz de la porcelana generando micro retenciones. Por lo que, en función del grado de degradación que generen los ácidos, se pueden clasificar las cerámicas en ácido-sensibles (cerámicas de matriz vítrea) y ácido-resistentes (cerámicas policristalinas) (87).

Las cerámicas ácido-sensibles son aquellas en las que se encuentra en su composición un cierto porcentaje de matriz vítrea (feldespato), la cual puede disolverse por medio de agentes grabadores a base de flúor: Ácido fluorhídrico (HF), difluoruro de amonio (ABF), y fluoruro de fosfato acidulado (APF). Actualmente el compuesto más empleado es el ácido fluorhídrico en concentraciones del 5% al 10%, durante 20 a 60 segundos (91,92).

El grado de microporosidad generado por el ácido esta influenciado por el tamaño, cantidad y distribución de los cristales de leucita. A mayor cantidad de leucita, mayor dificultad tendrá el ácido fluorhídrico para generar un patrón de grabado. Por lo que, las cerámicas feldespáticas reforzadas con leucita se grabarán con HF al 9-10% durante 60 segundos, y las feldespáticas reforzadas con disilicato de litio con HF al 5% durante 20 segundos (93–97).

Por otro lado, las cerámicas ácido-resistentes son las policristalinas (óxido de circonio), carentes de matriz vítrea que no puede ser grabadas por el ácido fluorhídrico, además de presentar una alta dureza. A la hora de valorar cual es el método óptimo para generar las micro rugosidades, se deben tener en cuenta factores como el deterioro del material y el cambio de fase cristalina. No existe un protocolo universalmente aceptado en la literatura que asegure un cementado seguro a largo plazo de la circona, pero el más estudiado y más comúnmente empleado es la abrasión mediante el arenado con óxido de aluminio. Así mismo, se han descrito múltiples formas de aplicar dicha técnica para obtener la rugosidad ideal en el óxido de circonio, las cuales varían en función de: el tamaño de los cristales de óxido de aluminio (25 – 25 μm), la presión (0,05 – 0,45 Mpa), la distancia de aplicación (5 – 20 mm) y el tiempo de exposición (5 – 30 seg) (98–103).

Sin embargo, el chorreado con óxido de aluminio conlleva dos posibles riesgos: la posible creación de microgrietas/fisuras, y la activación de la transformación resistente de la circona, reduciendo en ambos casos las propiedades mecánicas del material (104–106). Para poder controlar dichos riesgos los fabricantes recomiendan cocer la cerámica después del arenado, o arenar antes de la última cocción para revertir el cambio de fase cristalina (107–109). En este sentido se ha demostrado que el chorreado pre o post sinterizado no influye a la futura adhesión del material (110,111). De forma similar se recomienda emplear óxido de aluminio de 50 μm y 0,2 Mpa puesto que genera una topografía suave que permite aumentar la energía superficial y reducir la contaminación (98,103,112–114). La fuerza de adhesión no se ve afectada por las variaciones de tamaños de partícula y la presión, pero el incremento de ambos si está asociado a la formación de microgrietas y el debilitamiento del material (111,115,116).

1.2.2. Imprimación

Se puede definir la imprimación como la fase del cementado en la que mediante la aplicación de un agente es posible activar químicamente la superficie de los materiales, obteniendo una adhesión química entre el relleno del material y el cemento de resina. Para la selección de la molécula más adecuada hay que tener en cuenta la composición química de la cerámica, más concretamente el tipo de relleno inorgánico. En caso de las porcelanas con base sílice se aplicará silano, y en el caso de las que contienen óxidos metálicos se empleará MDP.

La aplicación del silano como agente de unión sobre la cerámica pretratada mediante ácido fluorhídrico es el factor más importante para una correcta adhesión entre los cementos resinosos y las cerámicas silicatadas (93,117–120). Se trata de una molécula bifuncional en la que, por un lado, tiene un grupo OH que mediante una reacción de condensación se adhiere a la sílice, y por otro tiene un grupo CH que genera dobles encales con el metil metacrilato del cemento de resina. Para la activación del silano se ha de hidrolizar mediante ácido acético, generando el silanol. Cuando el silanol se deposita sobre una superficie inorgánica se forman enlaces covalentes y puentes de hidrógeno Si-O-Si. Además de promover la adhesión, también es capaz de reducir el ángulo de contacto, incrementando la mojabilidad de la superficie de las cerámicas (121,122).

El silano como agente adhesivo se ha empleado para el desarrollo de sistemas de reparación de cerámicas, adhesivos y resinas compuestas. El más empleado en odontología es el 3-methacryloxypropyltrimethoxysilane (MPS). Se suele presentar en formato ya pre-hidrolizado en una solución de etanol-agua, en un solo bote. Al venir el

producto ya activado presenta una vida útil corta. Un buen indicador de su estado es el aspecto que presente el líquido, y cuando el silano tenga aspecto lechoso no se debería utilizar. Gracias a la compatibilidad del MPS con los grupos funcionales a base de metacrilato como los dimetacrilatos que se encuentran en los composites, es emplea para la optimización y promoción de la adhesión del composite con las cerámicas, los metales y otros composites (91).

Por otro lado, el MDP (10-methacryloxydecyl-dihydrogenphosphate), pertenece a la familia de los monómeros éster fosfato. Se trata de una molécula bifuncional que por un lado contiene un grupo éster fosfato que enlaza directamente con los óxidos metálicos y con la hidroxiapatita, y por el otro un grupo metacrilato que se enlaza con la matriz del cemento de resina (123,124). Se puede encontrar en imprimadores cerámicos, adhesivos universales y cementos autoadhesivos. Cuando se quiera aplicar como imprimador cerámico para el óxido de circonio, se recomienda emplearlo de manera conjunta con el silano, y que el solvente del producto sea acetona o alcohol ya que se obtiene mejores valores de fuerza de adhesión, y una mayor afinidad del MDP por la circona tetragonal (103,125).

1.3 PLASMA

El Plasma es uno de los 4 estados de la materia, junto con líquido, sólido y gaseoso. Es el estado más abundante del universo, presente hasta en un 99% de su totalidad. Se trata de un gas ionizado con la misma densidad de cargar positivas que de cargas negativas (126).

Se puede formar a partir de un elevado calor o aplicando una corriente eléctrica sobre un gas. El más empleado suele ser el plasma de baja temperatura o plasma frío. Se genera mediante la producción de electrones altamente cargados que son acelerados por medio del campo eléctrico y de alta diferencia de potencial entre dos electrodos (127).

Si aplicamos una corriente eléctrica continua, a baja presión o bajo presión atmosférica, las moléculas del gas se van a disociar en protones y electrones. El bombardeo del cátodo con iones positivos creará de manera secundaria electrones que ganarán energía al excitarse, ionizando así las moléculas del gas resultando en la producción de nuevos electrones. Todo este proceso viene acompañado de la emisión de radiación de luz visible, cuyo nombre es descarga luminiscente, siendo este efecto es el que se puede observar en las luces de neón (126–128).

La interacción del plasma con las superficies se ve afectada en gran medida por el tipo de gas empleado, el tiempo de exposición y el tipo de material sobre el que se aplique. Están descritos 4 posibles efectos sobre las superficies: limpieza, activación, grabado, y recubrimiento.

La limpieza está destinada a la remoción de las partículas de suciedad que quedan en la superficie de los materiales, siendo el gas más empleado en este proceso el oxígeno, en periodos cortos de tiempo. Este efecto está destinado a procesos de esterilización y preparación de materiales para su futura adhesión.

La activación o funcionalización está enfocada a la creación grupos funcionales y/o enlaces cruzados en la superficie del material sin alterar su composición. Con ello se puede modificar la mojabilidad, aumentando la energía superficial por lo que se reducirá en ángulo de contacto, consiguiendo así un mayor contacto entre el adhesivo y el material a cementar.

El grabado o etching se trata de un tratamiento de superficie que se basa en un proceso de ablación por el cual se remueve material de la superficie creando una micro rugosidad. Para este proceso se suele usar argón, que al acelerar sus iones colisionan contra el sustrato cargado negativamente transfiriendo así su energía a los átomos de la superficie. Algunos de estos últimos átomos reciben la suficiente energía como para abandonar la superficie, exponiendo así las capas inferiores. El grabado se suele emplear previo a procesos de deposición o implantación.

Por último, la deposición o coating es un proceso en el cual se añade una capa superficial al material con la intención de modificar sus propiedades mecánicas, químicas (protección de la corrosión), y ópticas (reflejo y la decoración). Puede usarse para la

modificación de la mojabilidad (disminuyendo la hidrofilia), o para la preparación de las muestras para microscopia (126,127,129).

En función del tipo de presión que se emplee para generar el plasma, hay que distinguir dos tipos de máquinas: plasma atmosférico y el plasma de baja presión.

a) El plasma atmosférico no térmico o frío (NTAP), utiliza el gas a temperatura ambiente y con la presión atmosférica. En esencia su forma suele asemejarse a un bolígrafo de plasma en el que puede haber uno o dos electrodos colocados en la punta o en el interior del tubo (pudiendo ser de cobre, teflón o cuarzo), que al introducir el gas y excitarse se forma un chorro de plasma. El gas que se emplea es un gas noble (frecuentemente argón, aunque también se puede usar helio) puro o con una mezcla de un gas molecular (generalmente oxígeno) (129,130). Figs. 3 y 4.

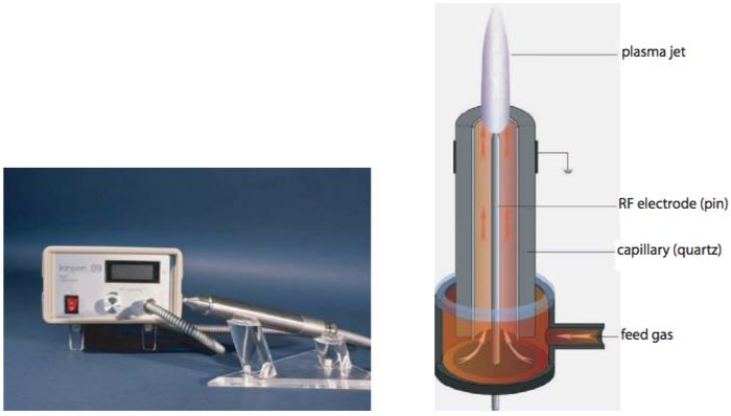


Figura 3.Diagrama esquemático Plasma Jet (131)

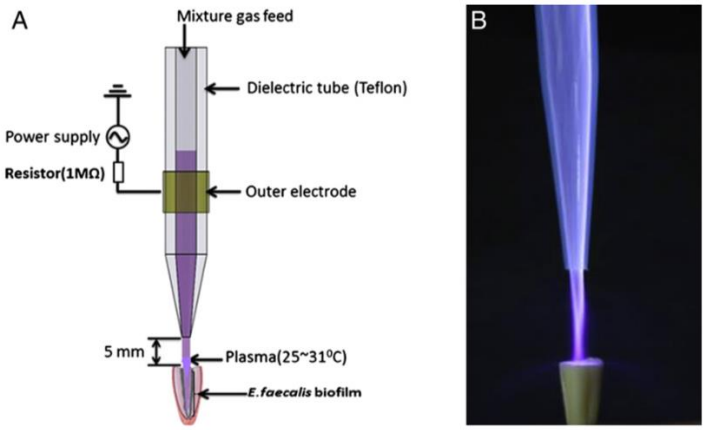


Figura 4**.** Diagrama esquemático Plasma Pipette (132)

Así mismo, dicho plasma ha sido el más estudiado por su capacidad desactivadora/destructiva de patógenos orales y su influencia en la adhesión a dentina. En cuanto a su efecto sobre las bacterias se ha demostrado que no tiene que ver con la emisión luz UV, sino al oxígeno reactivo que provoca daños oxidativos sobre las membranas celulares, el ADN y las enzimas proteicas.

Por otro lado, el tratamiento con NTAP no produce ninguna alteración a nivel mesenquimal, ni promueve cambios en las mucosas, ni tejidos periodontales. Sin embargo, su efecto sobre las células pulpares aún está por determinar, en concreto con posibles daños por el calor que genere el plasma. Los principales usos que se estudian son: su efecto sobre el biofilm, la descontaminación perimplantaria y de caries, desinfección de conductos (sobre todo contra el Enterococcus faecalis) (130,133,134).

En cuanto a la modificación de la superficie dental se busca modificar la hidrofilia, mejorando así el ángulo de contacto de los tejidos dentarios. Se ha demostrado de que la exposición al Plasma de argón o helio en combinación o no con O_2/H_2O_2 reduce el ángulo de contacto del agua y el etanol, tanto en dentina y esmalte bovino y humano, como en circona y titanio.

La modificación de la mojabilidad del diente se puede realizar mediante el proceso de grabado o etching, que atacaría principalmente a las proteínas que se encuentran en la dentina, aumentando su rugosidad. El principal inconveniente es que al atacar solo a las proteínas la malla de colágeno se debilitaría disminuyendo así la fuerza adhesiva. En el esmalte por el contrario al poseer una baja concentración de proteínas en su composición, el efecto del plasma no es estadísticamente significativo (130).

Otros de los posibles usos del plasma atmosférico es su influencia en la penetración de la resina sobre los tejidos dentarios. Se ha demostrado que con la aplicación de 30 segundos de NTAP tras el grabado, se puede llegar a obtener hasta un 90% de grado de conversión del monómero, en especial en la capa híbrida. También se ha observado que hay una mayor penetración de la resina hidrofílica (HEMA), debido a la mejora de mojabilidad del sustrato dentinario. Esto se traduce en un aumento en los valores de fuerza de adhesión y una disminución de la degradación de colágeno. Por otra parte, la diferente penetración de las porciones hidrofílicas (HEMA) y de la parte hidrofóbica (BIS-GMA) puede suponer un riesgo para la integridad de la capa híbrida (135).

b) El plasma de baja presión se compone de 3 partes fundamentales: una cámara de vacío, una bomba de vacío y un generador de alta frecuencia. En primer lugar, se evacua todo el aire de la cámara para generar el vacío y limpiar de la atmósfera cualquier resto del procedimiento anterior. Posteriormente se crea la baja presión (entre 0,1 y 1,0 mbar) introduciendo el gas o mezcla de gases correspondiente. Una vez se consigue la presión deseada, el generador se enciende y el gas es ionizado. Durante todo el procedimiento se introduce gas nuevo y se evacua el gas contaminado. Figura 5.

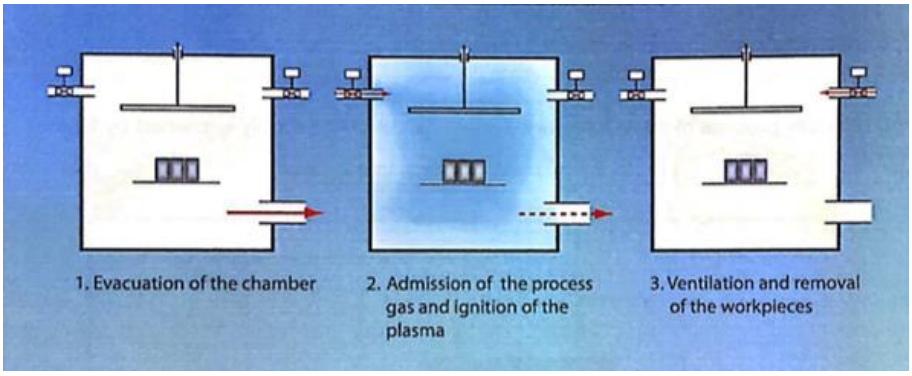


Figura 5. Esquema secuencia del tratamiento con plasma

El volumen de las cámaras de vacío se configura en función del tamaño y el número de componentes a tratar. Los sistemas de laboratorio suelen oscilar rangos entre 1 y 50 litros. Las bombas de vacío se ajustarán al tamaño de la cámara y del rendimiento de gas durante el proceso de plasma.

Otras opciones de variación de los parámetros pueden ser el método de creación del plasma, es decir, la energía necesaria para la creación de plasma se

puede acoplar a la cámara de diferentes formas. Con máquinas de kHz (40 kHz) y MHz (13,56 MHz) con un electrodo dentro de la cámara del plasma. O también con máquinas de microondas (2,45 GHz) que poseen una antena montada en un magnetrón. El magnetrón se trata de un tubo oscilador de electrones con una frecuencia fija. La antena no puede estar dentro del vacío, por lo que el magnetrón está dentro de una ventana de vidrio o cerámica en la cámara. Fig. 6.

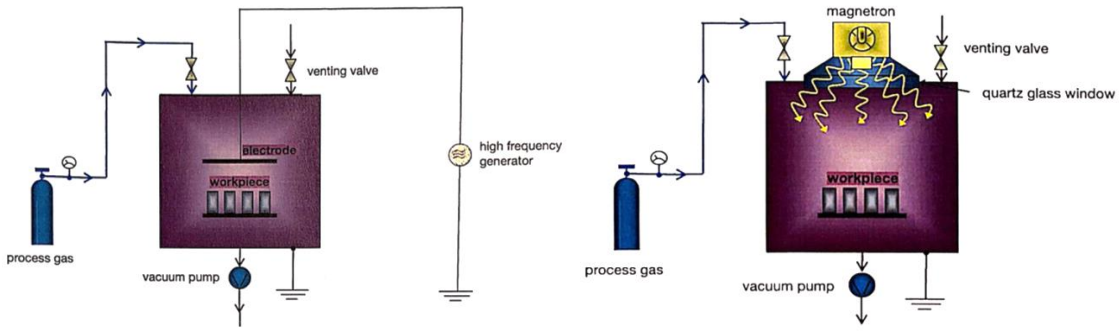


Figura 6. Esquema de los Sistemas de Plasma de Baja Presión

Las aplicaciones del plasma de baja presión están enfocadas al mundo industrial para todo tipo de plásticos, metales o cerámicas, ya sea para procesos de limpieza donde se eliminen capas orgánicas u óxidos de la fabricación, procesos de activación previo a la adhesión o soldadura, o procesos de Coating para volver los materiales hidrófobos.

A nivel odontológico este tipo de maquinaria se ha utilizado en menor medida frente al plasma atmosférico. El campo más estudiado ha sido su aplicación con argón sobre el titanio y su interacción con los tejidos duros y blandos. Desde un punto de vista fisicoquímico, al aumentar la energía superficial con dicho tratamiento se consigue que se reduzca el ángulo de contacto, promoviendo así la propagación celular y por tanto

favoreciendo la respuesta de los tejidos circundantes a los implantes o aditamentos protésicos. Por otro lado, la limpieza con argón ha demostrado su eficacia sobre superficies de titanio contaminadas en estudios in vitro, eliminando la contaminación orgánica de la superficie, creando así una nueva superficie disponible para su interacción con las células (136–143).

HIPÓTESIS DE TRABAJO

2. HIPÓTESIS DE TRABAJO

Las hipótesis nulas (H_0) planteadas en el presente trabajo fueron las siguientes:

1. No existirán diferencias entre los tratamientos de superficie tradicionales y los experimentales con plasma de baja presión sobre la mojabilidad de una cerámica reforzada con disilicato de litio y una cerámica circoniosa.

2. No existirán diferencias entre los tratamientos de superficie tradicionales y los experimentales con plasma de baja presión sobre la fuerza de adhesión de los materiales cerámicos analizados.

3. No existirán diferencias en la mojabilidad y la fuerza de adhesión entre los dos materiales analizados con los dos tratamientos de superficie mediante plasma de baja presión.

JUSTIFICACIÓN Y OBJETIVOS

3. JUSTIFICACIÓN Y OBJETIVOS

3.1 JUSTIFICACIÓN

La odontología hoy en día está encaminada hacia los procedimientos mínimamente invasivos, enfocados hacia la conservación de la máxima cantidad de estructura dentaria mediante la adhesión de los diferentes materiales de restauración indirectos. Esto ha hecho que la industria desarrolle nuevos materiales con nuevas composiciones cuyo objetivo es poder tener un material adecuado para cada situación.

El éxito de dichos tratamientos no solo pasa por la selección del material adecuado, sino por la adhesión correcta del mismo al tejido dentario. Cada material requiere un procedimiento distinto de cementado, tanto en los tratamientos de superficie necesarios para mejorar su energía superficial, como en los imprimadores para que vuelva dicha superficie químicamente activa para su futura adhesión.

Al existir tal variedad de materiales el clínico debe tener disponible distintos ácidos de diversas concentraciones, óxido de aluminio de varios tamaños de partícula, y por supuesto controlar el tiempo de exposición de cada tratamiento, los tiempos de grabado, la presión de la arenadora, y por último limpiar la superficie post tratamiento de superficie acorde con la selección de éste.

Todo ello hace que los procedimientos de cementado sean cada vez más susceptibles a la técnica, debido a que un mal tratamiento de superficie puede desembocar en un fallo adhesivo o en una disminución de la resistencia a la flexión del material.

Debido a la reciente introducción de alguno de los materiales cerámicos y a que aún no existe unanimidad sobre los tratamientos de superficie a emplear en cada material, se hace necesario más investigaciones que evalúen los diferentes tratamientos de superficie de las restauraciones cerámicas para lograr una óptima adhesión.

Por tanto, en el presente estudio se planteó evaluar el uso del plasma de baja presión como único tratamiento de superficie para todos los materiales, en los que solo habría que variar el programa de la máquina conforme al material, eliminando el error por parte del operador que pueda sobrexponer o subexponer.

3.2. OBJETIVOS

Los objetivos planteados en el presente trabajo de investigación fueron los siguientes:

1. Evaluar la mojabilidad mediante el ángulo de contacto de los diferentes tratamientos de superficie, en dos tipos de materiales de restauración indirectos: una cerámica reforzada con disilicato de litio y una cerámica circoniosa.

2. Evaluar la fuerza de adhesión mediante una prueba de cizallamiento en los diferentes tratamientos de superficie sobre los materiales de restauración analizados.

3. Comparar la mojabilidad entre los dos materiales cerámicos analizados con los distintos tratamientos de superficie aplicados.

4. Comparar la fuerza de adhesión entre los dos materiales cerámicos analizados con los distintos tratamientos de superficie aplicados.

5. Analizar el tipo de fractura.

6. Analizar la caracterización química y microscópica de las superficies tratadas

MATERIAL Y MÉTODOS

4.MATERIAL Y MÉTODOS

4.1. MATERIALES

Para la realización de la presente investigación "In Vitro" se emplearon dos tipos de materiales cerámicos:

- Cerámica feldespática reforzada con disilicato de litio: IPS e.max® Press LT A3 (Ivoclar Vivadent). Tablas 1 y 2.

Compuesto	**% de masa**
SiO_2	57-80
Li_2O	11-19
K_2O	0-13,5
ZnO	0-8
P_2O_5	0-11
ZrO_2	0-8
Otros óxidos	0-12

Tabla 1. Composición Química IPS e.max® Press.

CTE (100–400°C) [10-6/K]	10.2
CTE (100-500°C) [10-6/K]	10.5
Resistencia a la flexión (biaxial) [MPa]	400
Tenacidad a la fractura [MPa m0.5]	2.75
Módulo de elasticidad [GPa]	95
Dureza de Vickers [MPa]	5800
Solubilidad química [µg/cm2]	40
Temperatura de prensado [°C]	915–920

Tabla 2. Características Físicas IPS e.max® Press.

- Cerámica de óxido de circonio: IPS e.max ® ZirCAD LT 3 (Ivoclar Vivadent). Tablas 3 y 4.

Compuesto	**% de masa**
ZrO_2	88,0-95,5%
Y_2O_3	> 4,5 % – ≤ 6,0 %
HfO_2	≤ 5,0%
Al_2O_3	≤ 1,0%
Otros Óxidos	≤ 1,0%

Tabla 3. Composición Química IPS e.max® ZirCAD

CTE (25 – 500 °C) [10-6/K]	10,5 ± 0,5
Resistencia a la flexión [MPa]	≥ 900
Solubilidad química [µg/cm2]	< 100
Tipo / clase (ISO 6872:2015)	Tipo II / clase 5

Tabla 4. Características Físicas IPS e.max® ZirCAD.

4.2. PREPARACIÓN DE LAS MUESTRAS

Se obtuvieron 30 cilindros de 12,5 mm de diámetro por 9,5 mm de grosor de cada material.

En el caso del disilicato de litio se emplearon los mismos cilindros que vienen de fábrica para ser inyectados, pero para el óxido de circonio los cilindros fueron fresados en la fresadora Zenotec Select (Wieland Dental, Pforzheim, Germany) basándose en el diseño digital obtenido tras escanear un cilindro de inyección de IPS e.max® Press. Tras el mecanizado las muestras fueron sinterizadas en el horno cerámico Austromat µSic Dekema (Dental-Keramikofen GmbH, Freilassing, Germany), siguiendo las instrucciones del fabricante. Figs. 7 y 8.

Figura 7. Archivo digital de los cilindros

Figura 8. Fresadora y Horno

Posteriormente los discos se limpiaron en una cuba de ultrasonidos durante 5 min con agua destilada y fueron almacenados en cajas de plástico tipo Petri. Las cajas se limpiaron con alcohol isopropílico y fueron introducidas en plasma oxígeno al 100%, en un ciclo de limpieza de 1 min.

4.3. TRATAMIENTO DE LAS MUESTRAS

Las 30 muestras de cada material se dividieron de forma aleatoria (www.alazar.info) en 3 grupos de 10 muestras cada uno, según el tratamiento de superficie a realizar. El resultado del análisis de la potencia (G Power 3.1.9.4) indicó para el ángulo de contacto un tamaño de efecto de 1,1 al 90% de potencia cuando el tamaño muestral total era de 50, y para la fuerza de adhesión un tamaño de efecto de 1 al 90% de potencia cuando el tamaño muestral total era de 46. Por lo tanto, se establecieron 6 grupos de estudio. Tabla 5.

1. Grupo Disilicato de Litio Control (LD-C):
    a. Se realizó un grabado con ácido fluorhídrico al 5% (IPS Ceramic Etchig Gel, Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein) durante 20 segundos.
    b. Tras el grabado se procedió a lavar con abundante agua, hasta eliminar por completo todo el ácido.
    c. Por último, se introdujeron las muestras durante 5 min en ultrasonidos con agua destilada y se secaron con una jeringa de aire.

2. Grupo Disilicato de Litio Plasma Oxígeno (LD-CP):
    a. Se realizó un grabado con ácido fluorhídrico al 5% (IPS Ceramic Etchig Gel, Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein) durante 20 segundos.
    b. Tras el grabado se procedió a lavar con abundante agua, hasta eliminar por completo todo el ácido.

c. Se introdujeron las muestras durante 5 min en ultrasonidos con agua destilada y se secaron con una jeringa de aire.

d. Por último, se sometieron a un tratamiento de plasma durante 5 min en una atmosfera de oxígeno al 100%, con una presión de 0,25 – 0,30 mbar y una potencia del 100% 40 kHz 1000 vatios, en la máquina Diener Pico PCCE (Diener electronic GmbH + Co. KG, Ebhausen, Alemania). Figs. 9 y 10.

Figura 9. Máquina de Plasma Diener Pico PCCE

Figura 10. Descarga Luminiscente y Parámetros del Plasma Oxígeno.

3. Grupo Disilicato de Litio Plasma Argón (LD-P):
    a. Se realizó un tratamiento de plasma durante 60 min a en una atmosfera de argón al 100%, con una presión de 0,25 – 0,30 mbar y una potencia del 100% 40 kHz 1000 vatios en la máquina Diener Pico PCCE (Diener electronic GmbH). Fig. 11.

Figura 11. Descarga Luminiscente y Parámetros del Plasma Argón

4. Grupo Óxido de Circonio Control (Zr-C):
    a. Se realizó un chorreado con óxido de aluminio de 50 micras (Madespa Ventura, Toledo, España) a 2 atm de presión, durante 10 segundos, situando la manguera a 20 mm de las muestras con una inclinación de 45º.
    b. Posteriormente se introdujeron las muestras durante 5 min en ultrasonidos con agua destilada y se secaron con una jeringa de aire.

5. Grupo Óxido de Circonio Plasma Oxígeno (Zr-CP):
   a. Se realizó un chorreado con óxido de aluminio de 50 micras (Madespa Ventura, Toledo, España) a 2 atm de presión, durante 10 segundos, situando la manguera a 20 mm de las muestras con una inclinación de 45º
   b. Posteriormente se introdujeron las muestras durante 5 min en ultrasonidos con agua destilada y se secaron con una jeringa de aire
   c. Por último, se sometieron a un tratamiento de plasma durante 5 min en una atmosfera de oxígeno al 100%, con una presión de 0,25 – 0,30 mbar y una potencia del 100% 40 kHz 1000 vatios, en la máquina Diener Pico PCCE (Diener electronic GmbH).

6. Grupo Óxido de Circonio Plasma Argón (Zr-P):
   a. Se realizó un tratamiento de plasma durante 60 min a en una atmosfera de argón al 100%, con una presión de 0,25 – 0,30 mbar y una potencia del 100% 40 kHz 1000 vatios, en la máquina Diener Pico PCCE (Diener elctronic GmbH).

Grupo	Tipo de Tratamiento
Disilicato de Litio Control (LD-C)	Ac. Fluorhídrico 5% 20 seg
Disilicato de Litio Plasma Oxigeno (LD-CP)	Ac. Fluorhídrico 5% 20 seg + Plasma Oxigeno 5 min
Disilicato de Litio Plasma Argón (LD-P)	Plasma Argón 60 min
Grupo Ox. Circonio Control (Zr-C)	Arenado Ox. Aluminio 50 micras
Grupo Ox. Circonio Plasma Oxigeno (Zr-CP)	Arenado Ox. Aluminio 50 μm + Plasma Oxígeno 5 min
Grupo Ox. Circonio Plasma Argón (Zr-P)	Plasma Argón 60 min

Tabla 5. Tratamientos de Superficie de las Muestras

4.4. MOJABILIDAD: MEDICIÓN DEL ÁNGULO DE CONTACTO

Para la medición del ángulo de contacto se empleó la máquina FTA 1000 B Class (First Ten Angstroms Inc. Portsmouth, Inglaterra). Fig. 12.

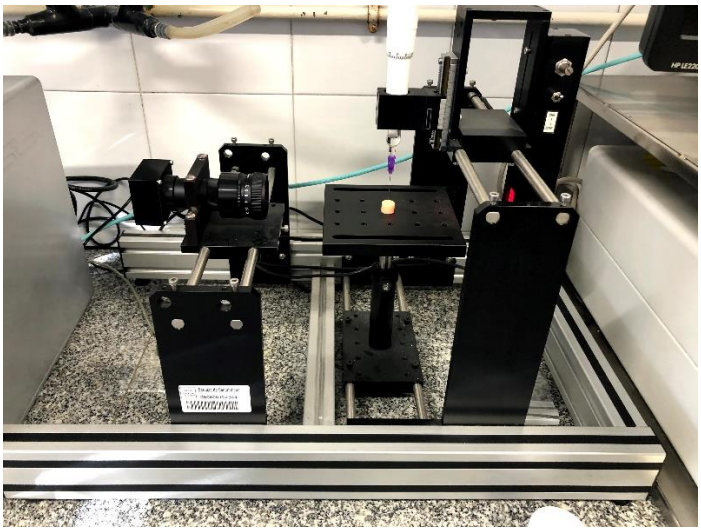


Figura 12. Máquina FTA 1000 B Class (First Ten Angstroms Inc. Portsmouth, Inglaterra)

El cálculo del ángulo de contacto fue obtenido mediante el método de la gota sésil. Sobre cada muestra se grabó 1 video de 20 segundos tras la caída y estabilización de una gota de agua destilada (3 µL) sobre el centro de la muestra. Posteriormente el video se descomponía en 55 fotogramas que se analizaran en el Software FTA 32 2.0 (First Ten Angstroms Inc. Portsmouth, Inglaterra), y se obtenía el ángulo de contacto promedio que formaba la gota sobre la superficie de la cerámica. Las mediciones se realizaron a una temperatura constante (22º) y una humedad relativa (30 ± 10%) La temperatura de la habitación estaba a 22º constantes y una humedad relativa del 30%.

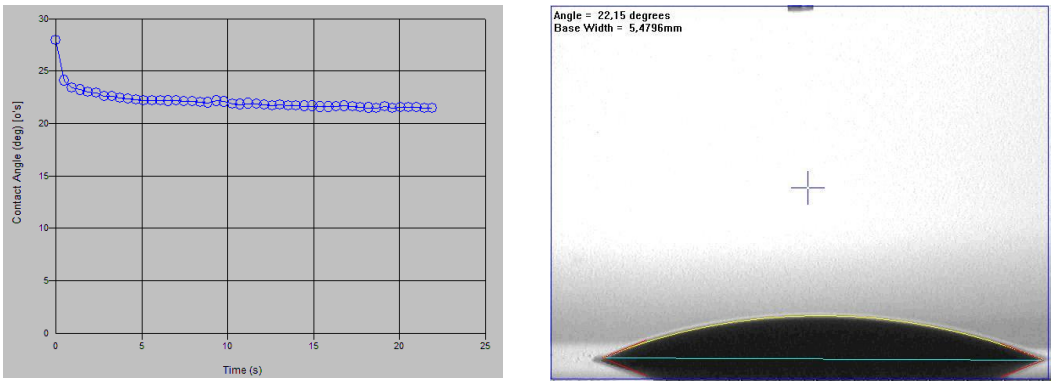


Figura 13. Proceso de Medición del Ángulo de Contacto.

4.5. FUERZA DE ADHESIÓN

4.5.1. Obtención De Los Cilindros De Composite

Para la fabricación de los cilindros de composite que irían cementados sobre las cerámicas, se confeccionó una llave de silicona. Sobre una caja de plástico de 40 mm de ancho por 40 mm de alto se colocaron 7 tubos de cobre de 3 mm de diámetro por 4 mm de alto, posteriormente el recipiente se rellenó con silicona transparente (Exaclear, GC, Tokyo, Japón). Fig. 14.

Figura 14. Confección llave de silicona para los cilindros de composite.

Se elaboraron 60 cilindros de 3 mm x 4 mm de composite nanohíbrido compactable bulk fill (Tetric Evoceram Bulk Fill, Ivoclar Vivadent). El composite se aplicó mediante un instrumento plástico, el cual por un lado tenía un atacador y por el otro una espátula plana. Se realizó un único incremento de 4 mm de alto, y se compactó mediante el atacador, hasta eliminar las burbujas de aire. Posteriormente se recortó y se eliminaron los excesos por medio de la espátula plana. Por último, se fotopolimerizó durante 10 segundos, siguiendo las indicaciones del fabricante, con la lámpara Bluephase Style (Ivoclar Vivadent). Una vez extraídos los cilindros de la matriz de silicona, se

pulieron y aplanaron mediante discos de pulidos Soft Lex (3M-ESPE, St. Paul, USA). Fig. 15.

Figura 15. Elaboración de los cilindros de composite

4.5.2 Cementado de las Probetas

Una vez realizados los tratamientos de superficie a las muestras dependiendo del grupo, se les aplicó tanto al disilicato de lito como al óxido de circonio, Monobond Plus (Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein) por medio de un microbrush sobre toda la superficie del espécimen. Tras 60 segundos de su aplicación, se dispersó cualquier exceso remanente con un chorro de aire, siguiendo las instrucciones del fabricante.

Para el correcto cementado de los cilindros de composite en el centro de las cerámicas, se diseñó y fabricó un dispositivo centrador de aluminio. Dicho centrador disponía de 3 orificios, el de mayor diámetro en la base para la colocación del cilindro de cerámica, el de menor diámetro en la parte superior por el que se introducía el cemento y el cilindro de composite, y por último unas ranuras laterales que permitían eliminar los excesos del cemento y posteriormente aplicar la luz de polimerización. Fig. 16.

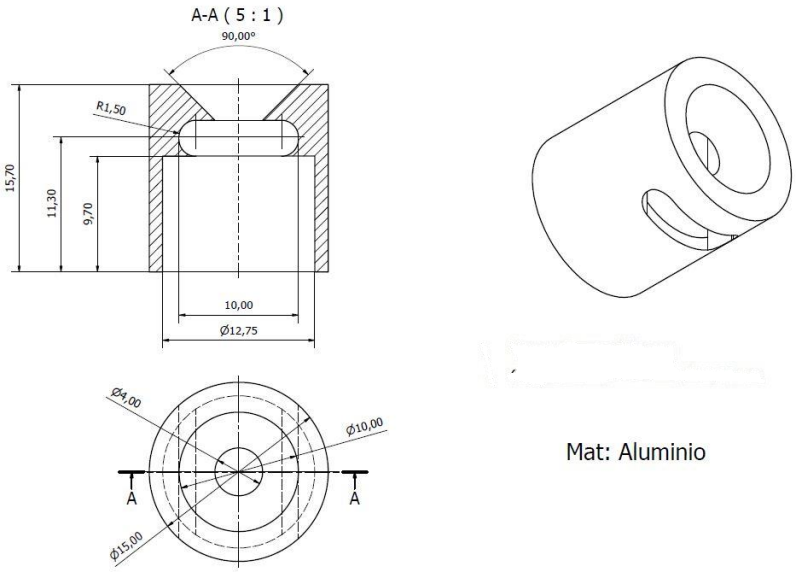


Figura 16. Diseño centrador de cementado.

Una vez aplicado el imprimador, se colocó el centrador sobre los cilindros cerámicos y se aplicó el cemento de resina Multilink Automix (Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein) a través del orificio superior del dispositivo, apoyando la punta sobre el centro de la cerámica. Posteriormente se introdujo el cilindro de composite, se eliminaron los excesos del cemento mediante un microbrush, y se colocó un peso de 250 g sobre el composite. Tras la confirmación de la ausencia de excesos de cemento se procedió a foto polimerizar durante 30 segundos por las dos caras del centrador con la lámpara Bluephase Style (Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein). Fig. 17.

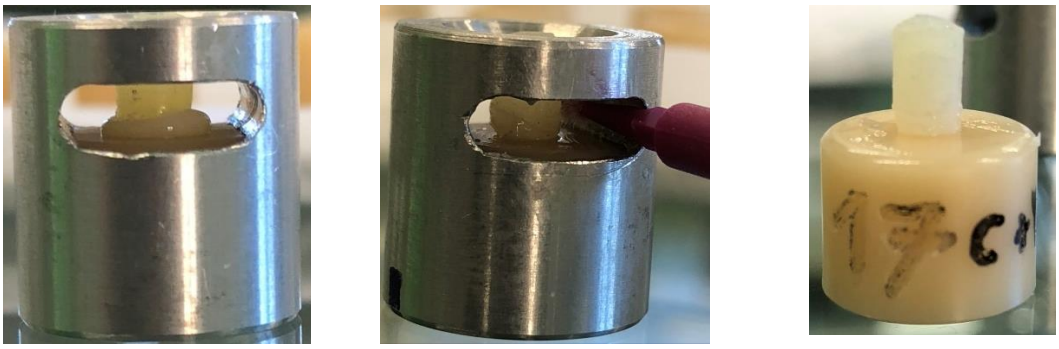


Figura 17. Proceso de cementado de las muestras.

4.5.3. Termociclado

La fase termociclado se realizó en el Departamento de Ingeniería Química y de Materiales de la Facultad de Ciencias Químicas de la UCM.

Las muestras ya cementadas se almacenaron en 6 tarros cilíndricos de boca ancha fabricados en polietileno de alta densidad (Resopal, Madrid, España). Para el correcto sellado de las muestras los tarros presentaban además de una tapa roscada, un obturador. La capacidad de los recipientes era de 125 cc (alto 62 mm – Ø int. boca 51 mm – Ø cuerpo 60 mm). Por cada recipiente se colocaron 10 muestras, las cuales se sumergieron en una solución de saliva artificial Fusayama-Meyer. La saliva artificial se elaboró a partir de una fórmula magistral presente en la Tabla 6.

Compuesto Químico	**Cantidad (g/dm)^3**
$K2HPO_4$	0,20
KCL	1,20
KSCN	0,33

Na_2HPO_4	0,26
NaCl	0,70
NaHCO3	1,50
Urea	1,50
Ácido Láctico	PH mayor de 6,7

Tabla 6. Composición química de la saliva artificial

Tras el correcto sellado de los contenedores plásticos, se introdujeron en el interior de la termocicladora. Se programaron un total de 1.200 ciclos por cada pobreta, con un tiempo de 30 min por ciclo, alternando la temperatura entre 5º y 55º. EL termociclado de todas las probetas se realizó con una cámara de ensayos climáticos CCK0/81 (Dycometal, Barcelona, España), controlada mediante el software iTools (Eurotherm®, Schneider electric, Madrid, España). La duración total del termociclado fueron de 600 h. Figs. 18 y 19.

Figura 18. Almacenamiento y Preparación muestras para el Termociclado

Figura 19. Cámara de Ensayo Climático CCK0/81 (Dycometal, Barcelona, España)

4.5.4. Test De Fuerza De Adhesión

Para calcular la fuerza de adhesión existente en la interfase adhesiva de las muestras se decidió realizar un ensayo de cizallamiento, basando el diseño y los parámetros del test en la norma ISO 29022:2013 Odontología, Adherencia, Ensayo de resistencia al cizallamiento sobre muestras de borde entallado (144). La máquina empleada para el ensayo fue TA.XTPlus (Stable Micro Systems, Godalming, England), con una célula de carga de 50 KgF, todo ello conectado a un ordenador compatible controlado por el software Texture Eponent (Stable Micro Systems, Godalming, England). El cincel es hoja de cizalla de borde entallado semicircunferencia con un diámetro de 3 mm. Fig. 20.

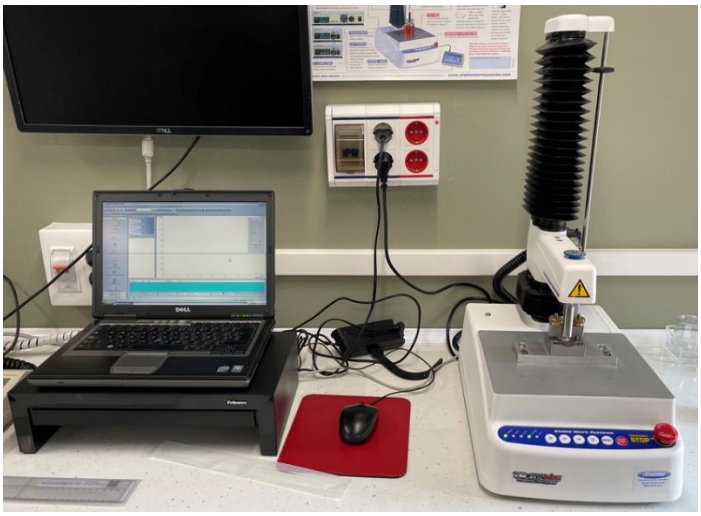


Figura 20. Maquinaria empleada para el ensaño de cizallamiento.

Antes del ensayo se comprobó la existencia de excesos de cemento alrededor de la zona del botón de composite. En caso de haber alguno exceso se eliminó empleando un bisturí con una de hoja del número 11. Posteriormente se colocaron las probetas en la brida de ensayo de base ranurada de manera que la superficie cementada de la cerámica quedaba enrasada con la parte frontal de la brida, y el botón de composite quedaba alineado con el eje central vertical de la brida. Una vez fijada la brida, el cincel se bajaba hasta quedar a ras del botón de composite sin hacer contacto. Fig. 21.

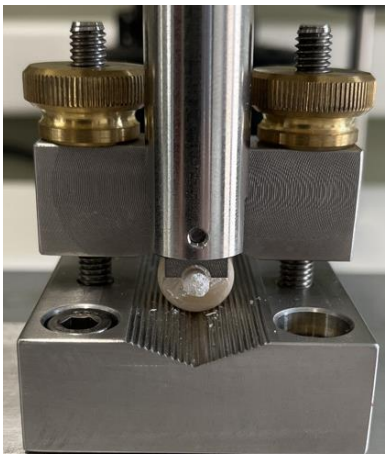


Figura 21. Colocación y alineación de las muestras.

El cincel de la máquina descendía sobre las muestras a una velocidad de 0,6 mm/min ejerciendo una fuerza continua sobre la unión entre el botón de composite y la cerámica. Una vez que el programa detectaba una fuerza de activación de 5 gr, comenzaba a registrar la fuerza aplicada en Newtons (N) mediante una gráfica, la cual finalizaba cuando se producía el fracaso de la interfase adhesiva.

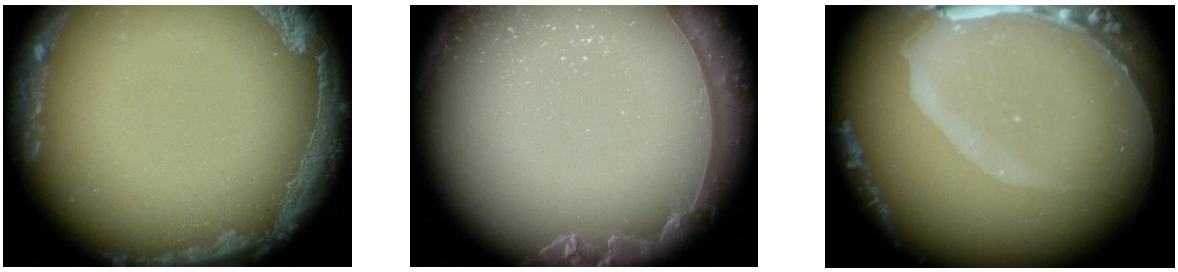
Para calcular la fuerza de adherencia expresada en Mpa se aplicó la fórmula reflejada en la Fig. 22 (144). En la que F es la fuerza máxima aplicada antes de la rotura de la unión adhesiva expresada en N, y Ab es la superficie de unión encolada, expresada en mm^2. Para obtener superficie de unión se aplicó la formula del área de un círculo (πr^2).

$$\sigma = F/A_b$$

Figura 22. Formula Fuerza de Adherencia (144).

4.6. MICROSCOPÍA ÓPTICA

Finalizado el ensayo, se procedió a la observación por medio de un estereomicroscopio Leica MZ12 (Leica Microsystems, Wetzlar, Alemania) de las interfases adhesivas tras su separación en el test de cizallamiento para valorar donde se ha producido el fracaso, si en la cerámica, el composite, o en la unión de ambos. La determinación del origen del fallo se clasificó en: cohesivo (de la cerámica, el cemento o el composite), adhesivo (de la unión entre el cemento y la cerámica o el composite), o mixto (cuando el fallo adhesivo y cohesivo ocurren de forma simultánea) (145). Fig. 23.



A) B) C)

Figura 23. Clasificación del tipo de fallo según su origen; A) Adhesivo B) Cohesivo C) Mixto

4.7. MICROSCOPÍA ELECTRÓNICA DE BARRIDO (MEB)

Con el objetivo de caracterizar la forma y texturas mediante imágenes, y los cambios en la composición de las cerámicas se decidió emplear el microscopio electrónico de barrido (MEB) asistido por ordenador JSM 6400 (JEOL, Tokyo, Japón) en las instalaciones ICTS Centro Nacional de Microscopia Electrónica de la UCM. Fig. 24.

Figura 24. Microscopio electrónico de Barrido JEOL 6400 JSM. Fotografía obtenida del Centro Nacional de Microscopia Electrónica de la UCM

4.7.1. Preparación Muestras

Para la caracterización de las cerámicas se manejaron dos tipos de muestras. En primer lugar, los cilindros de cerámica antes de realizar los tratamientos de superficie y posterior al tratamiento. En segundo, lugar las cerámicas con los botones de composite ya cementados para la obtención de imágenes de la interfase adhesiva. Por lo que, una vez cementados los materiales se embutieron en resina epoxi y se realizó un corte transversal a la interfase adhesiva mediante la cortadora semiautomática Micromet

Evolution (Remet, Bolonia, Italia) con un disco diamantado (MDM125, Tecmicro, Madrid, España). Posteriormente, el acabado y pulido de la sección se llevó a cabo mediante la pulidora Labopol-4 (Struers GmbH, Alemania) con papel de lija recubierto de carburo de silicio de granulometría P320, P600, P1200.

Antes de poder introducir las muestras en el microscopio electrónico de barrido, las muestras fueron metalizadas. El proceso de metalizado o "spputtering" consiste en recubrir los especímenes de una fina capa de un metal, que aumenta la conductividad de esta, permitiendo estabilizar el haz de electrones para la correcta observación en el microscopio. Este proceso se llevó a cabo mediante la Metalizadora Q15RS (Quorum Technologies Ltd, Reino Unido). El metal empleado para la electrodeposición al vacío fue oro de 24 quilates y 19,32 g/m^3 de densidad. El tiempo promedio de metalizado fueron seis minutos, comprendiendo ciclos de cuatro minutos de plasma de argón con un minuto de vacío previo, y un minuto de ventilación para finalizar.

4.7.2. Obtención De Las Imágenes MEB

Con el fin de caracterizar los cambios topográficos y de composición producidos por los tratamientos de superficie sobre las cerámicas, se decidió analizar los cilindros de las cerámicas pre y post tratamientos de superficie, correspondientes a cada uno de los grupos. Para ello se empleó el detector de electrones secundario (SE) operando 25 KV con una resolución de imagen de 3,5 nm (a 8 mm de distancia de trabajo). Una vez la muestra estuvo orientada y posicionada en el interior del MEB, se enfocó la imagen con un aumento de 20X, tras lo cual se obtuvieron las imágenes con una secuencia de magnificación de 1000, 2000 y 5000 aumentos Fig. 25. Posteriormente mediante el

detector de rayos X se procedió a realizar la espectroscopia de energía dispersiva (EDS) con una resolución de 133 eV. Fig. 26.

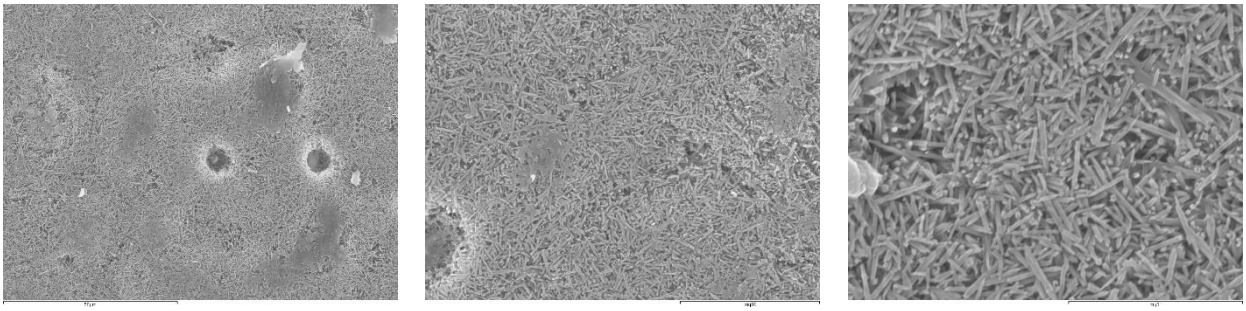


Figura 25. Imágenes del MEB con una magnificación de 1000, 2000 y 5000 respectivamente.

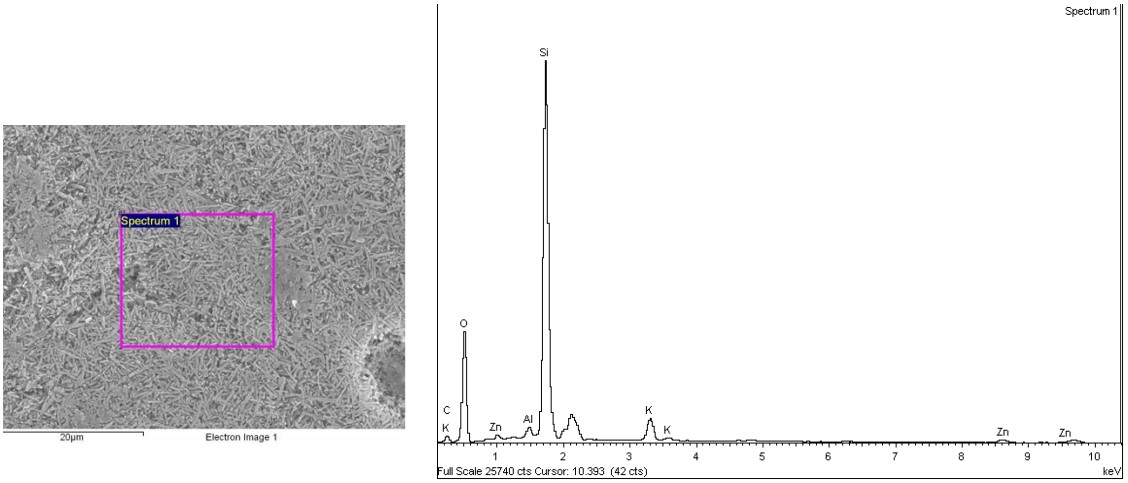
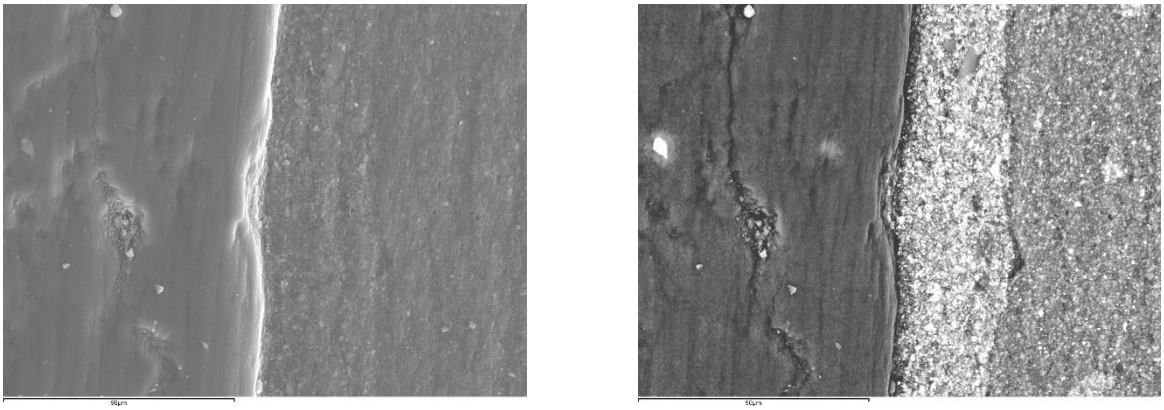


Figura 26. Análisis de espectroscopia de energía dispersiva (EDS)

Por último, para la caracterización de la interfase adhesiva se emplearon las muestras de los cilindros cementados (cuya preparación se describió previamente), mediante la obtención de imágenes por medio del detector de electrones secundarios (SE), operando a 25 KV con una resolución de imagen de 3,5 nm (a 8 mm de distancia de trabajo), y con detector de electrones retro dispersos (BSE), técnica sensible a la variación

del número atómico de los elementos de la superficie, que representa con mayor contraste (observando distintos tonos de gris) las zonas con distinta composición. Dispone de una resolución de 10 mm (a 39 mm de distancia de trabajo). Una vez la muestra estuvo orientada y posicionada en el interior del MEB, se enfocó la imagen localizando la interfase cerámica-cemento-composite con un aumento de 20X, tras lo cual se obtuvieron las imágenes con una secuencia de magnificación de 100, 500 y 1000 aumentos con ambas técnicas. Fig. 27.



A) B)

Figura 27. Imágenes del MEB de la interfase adhesiva a 1000 aumentos: A) SE y B) BSE

4.8. ESPECTRÓMETRO DE FOTOELECTRÓNICA DE RAYOS X (XPS)

Con el objetivo de realizar un análisis químico elemental del efecto de los tratamientos de superficie sobre las superficies cerámicas, se decidió emplear un espectrómetro de fotoelectrónica de rayos X (XPS). Por medio de esta técnica se puede realizar un análisis cualitativo y semicuantitativo de todos los elementos presentes en la superficie del material, llegado a aportar el estado químico de los mismos. El análisis se

realizó en las instalaciones del Centro Nacional de Investigaciones Metalúrgicas (CENIM-CSIC)

El equipo empleado fue un espectrómetro VG Microtech modelo MT500 (Fisons Instruments, Glasgow, Reino Unido) equipado con un analizador de electrones hemiesférico (CLAM 2), y una fuente de rayos X que emplea la radiación Kα del Mg (1253.6 eV) y que opera a 300 W.

Las muestras se fijaron al porta muestras mediante cinta conductora de carbono de doble cara y se introdujeron en el espectrómetro. La presión residual en la cámara de análisis se mantuvo por debajo de 10^{-8} Torr durante la medida. Los espectros se registraron empleando una energía de paso de 20 eV, típica de las condiciones de alta resolución.

Para el análisis de los componentes de cada elemento, se llevó a cabo una sustracción del fondo mediante el método Shirley, ajustando la curva experimental a una mezcla de líneas Gaussianas y Lorentzianas de proporción variable.

Como se esperaban efectos de carga debidos a muestras poco conductoras, la energía de ligadura del C1s procedente de la contaminación de hidrocarburos saturados a 285.0 eV se empleó como referencia interna para calibrar cada espectro. Los porcentajes atómicos se calcularon a partir de la intensidad del pico de fotoelectrones y los correspondientes factores de sensibilidad atómicos. Fig. 28.

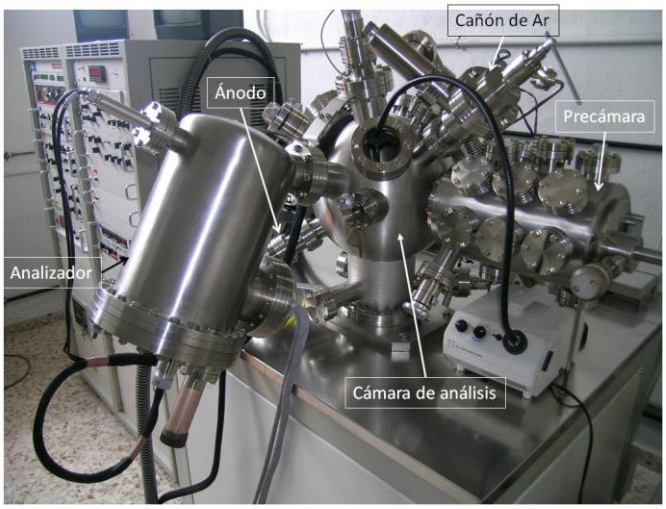


Figura 28. Espectrómetro Fisons MT500. Fotografía obtenida Centro Nacional de Investigaciones Metalúrgicas.

4.9. TRATAMIENTO DE LOS DATOS

Para facilitar el estudio, los datos obtenidos fueron resumidos y archivados en una hoja de cálculo Microsoft® Excel 2021, que contenía las mediciones de mojabilidad, fuerza de adhesión y tipo de fallo de las muestras realizadas. Las imágenes recopiladas del análisis del tipo de fallo fueron archivadas con la identificación de cada espécimen. El análisis estadístico de todas las variables se realizó con el programa informático SPSS 22.0 (SPSS Inc, Chicago EEUU), en el Centro de Proceso de Datos del Servicio Informático de Apoyo a la Investigación de la Universidad Complutense de Madrid.

El nivel de significación se estableció para valores de $P \leq 0.05$.

En el presente estudio se realizó un análisis estadístico descriptivo y otro inferencial de los datos obtenidos.

En el análisis descriptivo de los datos se utilizaron índices de tendencia central, de dispersión, de posición y de forma.

Para la comprobación del ajuste a la normalidad de las variables se empleó el test de Shapiro-Wilk y el análisis de la homogeneidad de las varianzas mediante el test de Levene.

Para la comparación de los tratamientos de superficie en ambos grupos cerámicos de aquellas variables que cumplieron criterios de normalidad se realizó un análisis de la variancia unifactorial (ANOVA), y posteriormente se empleó el test post hoc HSD de Tukey para hacer la comparación dos a dos entre todos los grupos. Cuando no existió

ajuste a la normalidad se realizó el test de Kruskal Wallis, y posteriormente se aplicó el Test de Dunn para las comparaciones múltiples.

Para comprar los tratamientos de superficie entre las dos cerámicas, en los casos que cumplieron la normalidad se empleó el test de la t de Student, mientras que se empleó el test de la U de Mann Whitney cuando no existió ajuste a la normalidad.

RESULTADOS

5. RESULTADOS

Las variables planteadas en el presente estudio fueron las siguientes (Tabla. 7)

VARIABLE	TIPO	DESCRIPCIÓN	CATEGORÍAS
Sistema Cerámico	**Independiente**	**Cualitativa nominal**	Disilicato de Litio Oxido de Circonio
Tratamiento de Superficie	**Independiente**	**Cualitativa nominal**	Control Control + Plasma Plasma
Ángulo de Contacto	**Dependiente**	**Cuantitativa Continua**	
Fuerza de Adhesión	**Dependiente**	**Cuantitativa Continua**	
Tipo de Fallo	**Dependiente**	**Cualitativa Nominal**	Adhesivo Cohesivo Mixto

Tabla 7. Tipo de variables analizadas

5.1. DISILICATO DE LITIO

5.1.1. Ángulo De Contacto

5.1.1.1 Análisis Descriptivo

Los resultados del ángulo de contacto en grados de los tres grupos del disilicato de litio se recogen en la Tabla 8 y Fig. 29.

		LD-C	LD-CP	LD-P
Media		50,07	12,97	19,44
Desviación Estándar		2,70	2,16	2,81
Error Típico		8,56	6,85	8,90
Mínimo		35,23	7,45	9,42
Máximo		68,75	30,94	34,98
Percentiles	25	45,86	9,40	13,12
	50	49,74	10,13	14,86
	75	53,36	14,29	27,22

Tabla 8. Valores Descriptivos en Grados (º) de la medición del Ángulo de Contacto del Disilicato de Litio.

El grupo control obtuvo valores de ángulo de contacto superiores al resto de grupos (50,07 ± 2,7º), mientras que el grupo control más plasma de oxígeno obtuvo los valores más bajo de ángulo de contacto (12,97 ± 2,16º).

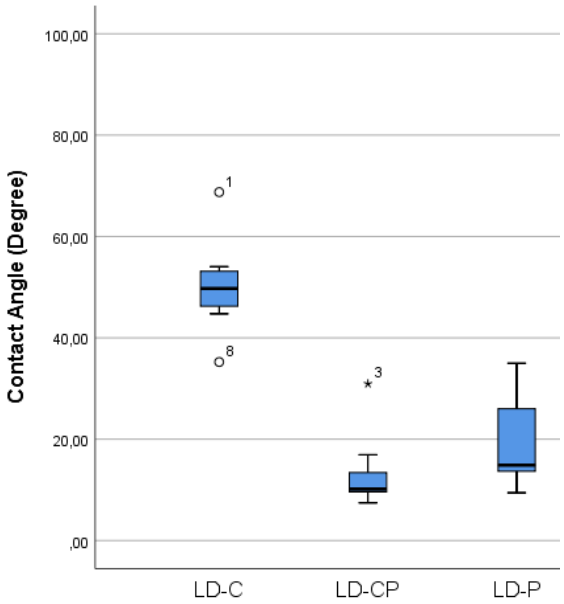


Figura 29. Diagrama de cajas para el ángulo de contacto (º) en el Disilicato de Litio.

5.1.1.2 Análisis Inferencial

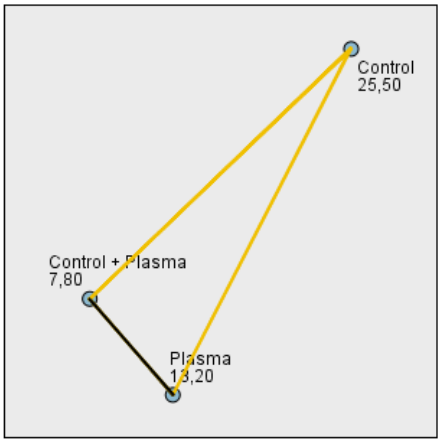
La prueba de Kruskal-Wallis para muestras independientes puso de manifiesto que si existieron diferencias significativas ($p < 0{,}001$) en el ángulo de contacto entre los grupos del disilicato de litio. Tabla 9.

Resumen de prueba de hipótesis

	Hipótesis nula	Prueba	Sig.	Decisión
1	La distribución de Contact Angle (Degree) es la misma entre las categorías de Treatment.	Prueba de Kruskal-Wallis para muestras independientes	,000	Rechazar la hipótesis nula.

Tabla 9. Test de Kruskal Wallis para la comparación del Angulo de Contacto en el Disilicato de Litio

Para conocer entre que grupos existían diferencias, se realizaron las pruebas post hoc mediante el Test de Dunn, en la que por medio de las comparaciones múltiples se pudieron observar diferencias estadísticamente significativas entre los grupos LD- C con LD-CP ($p < 0,001$) y LD-C con LD-P ($p < 0,001$), presentado el grupo LD-C valores de ángulo de contacto significativamente superiores a los grupos en que se empleó el plasma en el tratamiento de superficie. No se observaron diferencias entre ambos grupos con tratamiento de superficie mediante plasma. Tabla 10.



Cada nodo muestra el rango promedio de muestras de Treatment.

Muestra 1-Muestra 2	Estadístico de contraste	Error Error	Desv. Estadístico de contraste	Sig.	Sig. ajust.
Control + Plasma-Plasma	-5,400	3,937	-1,372	,170	,511
Control + Plasma-Control	17,700	3,937	4,496	,000	,000
Plasma-Control	12,300	3,937	3,124	,002	,005

Tabla 10. Test de Dunn de comparaciones Múltiples en el Ángulo de Contacto del Disilicato de Litio

5.1.2. Fuerza De Adhesión

5.1.2.1 Análisis Descriptivo

Los resultados de la fuerza de adhesión en Megapascales (MPa) de los tres grupos del disilicato de litio se recogen en la Tabla 11 y Fig. 30.

		LD-C	**LD-CP**	**LD-P**
Media		15,20	18,67	18,42
Desviación Estándar		1,92	2,33	2,67
Error Típico		6,08	7,38	8,45
Mínimo		4,15	6,54	6,88
Máximo		27,47	28,84	29,82
Percentiles	25	11,87	13,79	11,77
	50	14,73	18,47	14,83
	75	18,16	24,72	27,61

Tabla 11. Valores Descriptivos en Megapascales (Mpa) de la Fuerza de Adhesión del Disilicato de Litio.

El grupo control más plasma oxígeno y el grupo de plasma argón obtuvieron los valores más altos de fuerza de adhesión (18,67 ± 2,33 Mpa) y (18,42 ± 2,67 Mpa) respectivamente, mientras que el grupo control obtuvo los valores de fuerza de adhesión más bajos (15,20 ± 1,92 Mpa).

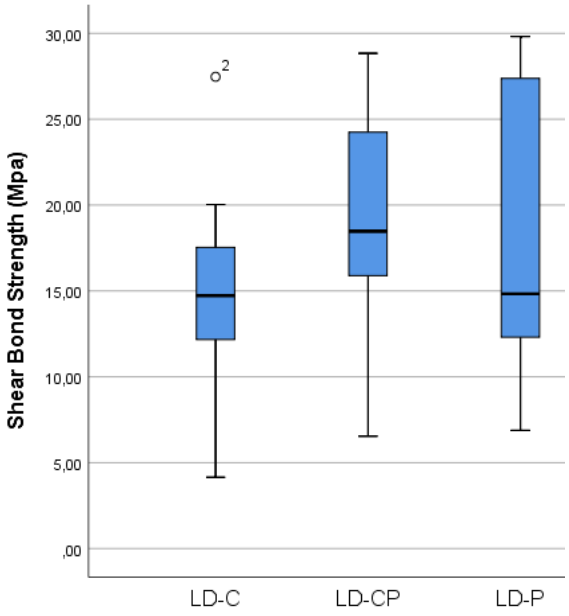


Figura 30. Diagrama de cajas para la Fuerza de Adhesión en el Disilicato de Litio.

5.1.2.2 Análisis Inferencial

El análisis de la varianza unifactorial (ANOVA) puso de manifiesto que no existieron diferencias significativas (p = 0,51) en la fuerza de adhesión entre los grupos del disilicato de litio. Tabla 12

ANOVA

		Suma de cuadrados	gl	Media cuadrática	F	Sig.
Fuerza de Adhesión (Mpa)	Entre grupos	75,040	2	37,520	,690	,510
	Dentro de grupos	1468,337	27	54,383		
	Total	1543,376	29			

Tabla 12. Test de ANOVA para la comparación de la Fuerza de Adhesión en el Disilicato de Litio.

5.2. ÓXIDO DE CIRCONIO

5.2.1 Ángulo de Contacto

5.2.1.1 Análisis Descriptivo

Los resultados del ángulo de contacto en grados de los tres grupos del óxido de circonio se recogen en la Tabla 13 y Fig. 31.

		ZR-C	ZR-CP	ZR-P
Media		55,00	33,17	14,75
Desviación Estándar		5,96	1,98	2,26
Error Típico		18,85	6,26	7,17
Mínimo		22,93	27,47	8,05
Máximo		83,12	45,61	30,07
Percentiles	25	41,36	28,73	8,84
	50	59,00	31,28	12,56
	75	67,81	35,32	20,42

Tabla 13. Valores Descriptivos en Grados (º) de la medición del Ángulo de Contacto del Óxido de Circonio.

El grupo control obtuvo valores de ángulo de contacto superiores al resto de grupos (55,00 ± 5,96º), mientras que el grupo plasma de argón obtuvo los valores más bajo de ángulo de contacto (14,75 ± 2,26º).

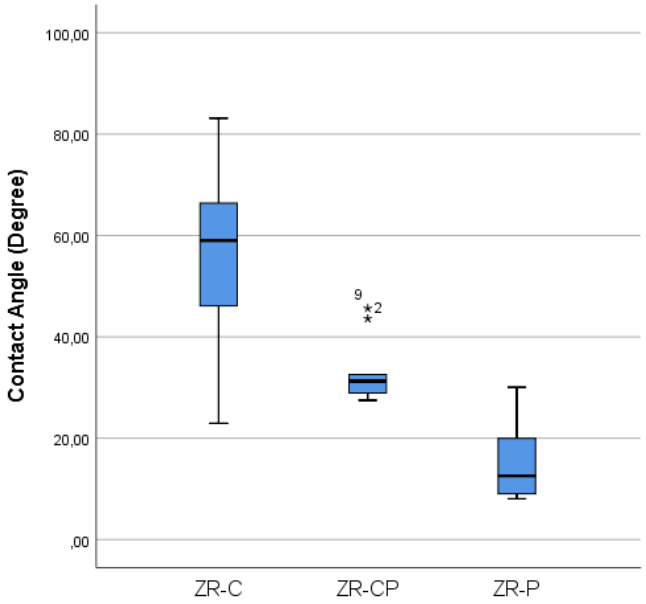


Figura 31 Diagrama de cajas para el ángulo de contacto (º) en el Óxido de Circonio.

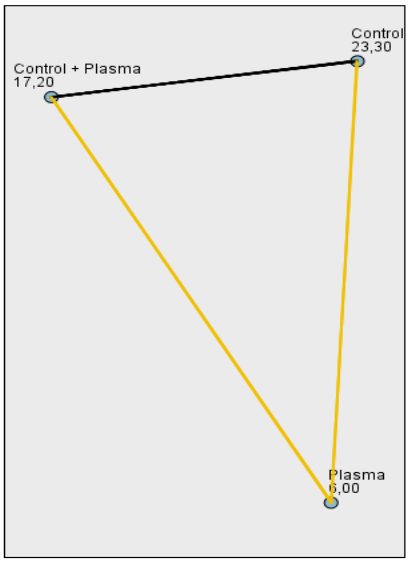
5.2.1.2 Análisis Inferencial

La prueba de Kruskal-Wallis para muestras independientes puso de manifiesto que si existieron diferencias significativas ($p < 0{,}001$) en el ángulo de contacto entre los grupos del óxido de circonio. Tabla 14.

	Hipótesis nula	Prueba	Sig.	Decisión
1	La distribución de Contact Angle (Degree) es la misma entre las categorías de Treatment.	Prueba de Kruskal-Wallis para muestras independientes	,000	Rechazar la hipótesis nula.

Tabla 14. Test de Kruskal Wallis para la comparación del Ángulo de Contacto en el Óxido de Circonio.

Para conocer entre que grupos existían diferencias, el Test de Dunn estableció diferencias estadísticamente significativas entre los grupos ZR-CP con ZR-P (p = 0,013) y ZR-P con ZR-C (p < 0,001), siendo el grupo ZR-P el que presentó los valores significativamente más bajos. No existieron diferencias entre los grupos ZR-C y ZR-CP. Tabla 15.



Cada nodo muestra el rango promedio de muestras de Treatment.

Muestra 1-Muestra 2	Estadístico de contraste	Error Error	Desv. Estadístico de contraste	Sig.	Sig. ajust.
Plasma-Control + Plasma	11,200	3,937	2,845	,004	,013
Plasma-Control	17,300	3,937	4,394	,000	,000
Control + Plasma-Control	6,100	3,937	1,549	,121	,364

Tabla 15. Test de Dunn de comparaciones Múltiples en el Ángulo de Contacto del Óxido de Circonio.

5.2.2. Fuerza de Adhesión

5.2.2.1 Análisis Descriptivo

Los resultados de la fuerza de adhesión en MPa de los tres grupos del óxido de circonio se recogen en la Tabla 16 y Fig. 32.

		ZR-C	ZR-CP	ZR-P
Media		13,37	21,32	15,33
Desviación Estándar		1,88	1,85	2,00
Error Típico		5,97	5,85	6,33
Mínimo		6,46	11,03	6,38
Máximo		21,90	29,05	27,99
Percentiles	25	7,25	16,79	10,79
	50	13,14	22,97	14,34
	75	18,77	26,00	19,46

Tabla 16. Valores Descriptivos en Megapascales (Mpa) de la Fuerza de Adhesión del Óxido de Circonio.

El grupo control más plasma oxígeno obtuvo valores de fuerza de adhesión superiores al resto de grupos (21,32 ± 1,85 Mpa), mientras que el grupo control obtuvo los valores más bajos de fuerza de adhesión (13,37 ± 1,88 Mpa).

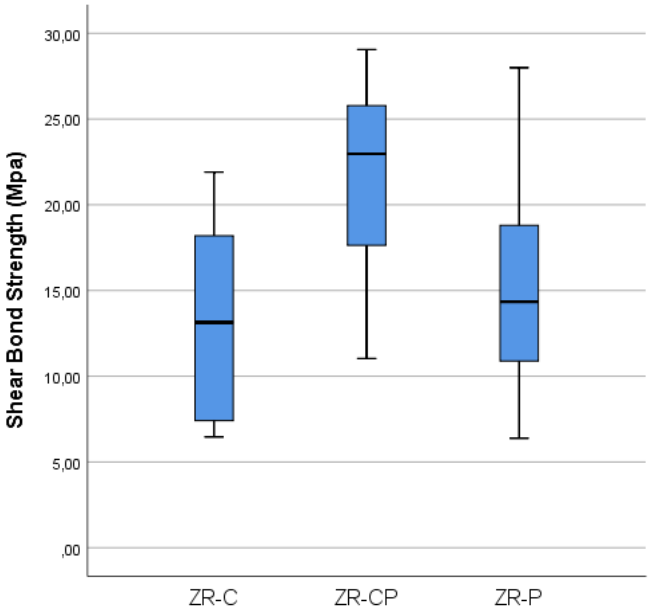


Figura 32. Diagrama de cajas para la Fuerza de Adhesión en el Óxido de Circonio.

5.2.2.2 Análisis Inferencial

El análisis de la varianza unifactorial (ANOVA) puso de manifiesto que si existieron diferencias significativas (p = 0,018) en la fuerza de adhesión entre los grupos del óxido de circonio. Tabla 17.

ANOVA

	Suma de cuadrados	gl	Media cuadrática	F	Sig.
Entre grupos	343,174	2	171,587	4,674	,018
Dentro de grupos	991,109	27	36,708		
Total	1334,283	29			

Tabla 17. Test de ANOVA para la comparación de la Fuerza de Adhesión en el Óxido de Circonio.

El test post hoc HSD de Tukey, puso de manifiesto que las diferencias se establecieron entre los grupos ZR- C y ZR-CP (p = 0,018), obteniendo el grupo ZR-CP los valores más elevados de fuerza de adhesión. Tabla 18.

Comparaciones múltiples

	(I) Treatment	(J) Treatment	Diferencia de medias (I-J)	Desv. Error	Sig.	Intervalo de confianza al 95% Límite inferior	Límite superior
HSD Tukey	Control	Control + Plasma	-7,95100*	2,70953	,018	-14,6691	-1,2329
		Plasma	-1,96000	2,70953	,752	-8,6781	4,7581
	Control + Plasma	Control	7,95100*	2,70953	,018	1,2329	14,6691
		Plasma	5,99100	2,70953	,087	-,7271	12,7091
	Plasma	Control	1,96000	2,70953	,752	-4,7581	8,6781
		Control + Plasma	-5,99100	2,70953	,087	-12,7091	,7271

*. La diferencia de medias es significativa en el nivel 0.05.

Tabla 18. Test HSD Tukey de comparaciones Múltiples en la Fuerza de Adhesión del Óxido de Circonio.

5.3 COMPARACIÓN DE LOS TRATAMIENTOS DE SUPERFICIE EN AMBAS CERAMICAS

5.3.1. Tratamiento De Superficie Control

Para la comparación entre ambas cerámicas en sus grupos de tratamientos de superficie control se realizó el test de la t de Student, obteniendo la ausencia de diferencias estadísticamente significativas en el ángulo de contacto ($p = 0,52$) y en la fuerza de adhesión ($p = 0,436$).

5.3.2. Tratamiento De Superficie con Plasma Oxígeno

Para la comparación entre ambas cerámicas en sus grupos de tratamientos de superficie plasma oxígeno se realizó el test de U de Mann Whitney, obteniéndose diferencias estadísticamente significativas en el ángulo de contacto ($p < 0,001$), obteniendo el menor ángulo de contacto el grupo LD-CP ($12,97 \pm 2,16$ º). Para la fuerza de adhesión, el test de la t de Student puso de manifiesto que no existieron diferencias estadísticamente significativas ($p = 0,702$) entre ambas cerámicas.

5.3.3. Tratamiento de Superficie con Plasma Argón

Para la comparación entre ambas cerámicas en sus grupos de tratamientos de superficie con plasma argón, el test de la t de Student, no mostró diferencias significativas en el ángulo de contacto ($p = 0,225$) y en la fuerza de adhesión ($p = 0,107$).

5.4. ANÁLISIS TIPO DE FRACTURA

Tras la observación de las muestras al estereomicroscopio se identificaron y clasificaron las fracturas en función del origen del fallo:

- Fallo Cohesivo: Producido en el interior de la cerámica o en el interior del cilindro de composite.
- Fallo Adhesivo: Producido en la interfase adhesiva entre la cerámica y el cilindro de composite.
- Fallo Mixto: La fractura se producen tanto en la interfase adhesiva como en el núcleo de ambos materiales.

En las 30 probetas empleadas en para el disilicato de litio se contabilizaron 3 fracturas adhesivas (10%), 11 cohesivas (36,7%) y 15 mixtas (53,3%). En el caso del óxido de circonio de sus 30 probetas se contabilizaron 10 fracturas cohesivas (33,3%), 20 mixtas (66,7%) y ninguna fractura de tipo adhesivo. Fig. 33.

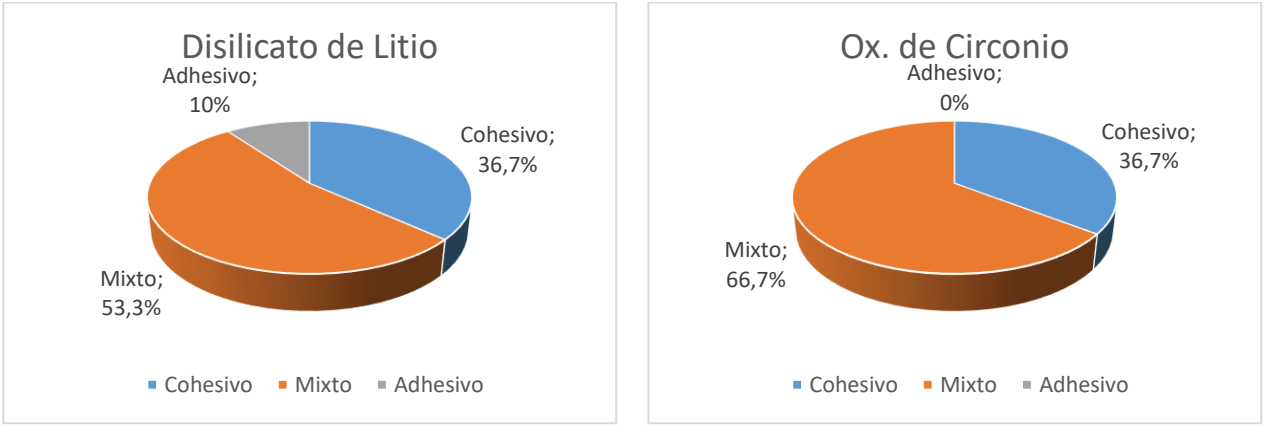


Figura 33. Distribución de frecuencias en porcentaje del tipo de fallo en función de la cerámica.

Cuando se analizaron todos los tipos de fractura teniendo en cuenta los tipos de tratamientos de superficie a expensas del material cerámico, se pudo observar que el fallo más frecuente fue el de tipo mixto. El fallo de tipo adhesivo fue el más infrecuente presentándose en un 10% en cada grupo del disilicato de litio, y no existiendo ninguno en los grupos del óxido de circonio. El grupo ZR-CP solo presentó fallos de tipo mixto. Fig. 34.

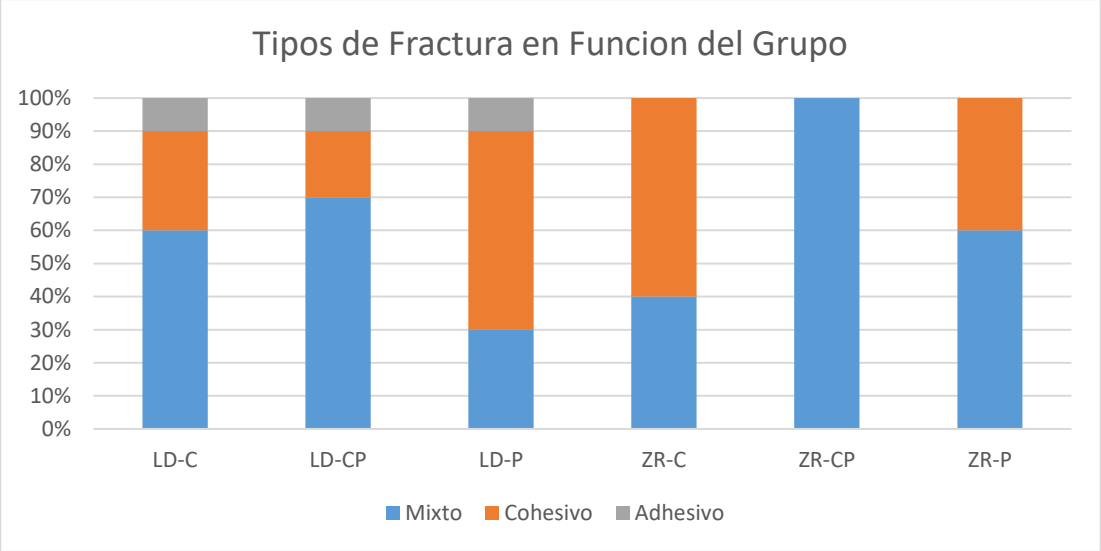
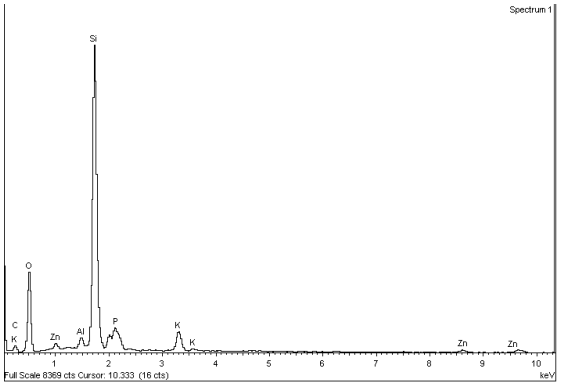


Figura 34. Tipo de Fractura en función del tipo de grupo.

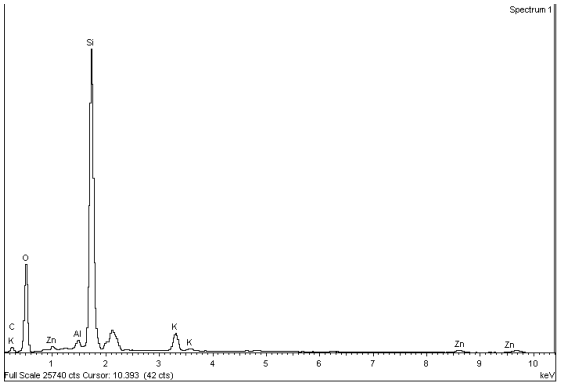
5.5. CARACTERIZACIÓN QUÍMICA

Para el análisis de los cambios producidos por los tratamientos de superficie en la composición de las cerámicas se procedió a realizar un análisis EDS antes y después de ser tratadas.

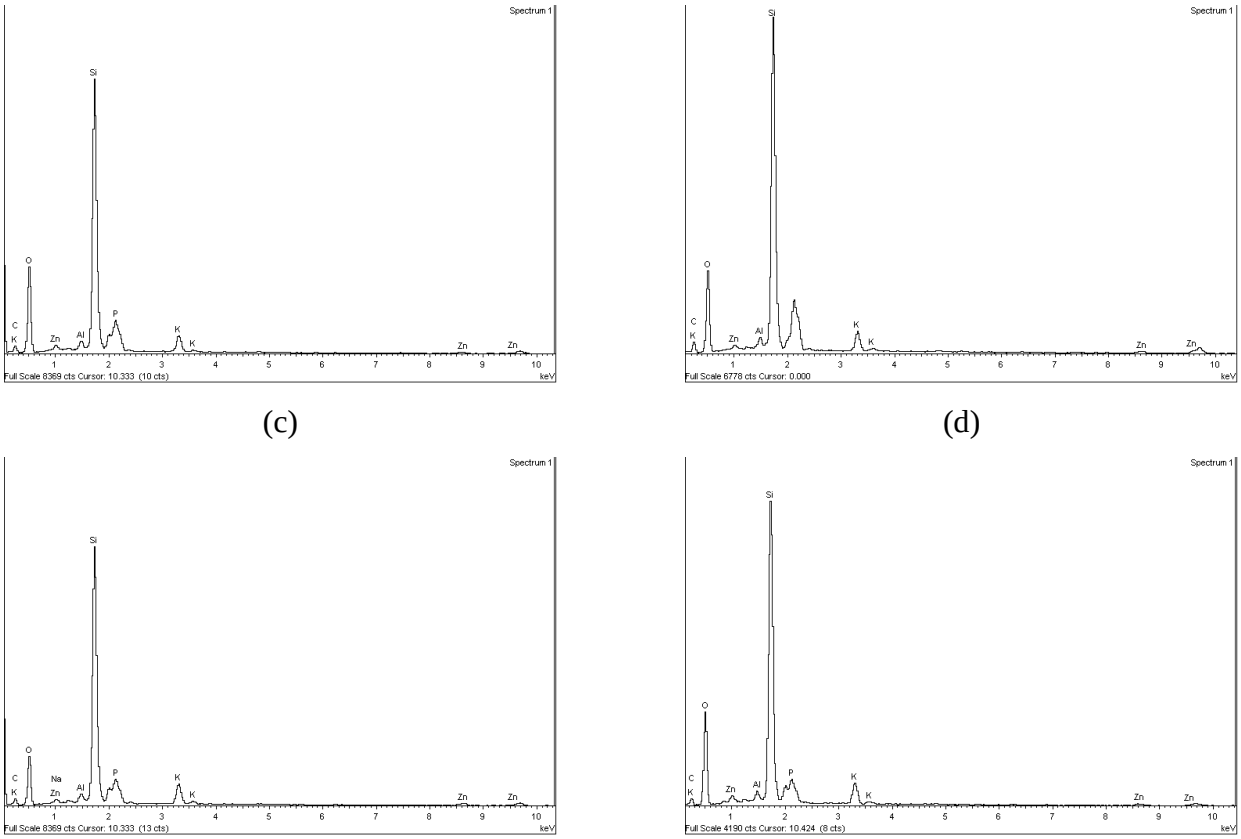
En los espectros elementales en una visión general se puede observar que apenas hay cambios en la composición elemental de las cerámicas. No se encontraron rastros de argón en el grupo tratado con el plasma de mismo gas. Los grupos que fueron grabados con ácido fluorhídrico se aprecia la desaparición del fósforo. En cambio, los grupos que fueron arenados con óxido de aluminio presentan un pico de aluminio tras ser tratados. Por último, se puede observar un aumento del oxígeno de los grupos post tratamiento y más concretamente en los que se aplicaron plasma de argón. Figs. 35 y 36.



(a)



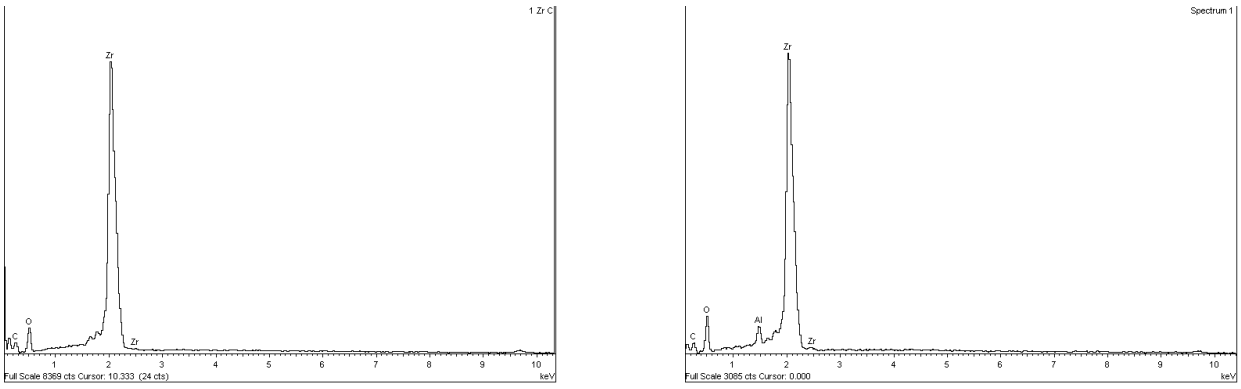
(b)



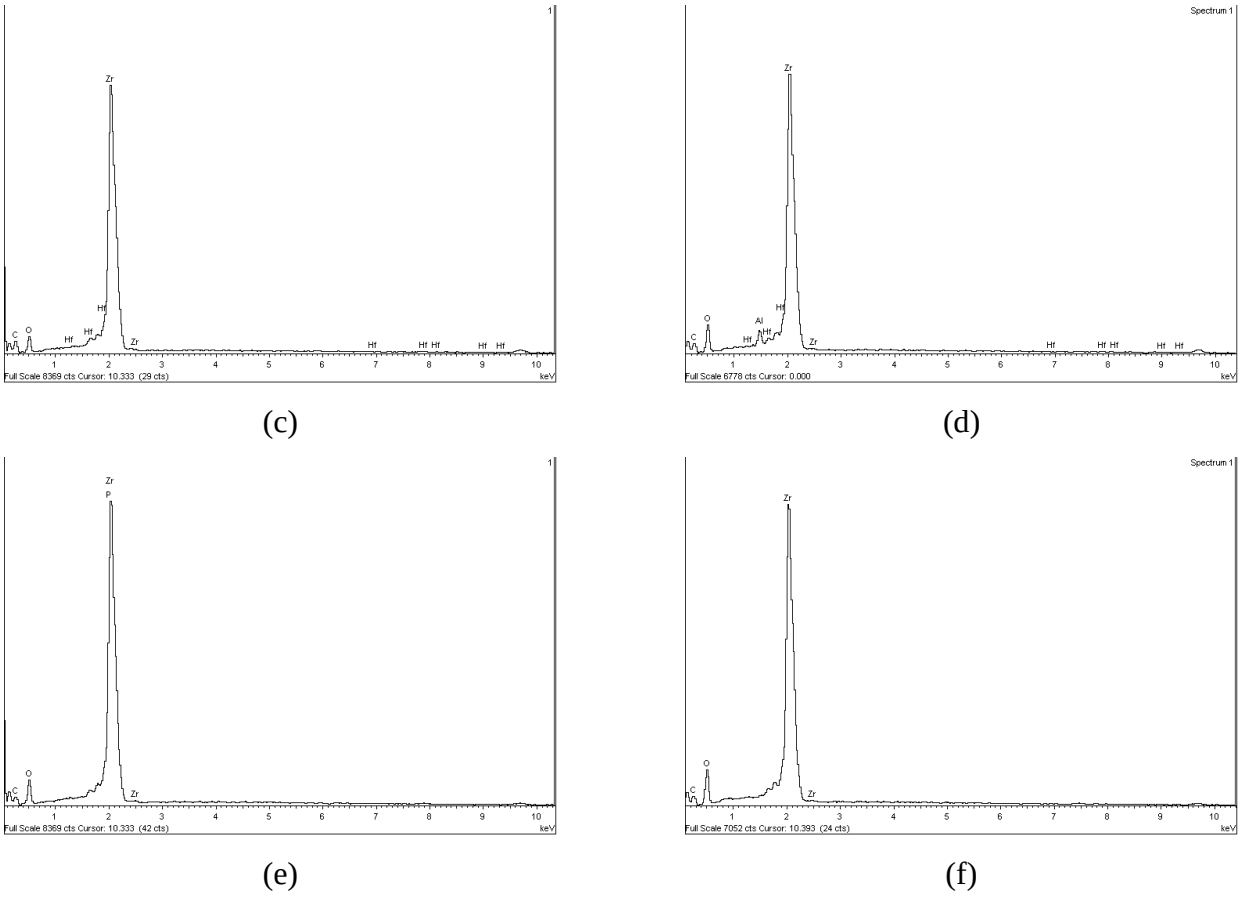
(c) (d)

(e) (f)

Figura 35. Análisis EDS composición elemental del disilicato de litio pretratamiento (Pre) y post tratamiento (Post) de superficie. (a) LD-C Pre (b) LD-C Post (c) LD-CP Pre (d) LD-CP Post (e) LD-P Pre (f) LD-P Post.



(a) (b)



(c) (d)

(e) (f)

Figura 36. Análisis EDS de la composición elemental del Ox. de Circonio pretratamiento (PRE) y post tratamiento (Post) de superficie. (a) ZR-C Pre (b) ZR-C Post (c) ZR-CP Pre (d) ZR-CP Post (e) ZR-P Pre (f) ZR-P Post.

Posteriormente para el estudio más exhaustivo de los cambios producidos a nivel químico en la superficie tratada, se realizó un análisis mediante XPS y se determinaron los porcentajes atómicos totales para carbono y el oxígeno y los porcentajes de área de pico para sus respetivos componentes. Se puede observar como en los tratamientos con plasma existe un aumento del oxígeno y una disminución del carbono en los niveles de la superficie de las muestras. Tablas 19 y 20.

	O	C	O2-	OH	C-C	C-O	C=O
DS-C	42.1	30.3	7.14	92.86	84.3	9.46	6.24
DS-PRE	21.6	65.9	14.87	85.13	83.93	11.9	4.17
DS-CP	58	11.1	4.17	95.83	73.99	16.91	9.11
DS-P	56.1	15.6	2.86	97.14	79.79	12.81	7.4

Tabla 19. Porcentaje atómico de oxígeno y carbono del Disilicato de Litio.

	O	C	O2-	OH	C-C	C-O	C=O
Zr-C	42.9	32.2	27.06	72.94	76.88	13.67	9.45
Zr-PRE	22.3	69.6	44.94	55.06	85.77	11.09	3.14
Zr-CP	56.8	15.2	30.4	69.6	73.38	11.24	15.37
Zr-P	64.9	9.8	40.54	59.46	83.25	11.37	5.38

Tabla 20. Porcentaje atómico de oxígeno y carbono del Ox. de circonio.

5.6. CARACTERIZACIÓN MICROSCÓPICA

A continuación, se muestran las imágenes magnificadas a 500 y 5000 aumentos de las muestras tratadas de ambos materiales cerámicos analizados obtenidas mediante el microscopio electrónico de barrido (MEB). Para la correcta visualización de la interfase adhesiva se realizó un contraste por medio de detector de electrones retro dispersos (BSE).

En la Fig. 37 se puede observar la microestructura de la superficie del disilicato de litio del grupo control. La imagen de la izquierda representa la superficie tratada mediante ácido fluorhídrico, pudiéndose apreciar un patrón irregular de los cristales del relleno provocado por la disolución de la matriz del feldespato. Debido al alto contenido del relleno se distinguen escasas zonas de micro retenciones en las que el cemento hubiese podido penetrar.

Por otro lado, la imagen de la derecha representa un corte transversal de la interfase adhesiva generada entre la cerámica-cemento-composite. Se trata de una interfase plana, sin ningún tipo de micro retenciones ni penetración del cemento en el patrón de grabado cerámico.

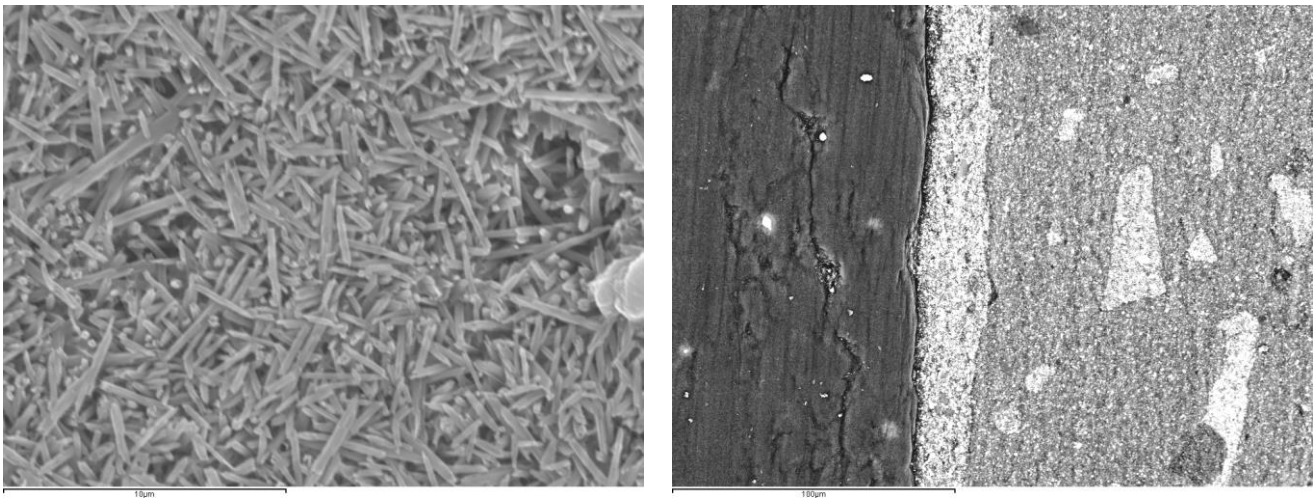


Figura 37. Imágenes capturadas con el MEB de la microestructura de la superficie del Disilicato de Litio en el Grupo control y su interfase adhesiva respectivamente.

La Fig. 38 representa la microestructura de la superficie del disilicato de litio del grupo control más plasma de oxígeno. La imagen de la izquierda representa la superficie tratada mediante ácido fluorhídrico y plasma de oxígeno. Al igual que en el grupo control se apreció la disolución de la matriz feldespática, dejando un patrón irregular de los cristales de relleno, sin zonas micro retentivas visibles.

La imagen de la derecha representa un corte transversal de la interfase adhesiva generada entre la cerámica-cemento-composite. Al igual que ocurrió en el grupo control, se muestra una interfase plana y regular, caracterizada por la no penetración del cemento sobre el patrón de grabado cerámico.

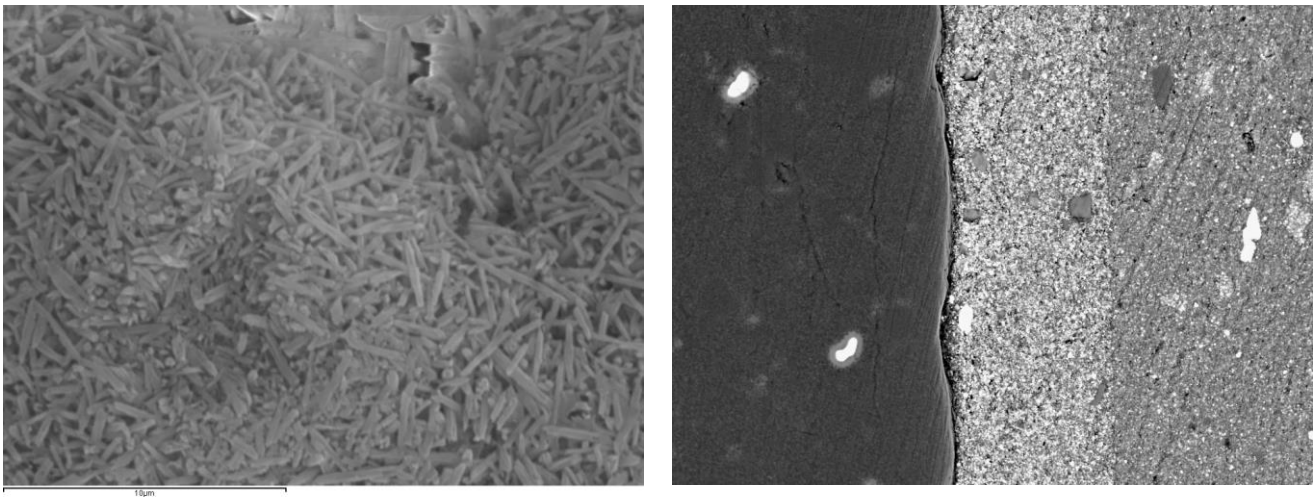


Figura 38. Imágenes capturadas con el MEB de la microestructura de la superficie del Disilicato de Litio en el Grupo Control más Plasma oxígeno y su interfase adhesiva respectivamente.

En la Fig. 39 se observa la microestructura de la superficie del disilicato de litio del grupo plasma argón. La imagen de la izquierda representa la superficie tratada mediante el argón. A diferencia de los anteriores tratamientos, se apreciaba una superficie plana sin ningún tipo de rugosidad, ni exposición de los cristales de relleno.

La imagen de la derecha representa un corte transversal de la interfase adhesiva generada entre la cerámica-cemento-composite. Al igual que ocurrió en el resto de los grupos, la interfase era plana y congruente entre los diferentes materiales.

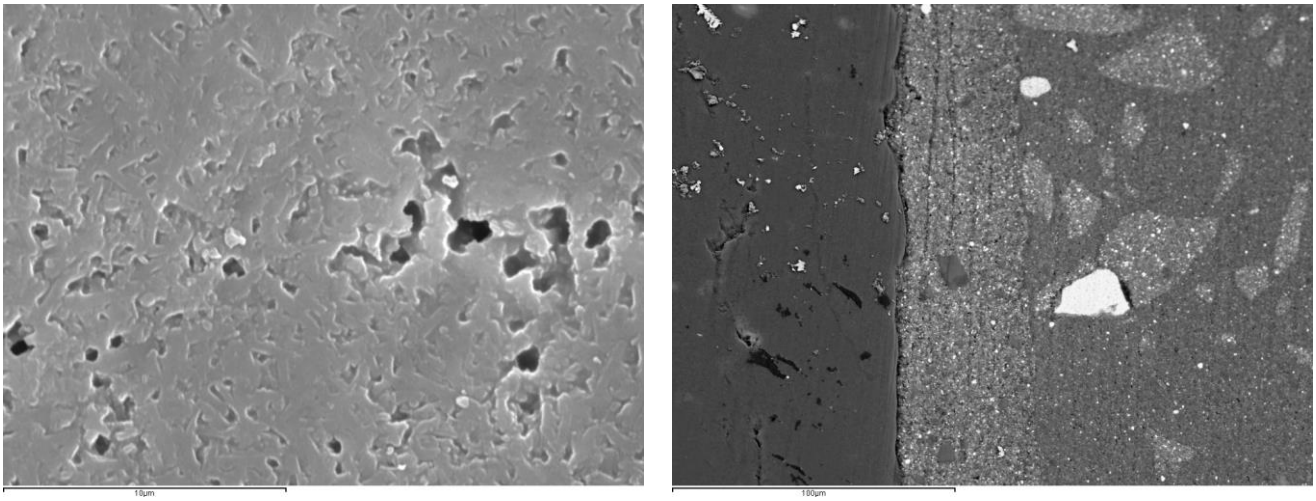


Figura 39. Imágenes capturadas con el MEB de la microestructura de la superficie del Disilicato de Litio en el Grupo Plasma argón y su interfase adhesiva respectivamente.

En la Fig.40 se observa la microestructura de la superficie del óxido de circonio del grupo control. La imagen de la izquierda representa la superficie tratada mediante un arenado con óxido de aluminio, y se puede apreciar una superficie rugosa, de aspecto rayado, no identificándose ningún tipo de zona retentiva sobre la que se puedan formar tags de cemento.

La imagen de la derecha representa un corte transversal de la interfase adhesiva generada entre composite-cemento-cerámica. Se observó una interfase plana, sin ningún tipo de micro retenciones, ni penetración del cemento en el patrón irregular obtenido tras el arenado.

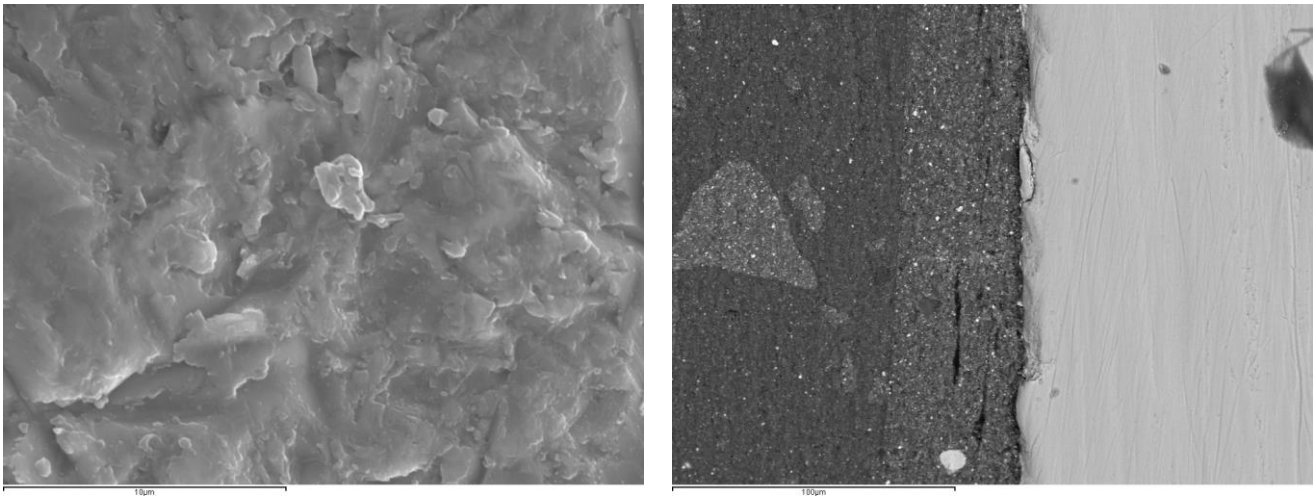


Figura 40. Imágenes capturadas con el MEB de la microestructura de la superficie del Óxido de Circonio Grupo Control y su interfase adhesiva respectivamente.

La Fig. 41 representa la microestructura de la superficie del óxido de circonio del grupo control más plasma oxígeno. La imagen de la izquierda representa la superficie tratada mediante arenado con óxido de aluminio y su posterior procesado con plasma. Al igual que ocurrió en el grupo control, se pudo apreciar una superficie rugosa de surcos marcados característica del proceso de chorreado arenoso. No se identificó ninguna zona susceptiva de micro retención.

La imagen de la derecha representa un corte transversal de la interfase adhesiva generada entre composite-cemento-composite. Se pudo apreciar una interfase plana, sin ningún tipo de relieve o unión micromecánica.

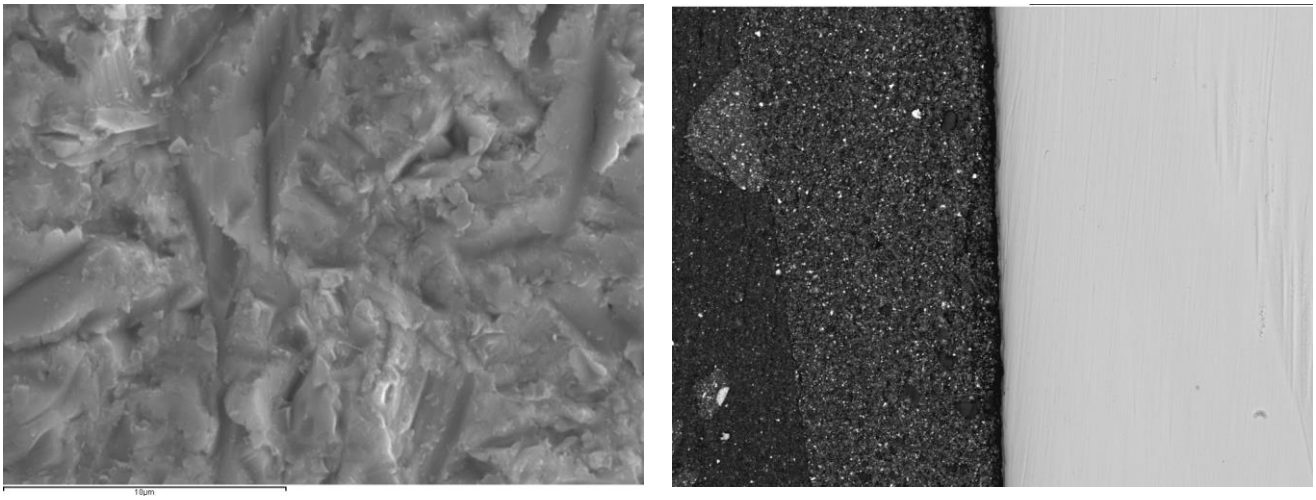


Figura 41. Imágenes capturadas con el MEB de la microestructura de la superficie del Óxido. de Circonio en el Grupo Control más Plasma oxígeno y su interfase adhesiva respectivamente.

La Fig. 42 representa la microestructura de la superficie del óxido de circonio del grupo del plasma argón. La imagen de la izquierda representa la superficie tratada por medio del plasma de argón. Se caracterizaba por ser una superficie plana de aspecto granulado, de escaso relieve.

La imagen de la derecha representa un corte transversal de la interfase adhesiva generada entre composite-cemento-cerámica. El aspecto era similar al resto de grupos, apreciándose una interfase plana carente de zonas retentivas.

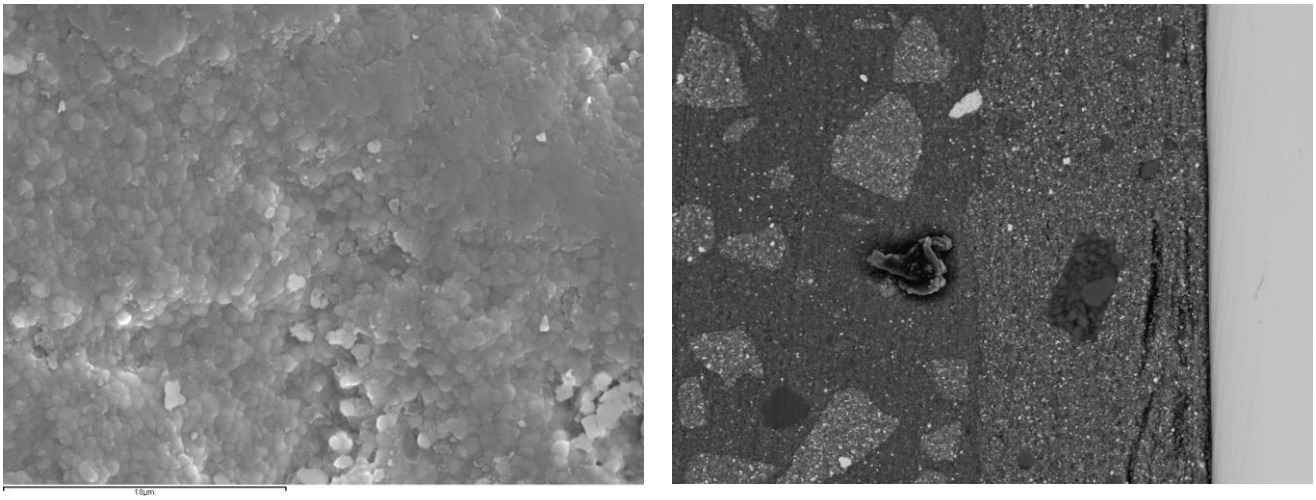


Figura 42. Imágenes capturadas con el MEB de la microestructura de la superficie del Óxido de Circonio en el Grupo Plasma argón y su interfase adhesiva respectivamente.

DISCUSIÓN

6.DISCUSIÓN

La tendencia de la odontología hacia los procedimientos mínimamente invasivos ligado a la gran oferta de materiales de restauración indirectos, promueve la aparición de nuevos protocolos de adhesión específicos para cada uno de los materiales de restauración. Esto requiere que el clínico disponga de una alta variedad de productos con diferentes concentraciones, tamaños y presentaciones para cada uno de los materiales a emplear en las restauraciones indirectas. El éxito y la supervivencia de los tratamientos adhesivos esta intrínsecamente ligado a la correcta realización de cada uno de los pasos, siendo los tratamientos de superficie el primero de ellos y el más crítico.

Los tratamientos de superficie, basados en la generación de una rugosidad para la mejora de las propiedades adhesivas, corren el riesgo de deteriorar la integridad estructural del material debido a una incorrecta manipulación de aquellos. En este sentido, algunos autores abogan por la eliminación de los procesos del grabado cerámico mediante ácido fluorhídrico debido al potencial de formación y propagación de grietas. Además, se producen elementos de desecho derivados del grabado, como sales insolubles sílice-flúor, que pueden interferir en la correcta adhesión. Por otro lado, la sobre exposición del óxido de circonio al arenado mediante óxido de aluminio, ya sea por un exceso de presión o por el tamaño de las partículas empleadas, puede producir un cambio de fase, disminuyendo la resistencia a la flexión de las restauraciones (146–150).

En este sentido, ante la necesidad de estandarizar y automatizar los tratamientos de superficie apareció el plasma no térmico (NTP), ya sea mediante las piezas de mano de presión atmosférica, o las máquinas industriales generadoras de vacío. Esta tecnología permite modificar el comportamiento químico de las superficies cerámicas, convirtiéndolas en químicamente activas. Sus principales aplicaciones son la eliminación superficial de la materia orgánica y la activación mediante la deposición de radicales libres, siendo ambos procesos reversibles ya que no generan ningún tipo de rugosidad sobre el material tratado (130,151–153).

En el presente estudio se seleccionaron dos materiales cerámicos como son el disilicato de litio y el óxido de circonio, ampliamente utilizados en la confección de las restauraciones (154–162). En ambos materiales se evaluó el efecto del tratamiento de superficie mediante plasma de baja presión en la mojabilidad y en la fuerza de adhesión.

6.1 Disilicato de Litio

Los resultados en términos mojabilidad mediante la medición del ángulo de contacto, presentaron diferencias significativas entre los grupos, por lo que la primera hipótesis nula debe ser rechazada.

Los resultados en términos de fuerza de adhesión mediante el test de cizallamiento no presentaron diferencias significativas entre los grupos, por lo que debemos aceptar parcialmente la segunda hipótesis nula.

En la literatura no se han encontrado investigaciones que comparen los tratamientos de plasma con funciones de limpieza y activación con los tratamientos de ácido fluorhídrico en el disilicato de litio. En cambio, se han encontrado estudios que emplean el plasma para la deposición de un monómero (HMDSO). Dicho monómero en su estado natural presenta propiedades hidrófobas, pero tras su activación por medio del plasma de oxígeno o argón forma una capa órgano-sílice que mejora la mojabilidad y aumenta los niveles de sílice (163–165).

Los ángulos de contacto encontrados en los tratamientos con plasma cuando se aplicó oxígeno (12,97 ± 2,16 º) y al aplicar argón (19,44 ± 2, 81º), demuestran una mejora de la energía superficial frente al tratamiento control con ácido fluorhídrico (50 ± 2,70º). El aumento de la energía superficial obtenido en las muestras no estuvo sujeto a la creación de una superficie rugosa como se pudo observar en las imágenes del MEB, puesto que en el grupo del plasma argón la superficie no presenta ningún relieve en comparación con la del grupo control, obteniendo mejor ángulo de contacto. Estos datos están en consonancia con los de Vechiato y cols. que observaron que el grupo tratado mediante plasma tenía una mayor energía superficial que los grupos que se grabaron con ácido fluorhídrico, pero con unos valores de rugosidad media (Ra) similares al grupo sin tratamiento (163).

Asimismo, la mejora producida en la mojabilidad está intrínsecamente relacionada con los niveles de oxígeno y carbono localizado en la superficie del material a adherir. Se sabe que el plasma promueve la formación de radicales de peróxido activos (R-O-O) y la

incorporación de grupos funcionales (C-O, C-OH). Por lo que el aumento de los niveles de oxígeno se traduce en el aumento de la energía superficial, sobre todo en la fracción polar, la cual favorece los mecanismos de adhesión relacionados con los monómeros dentales. La reducción de los niveles de carbono se asocia a la capacidad de limpieza que tiene el plasma al romper los enlaces C-H y C-C, presentes en la materia contaminante de origen orgánico (145,152,166).

En el presente estudio se observó en el análisis mediante XPS, unos niveles de oxígeno mayores y por ende menores en el carbono, localizados en los grupos de plasma en comparación con los grupos pretratamiento y control. Sin embargo, estos valores podrían llegar a ser temporales y sus efectos tener un carácter reversible. Dos Santos y cols. estudiaron el envejecimiento del tratamiento de plasma analizando la energía superficial y los niveles de oxígeno y carbono en superficie de manera inmediata, a los 7, 15 y 30 días. Observaron que el tratamiento con plasma obtuvo un gran aumento de la energía superficial, pero que pasados 7, 15 y 30 días los nieves eran similares a las mediciones sin tratamiento (164).

Por otro lado, a pesar de no haber encontrado diferencias significativas en la fuerza de adhesión, los valores obtenidos por plasma argón (18,42 ± 2,67 Mpa) y plasma oxígeno (18,67 ± 2,33 Mpa) fueron mayores que los obtenidos en el grupo control (15,20 ± 1,90 Mpa). Estos valores, sumados a los índices anteriormente mencionados, demuestran el efecto positivo de los tratamientos mediante plasma sobre el disilicato de litio, puesto que se pueden obtener cifras de fuerza de adhesión semejantes o superiores a las producidas

por los tratamientos tradicionales basados en el uso exclusivo del ácido fluorhídrico, coincidiendo con los resultados del estudio de Bitencourt y cols. (165).

Todo ello hace pensar que los tratamientos con plasma sobre el disilicato de litio pueden cumplir dos funciones: coadyuvante o sustituto de los tratamientos tradicionales. A la vista de los resultados obtenidos en el presente estudio se puede afirmar que ambos tratamientos presentan una efectividad similar, y que serían necesarios más estudios que incluyan otras variables como su comportamiento clínico, o la resistencia a la flexión de la cerámica tras ser tratada.

6.2 Óxido de Circonio

Los resultados en términos mojabilidad mediante la medición del ángulo de contacto, presentaron diferencias significativas entre los grupos, por lo que la primera hipótesis nula debe ser rechazada.

Los resultados en términos de fuerza de adhesión mediante el test de cizallamiento presentaron diferencias significativas entre los grupos, por lo que debemos rechazar parcialmente la segunda hipótesis nula.

Tras la revisión de la literatura se ha podido observar una gran heterogeneidad en la metodología empleada en los diversos estudios mediante plasma no térmico. La principal diferencia encontrada fue la forma de generar el plasma y su aplicación, ya sea por el tipo de maquinaria, siendo el plasma atmosférico aplicado mediante una pieza de mano el formato más frecuente, como por los parámetros de exposición (tiempo, energía,

presión, o gas). Por otro lado, en cuanto al protocolo adhesivo, la mayor parte de los autores emplean cementos de resina autoadhesivos, sin la aplicación previa de un imprimador cerámico. Sin embargo, aquellos estudios que decidieron imprimar la superficie del óxido de circonio, emplearon primers específicos a base de MDP (167,168).

Cuando se analizó el comportamiento de la mojabilidad tras los tratamientos de plasma, se observó como el grupo control presentó los valores más altos (55 ± 5, 96º) frente a los tratamientos con plasma oxígeno (33,17 ± 1, 98º) y plasma argón (14,75 ± 2, 26º). Estos resultados son similares a los obtenidos por otros estudios como el de Lopes y cols. en el que a través de plasma atmosférico generado por una pieza de mano, aplicándolo durante 1 min y sin emplear ningún gas especifico, obtuvieron unos valores de 68,5 ± 1,5º en el grupo control y de 31,6 ± 0,4º (169). A su vez, Henningsen y cols. mediante una plasma de baja presión empleando diversos gases obtuvieron 51,3 ± 4,7º en el grupo control, resultados similares a los del presente estudio, pero obtuvieron valores inferiores para el tratamiento con plasma oxígeno (4,2 ± 1º) y plasma argón (2,9 ± 1, 2º) (170).

En este sentido, al igual que ocurría con el disilicato de lito tras el análisis químico de la superficie, los valores más bajos de ángulo de contacto pertenecientes al grupo de plasma argón coinciden con los valores más altos de porcentaje atómico de oxígeno y los valores más bajos de carbono. El ángulo de contacto más alto del grupo control coincide con los valores más bajos de oxígeno y los más altos de carbono. Asimismo, tras las observaciones de las imágenes mediante el MEB se pudo apreciar como en el grupo

control la superficie tiene un ligero relieve, mientras que la topografía tras aplicar plasma argón es más plana.

Park y cols. estudiaron el efecto del plasma atmosférico de argón al 99,9% durante 30 min, donde ninguna de las muestras fue arenada, simplemente se pulieron y limpiaron mediante ultrasonidos. Tras el análisis de la rugosidad mediante el AFM se determinó que no existían diferencias significativas entre las superficies tratadas mediante plasma y el grupo control. La proporción de carbono/oxígeno (C/O) del grupo control fue de 1,60, mientras que la del grupo con plasma fue de 0,31. Esta reducción de la proporción C/O se tradujo en una reducción del ángulo de contacto por debajo de los 10º (171). Aunque los resultados eran similares que los obtenidos en el presente estudio, los valores obtenidos diferían ligeramente, pudiendo deberse a las diferencias encontradas en la metodología empleada. Por su parte, Liu y cols. obtuvieron unos resultados similares concluyendo que los tratamientos mediante plasma no térmico mejoran la mojabilidad y limpian las superficies de impurezas, todo ello sin causar cambios morfológicos sobre la circona (172).

Lumkemann y cols. analizaron la energía superficial tras la aplicación de 10 segundos de plasma oxígeno mediante una pieza de mano en muestras con y sin arenado, demostrando que los tratamientos de plasma con tiempos cortos para funciones de limpieza pueden mejorar la energía superficial en cualquiera de las situaciones sin aumentar la rugosidad (173).

Con el objetivo de determinar la duración del efecto del tratamiento del plasma sobre la mojabilidad, Wu y cols. prepararon dos grupos de muestras, unas arenadas y otras sin arenar a las que se les aplicó durante 12 segundos y 5 minutos plasma oxígeno. En primer lugar, observaron que los tratamientos con plasma no aumentaban la rugosidad ni inducían el cambio de pase de la circona. Posteriormente midieron el ángulo de contacto en las muestras pasado 1 hora, 7 días y 60 días. Los mejores resultados fueron los obtenidos tras la aplicación durante 5 min de plasma pasada 1 hora (inferior a 10º). Pasados 7 días, el ángulo era 3 veces mayor, y a los 60 días el ángulo era el mismo que el del grupo control. Este fenómeno lo denominaron "recuperación hidrofóbica", en la que debido a la reorientación de la estructura cristalina o a la absorción de hidrocarburos, los tratamientos con plasma se vuelven reversibles (174).

Una vez realizado el test de fuerza de adhesión se observó que la mayor fuerza de adhesión fue la obtenida por el grupo control más plasma oxígeno (21,32 ± 1, 85 Mpa), seguido del plasma argón (15,33 ± 2 Mpa), y por último el grupo control (13,37 ± 1,88 Mpa), encontrándose diferencias significativas entre el grupo control y el grupo control más plasma oxígeno. Estos resultados coinciden los del estudio de Egoshi y cols., los cuales aplicaron plasma no térmico de baja presión sin ningún gas en especial durante 1 min, sin la aplicación de un imprimador cerámico, obteniendo los mejores resultados el grupo del arenado más el plasma, seguido del grupo solo de arenado (168).

Por otro lado, Valverde y cols. compararon los beneficios del plasma atmosférico de argón mediante una pieza de mano durante 10 segundos sobre cuatro grupos: sin

tratamiento, arenado, MDP y arenado más MDP. A diferencia de otras piezas de mano el Kinpen 09 (INO Greifswald, Alemania) genera una llama de plasma de 1,5 mm de diámetro por 5 mm de largo, la cual permite aplicar una gran concentración de plasma puro sobre la superficie a tratar (175). Tras los resultados observaron que todos los grupos tratados con plasma habían aumentado su energía superficial, llegando a duplicar la fracción polar. Esto se tradujo en que todos los grupos de plasma obtuvieron mayor fuerza de adhesión, siendo el mejor grupo al que se le arenó, se aplicó plasma y posteriormente MDP (145). En este sentido, Park y cols. demostraron que la aplicación de plasma atmosférico de argón durante 30 segundos con el mismo tipo de pieza de mano, mejoraba la fuerza de adhesión en todas las circunstancias (176).

Por el contrario, las investigaciones en las que se realizaron tratamientos de plasma atmosférico con piezas de mano que no producían una llama de plasma, con una distancia de aplicación de 10 mm de la superficie cerámica, obtuvieron peores resultados de fuerza de adhesión. En el caso de Ahn y cols. emplearon plasma atmosférico de argón durante 1 min, y no encontraron diferencias significativas en la energía superficial siendo los mejores resultados de fuerza de adhesión los conseguidos por el grupo de arenado más MDP pre y post termociclado (177). Sin embargo, Kim y cols. con un tratamiento de plasma semejante, si obtuvieron mejoras en la energía superficial, lo que se tradujo en que los mejores valores de fuerza de adhesión previos al termociclado fueron los obtenidos por el grupo arenado más plasma, pero tras el termociclado los mejores valores fueron los del grupo arenado (167).

Otro de los factores que puede determinar el éxito de los tratamientos con plasma es la elección del gas, no todos los gases reaccionan de la misma forma con todos los materiales. Por este motivo, Tabari y cols. estudiaron el comportamiento de plasma atmosférico durante 20 segundos con diversos gases: aire, oxígeno 100%, argón 100%, oxígeno 90% + argón 10%, y oxígeno 80% + argón al 20%. La medición del ángulo de contacto mostró una reducción de la gota en todos los grupos de plasma, consiguiendo los mejores ángulos de contacto en el grupo oxígeno 80% + argón al 20%, seguidos del grupo con aire. Estos datos coincidieron con el test de fuerza de adhesión, siendo estos mismos grupos los que obtuvieron los valores más altos, y encontrando diferencias con respecto al resto de grupos (178). No obstante, Ito y cols. probaron de forma asilada el efecto del plasma atmosférico de helio, aplicado mediante una pieza de mano durante 30 segundos a 10 mm de la superficie a tratar. La fuerza de adhesión obtenida por el grupo del plasma era similar a la del grupo arenado con óxido de aluminio (179).

El efecto o la eficacia de los tratamientos de plasma no solo depende de la máquina y el gas empleado, sino también del tiempo de exposición. Sin embargo, el tiempo de exposición es uno de los parámetros más variables y arbitrarios que podemos encontrar en la literatura. Dependiendo del tiempo de exposición es posible pasar desde un proceso de limpieza, a la activación, e incluso al grabado.

En este sentido, Elias y cols. evaluaron el efecto de aplicar el plasma atmosférico de argón mediante una pieza de mano durante 20, 60 y 120 segundos sobre dos tipos de superficie: una pulida y otra arenada. Tras la medición de la energía superficial

determinaron que los tratamientos de plasma aumentaban la misma, en ambas superficies con indiferencia del tiempo de exposición. Pero tras el ensayo de fuerza de adhesión, observaron que los valores más altos fueron los obtenidos por la superficie arenada con un tratamiento de 120 segundos (180). De la misma forma, Negreiros y cols. compararon la aplicación de plasma atmosférico de argón con unos tiempos de aplicación de 10 y 30 segundos, concluyendo que ambas exposiciones mejoraban la fuerza de adhesión, siendo el mejor escenario cuando se combinaba con la aplicación de un primer a base de MDP (181). Paralelamente, Canullo y cols. compararon la aplicación de plasma de baja presión con argón durante 375 y 750 segundos, encontrando diferencias en la fuerza de adhesión entre ambos, siendo el grupo de los 375 segundos el que mejores resultados obtuvo (182).

Con el objetivo de determinar a partir de cuánto tiempo se puede esperar para obtener las mejores propiedades con los tratamientos de plasma, Barquete y cols. estudiaron la energía superficial y la fuerza de adhesión tras esperar 0, 8, 12 y 24 horas posterior a la aplicación de 60 segundos de plasma atmosférico de argón. Con respecto a la energía superficial no encontraron diferencias entre los diferentes tiempos de espera. Sin embargo, en cuanto a la fuerza de adhesión los mejores resultados se obtuvieron tras esperar 8 horas en el grupo arenado (183).

Uno de los principales hándicaps durante la fase de cementado de las restauraciones indirectas, es la contaminación previa producida por la saliva, la sangre y otros agentes externos durante la fase de comprobación del ajuste. Dichos contaminantes tienen un efecto pernicioso sobre la mojabilidad, disminuyendo en muchas ocasiones la

energía superficial (184,185). De esta manera, la aplicación del plasma no termina con los fines de limpieza, sino que tiene funciones de descontaminación, desactivación de patógenos orales, reducción de la adhesión bacteriana y la de la formación del biofilm (186,187).

Con el fin de contrastar diversos métodos de descontaminación Noronha y cols. compararon la utilización del plasma atmosférico frente a la aplicación de etanol 70% e Ivoclean (Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein). En ninguno de los métodos se observó crecimiento bacteriano, el menor ángulo de contacto y la mayor fuerza de adhesión se obtuvieron por el grupo tratado mediante plasma atmosférico, en cambio el Ivoclean demostró tener el mayor ángulo de contacto, pero fue el segundo grupo con mayor fuerza de adhesión (188). Sin embargo, Martínez-Rus y cols. consiguieron mayor fuerza de adhesión con Ivoclean que con el tratamiento de plasma de baja presión (189).

Tras los resultados obtenidos en el estudio y su comparación con la literatura, se podría asumir que al igual que ocurría en el disilicato de litio, los tratamientos mediante plasma sobre el óxido de circonio pueden cumplir dos funciones: coadyuvante o sustituto de los tratamientos tradicionales. El tratamiento de arenado con óxido de aluminio más plasma de oxígeno fue el tratamiento más efectivo. Por otro lado, son necesarios más estudios que incluyan otras variables como su comportamiento clínico o la resistencia a la flexión de la cerámica tras ser tratada.

6.3 Comparación de los Tratamientos de Superficie entre las Cerámicas.

Cuando se compararon los tratamientos de superficie entre ambos tipos de cerámica, los resultados pusieron de manifiesto diferencias en el ángulo de contacto solo para el tratamiento mediante plasma oxígeno entre los materiales, no existiendo diferencias en la fuerza de adhesión, por lo que la tercera hipótesis nula debe ser parcialmente aceptada.

En la literatura no se han encontrado investigaciones que comparen los tratamientos de plasma no térmico en óxido de circonio y disilicato de litio, por lo que no es posible comparar los resultados del presente estudio.

Cuando se analizó el impacto del tratamiento con plasma oxígeno como coadyuvante de los tratamientos tradicionales, se observó que el mejor ángulo de contacto se obtuvo en el disilicato de litio obteniendo diferencias significativas respecto al grupo de óxido de circonio. En cambio, la mayor fuerza de adhesión fue la obtenida por el óxido de circonio, aunque no se hallaron diferencias entre ambos materiales. Los niveles de oxígeno y carbono son muy similares en ambos. Cuando se compararon las imágenes al MEB de las interfases adhesivas, se observaron ciertas similitudes entre los dos materiales pues en ambos casos no se apreció ninguna retención micromecánica, ni penetración del cemento de resina dentro de los materiales cerámicos.

En el caso del tratamiento con plasma de argón como activador único de las superficies cerámicas, los valores de ángulo de contacto y de fuerza de adhesión son muy similares y no se obtuvieron diferencias entre ambos materiales. En ambos casos los valores de fuerza de adhesión fueron similares o superiores a los grupos control, llegando a obtener los mismos valores de adhesión el grupo ZR-P y el DS-C. En cambio, los valores de oxígeno fueron superiores y los de carbono menores en el grupo de la circona.

La morfología de las imágenes de las interfases adhesivas obtenidas por medio del MEB fueron muy semejantes y parecidas a los otros grupos, presentando interfase cemento-cerámica con una topografía plana, carente de ningún tipo de rugosidad o micro retención.

En términos generales los tratamientos de plasma se comportan de forma más homogénea y predecible en el disilicato de litio, con independencia del tipo de gas que se utilice. Se pudo observar cómo mejoraba de la mojabilidad y aumentaba la proporción oxígeno/carbono con respecto al grupo control, lo que se traducía en una mejora de la fuerza de adhesión.

Por otro lado, en relación con la fuerza de adhesión los mejores resultados fueron los obtenidos por el arenado con óxido de aluminio más plasma de oxígeno en el óxido de circonio. Sin embargo, el resto de los indicadores como el ángulo de contacto y la

proporción oxígeno/carbono fueron los peores en comparación con el resto de los grupos. Estos datos sugieren que la mejora de la energía superficial obtenida por el tratamiento con plasma de oxígeno es la suficiente para un imprimador como el Monobond Plus, y que el arenado con óxido de aluminio sobre el óxido de circonio mejora la interacción química con los imprimadores/cementos, aumentado la fuerza de adhesión.

Otro de los posibles motivos contemplados como hipótesis para explicar la mayor fuerza de adhesión del óxido de circonio frente al disilicato de litio, es la diferencia en la cantidad de superficie útil sobre la que generar adhesión química. Cuando se compararon las imágenes del MEB, se pudo observar como la cantidad de cristales de sílice en el disilicato de litio es menor que la cantidad de óxido de circonio en la cerámica circoniosa, por lo tanto, el MDP tiene una mayor cantidad de superficie útil sobre la que adherirse que el silano. Por lo que en el grupo control más plasma del grupo del óxido de circonio el arenado aumentó la superficie útil, y el plasma mejoró las propiedades adhesivas de la cerámica, resultando en la mayor fuerza de adhesión.

6.4 Análisis del Tipo de Fractura

Para la clasificación del tipo de fractura de las muestras, producida durante el ensayo de cizalla, se utilizó la clasificación empleada por Valverde y cols. en la que se clasificaba la fractura en tres tipos función del origen: Adhesivo cuando el fallo se producía entre el composite y el cemento, o entre la cerámica y el cemento; Cohesivo cuando se producía la fractura del composite, cerámica o cemento; y Mixto cuando el fallo adhesivo y cohesivo se producían de manera simultánea (145).

Se decidió utilizar dicha clasificación debido a las semejanzas en los tratamientos de superficie, y a la presencia de 3 elementos en la interfase adhesiva (cerámica-cemento-composite), puesto que en otros estudios el ensayo solo se realizaba entre la cerámica y un cilindro de cemento (167,177).

El tipo de fractura más frecuente fue de tipo mixto en ambas cerámicas (53,3% en el disilicato de litio y 66,7% en el óxido de circonio). Por otro lado, la fractura menos frecuente fue la de tipo adhesivo (10% en el disilicato de litio y 0 % en el óxido de circonio).

Los resultados del presente estudio, para el disilicato de litio, no coinciden con los obtenidos por Bitencourt y cols., quienes demostraron en su estudio que el tipo de fractura más frecuente fue la de tipo adhesivo, con una frecuencia del 100%. Las diferencias

pueden ser debidas al tipo de tratamiento de superficie empleado por los autores, que se basan en la función de deposición, la cual puede no ser estable a largo plazo (165).

Por otro lado, los resultados obtenidos para el óxido de circonio coinciden con los de otros estudios, que también encuentran la fractura de tipo mixto como la más frecuente. Así, Ahn y cols. obtienen un 90% de los casos (177), Valverde y cols. un 70 - 100% de los casos (145), y Kim y cols. un 75-100% de los casos (167). Sin embargo, para la mayor parte de los autores el segundo fallo más frecuente es el de tipo adhesivo (145, 173, 176-178). Incluso en un estudio previo, Egoshi y cols. no reportaron ningún tipo de fractura de tipo cohesivo (168). Estas discrepancias se pueden deber a diferencias metodológicas como la presencia de interfases adhesivas de dos materiales (cerámica-cemento), y el tipo de cizalla. La mayor parte de los estudios emplean cinceles rectos para la realización del test, pero en el presente estudio se ha utilizado un cincel semicircular tal y como se indica en la norma ISO 29022:3013 (144), el cual puede ejercer fuerzas de palanca sobre las muestras, aumentado así la fractura de tipo cohesivas de los cilindros de composite.

El presente estudio presenta algunas limitaciones. Es un estudio in vitro y puede no reflejar todas las condiciones clínicas, pero si puede ayudar a entender los mecanismos de adhesión de los materiales bajo condiciones estandarizadas. Por otro lado, el empleo del cincel semicircular empleado para en ensayo de cizalla siguiendo la norma ISO para este tipo de experimentos puede haber influenciado los resultados.

Son necesarias más investigaciones que demuestren la eficacia de los tratamientos de plasma no térmico de baja presión sobre los materiales de restauración indirectos en la

cavidad oral, evaluando y comparando la aplicación de diferentes tipos de gas, el tiempo de exposición y su duración o la influencia de este tipo de tratamientos en la resistencia a la flexión de los materiales. Por otro lado, son necesarias investigaciones clínicas que validen los resultados.

CONCLUSIONES

7.CONCLUSIONES

Teniendo en cuenta las limitaciones del presente estudio in vitro, las conclusiones fueron las siguientes:

1. Los ángulos de contacto obtenidos en los tratamientos mediante plasma no térmico de baja presión son menores que los obtenidos por los tratamientos tradicionales para ambas cerámicas.
2. La fuerza de adhesión obtenida en los tratamientos mediante plasma no térmico de baja presión fue superior en ambas cerámicas respecto al control. Sin embargo, solo se demostraron diferencias en el óxido de circonio para el tratamiento mediante plasma oxígeno
3. Los tratamientos de plasma no térmico de baja presión con oxígeno produjeron menor ángulo de contacto en el disilicato de litio, pero no se encontraron diferencias en la fuerza de adhesión entre ambos materiales.
4. En los tratamientos de plasma no térmico de baja presión con argón no se observaron diferencias en el ángulo de contacto, ni en la fuerza de adhesión entre ambas cerámicas.
5. El patrón de fractura más frecuente fue el mixto en ambas cerámicas.
6. La caracterización química puso de manifiesto un incremento del oxígeno y una disminución del carbono en las superficies de ambas cerámicas tras el tratamiento con plasma oxígeno y con plasma argón.

BIBLIOGRAFÍA

8.BIBLIOGRAFÍA.

1. Srisilapanan P, Jindarat M, Roseman J. The Prevalence and Severity of Tooth Wear in Type 2 Diabetic Patients. Int J Dent. 2018;2018:3608158.

2. Sun K, Wang W, Wang X, Shi X, Si Y, Zheng S. Tooth wear: a cross-sectional investigation of the prevalence and risk factors in Beijing, China. BDJ Open. 2017;3(1):1-7.

3. Lee A, He LH, Lyons K, Swain MV. Tooth wear and wear investigations in dentistry. J Oral Rehabil. 2012;39(3):217-25.

4. Muts EJ, van Pelt H, Edelhoff D, Krejci I, Cune M. Tooth wear: A systematic review of treatment options. J Prosthet Dent. 2014;112(4):752-9.

5. Coachman C, Gurel G, Calamita M, Morimoto S, Paolucci B, Sesma N. The influence of tooth color on preparation design for laminate veneers from a minimally invasive perspective: case report. Int J Periodontics Restorative Dent. 2014;34(4):453-9.

6. Edelhoff D, Stimmelmayr M, Schweiger J, Ahlers MO, Güth JF. Advances in materials and concepts in fixed prosthodontics: a selection of possible treatment modalities. Br Dent J. 2019;226(10):739-48.

7. American Dental Association. CDT: Code on dental procedures and nomenclature. https://www.ada.org/publications/cdt/glossary-of-dental-clinical-terms

8. Shen C, Rawls HR, Esquivel-Upshaw JF. Phillips' Science of Dental Materials. 13th edition. Philadelphia, United States: Elsevier; 2021.

9. Gracis S, Thompson VP, Ferencz JL, Silva NRFA, Bonfante EA. A new classification system for all-ceramic and ceramic-like restorative materials. Int J Prosthodont. 2015;28(3):227-35.

10. Martínez Rus F, Pradíes Ramiro G, Suárez García MJ, Rivera Gómez B. Cerámicas dentales: clasificación y criterios de selección. RCOE. 2007;12(4):253-63.

11. Rosenblum MA, Schulman A. A review of all-ceramic restorations. J Am Dent Assoc. 1997;128(3):297-307.

12. Kelly JR, Benetti P. Ceramic materials in dentistry: historical evolution and current practice. Aust Dent J. 2011;56(1):84-96.

13. Talibi M, Kaur K, Patanwala HS, Parmar H. Do you know your ceramics? Part 1: classification. Br Dent J. 2022;232(1):27-32.

14. Mackert JR, Evans AL. Effect of cooling rate on leucite volume fraction in dental porcelains. J Dent Res. 1991;70(2):137-9.

15. Santos MJMC, Costa MD, Rubo JH, Pegoraro LF, Santos GC. Current all-ceramic systems in dentistry: a review. Compend Contin Educ Dent. 2015;36(1):31-7.

16. McLean JW. Evolution of dental ceramics in the twentieth century. J Prosthet Dent. 2001;85(1):61-6.

17. Giordano R, McLaren EA. Ceramics overview: classification by microstructure and processing methods. Compend Contin Educ Dent. 2010;31(9):682-94.

18. Guess PC, Schultheis S, Bonfante EA, Coelho PG, Ferencz JL, Silva NRFA. All-ceramic systems: laboratory and clinical performance. Dent Clin North Am. 2011;55(2):333-52.

19. Morimoto S, Rebello de Sampaio FBW, Braga MM, Sesma N, Özcan M. Survival Rate of Resin and Ceramic Inlays, Onlays, and Overlays: A Systematic Review and Meta-analysis. J Dent Res. 2016;95(9):985-94.

20. Aldegheishem A, Ioannidis G, Att W, Petridis H. Success and Survival of Various Types of All-Ceramic Single Crowns: A Critical Review and Analysis of Studies with a Mean Follow-Up of 5 Years or Longer. Int J Prosthodont. 2017;30(2):168-81.

21. 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 Mater Off Publ Acad Dent Mater. 2015;31(6):603-23.

22. Albakry M, Guazzato M, Swain MV. Influence of hot pressing on the microstructure and fracture toughness of two pressable dental glass-ceramics. J Biomed Mater Res B Appl Biomater. 2004;71(1):99-107.

23. Denry I, Holloway JA. Ceramics for Dental Applications: A Review. Materials. 2010;3(1):351-68.

24. Zarone F, Ferrari M, Mangano FG, Leone R, Sorrentino R. «Digitally Oriented Materials»: Focus on Lithium Disilicate Ceramics. Int J Dent. 2016;2016:9840594.

25. Silva LH da, Lima E de, Miranda RB de P, Favero SS, Lohbauer U, Cesar PF. Dental ceramics: a review of new materials and processing methods. Braz Oral Res. 2017;31(1):58.

26. Lambert H, Durand JC, Jacquot B, Fages M. Dental biomaterials for chairside CAD/CAM: State of the art. J Adv Prosthodont. 2017;9(6):486-95.

27. Elsaka SE, Elnaghy AM. Mechanical properties of zirconia reinforced lithium silicate glass-ceramic. Dent Mater. 2016;32(7):908-14.

28. Zarone F, Ruggiero G, Leone R, Breschi L, Leuci S, Sorrentino R. Zirconia-reinforced lithium silicate (ZLS) mechanical and biological properties: A literature review. J Dent. 2021;109:103661.

29. Belli R, Wendler M, de Ligny D, Cicconi MR, Petschelt A, Peterlik H, et al. Chairside CAD/CAM materials. Part 1: Measurement of elastic constants and microstructural characterization. Dent Mater Off Publ Acad Dent Mater. 2017;33(1):84-98.

30. Spitznagel FA, Boldt J, Gierthmuehlen PC. CAD/CAM Ceramic Restorative Materials for Natural Teeth. J Dent Res. 2018;97(10):1082-91.

31. Marchesi G, Camurri Piloni A, Nicolin V, Turco G, Di Lenarda R. Chairside CAD/CAM Materials: Current Trends of Clinical Uses. Biology. 2021;10(11):1170.

32. Sen N, Us YO. Mechanical and optical properties of monolithic CAD-CAM restorative materials. J Prosthet Dent. 2018;119(4):593-9.

33. von Maltzahn NF, El Meniawy OI, Breitenbuecher N, Kohorst P, Stiesch M, Eisenburger M. Fracture Strength of Ceramic Posterior Occlusal Veneers for Functional Rehabilitation of an Abrasive Dentition. Int J Prosthodont. 2018;31(5):451-2.

34. Gehrt M, Wolfart S, Rafai N, Reich S, Edelhoff D. Clinical results of lithium-disilicate crowns after up to 9 years of service. Clin Oral Investig. 2013;17(1):275-84.

35. Rinke S, Pfitzenreuter T, Leha A, Roediger M, Ziebolz D. Clinical evaluation of chairside-fabricated partial crowns composed of zirconia-reinforced lithium silicate

ceramics: 3-year results of a prospective practice-based study. J Esthet Restor Dent Off Publ Am Acad Esthet Dent Al. 2020;32(2):226-35.

36. Abdulrahman S, Von See Mahm C, Talabani R, Abdulateef D. Evaluation of the clinical success of four different types of lithium disilicate ceramic restorations: a retrospective study. BMC Oral Health. 2021;21:625.

37. Haselton DR, Diaz-Arnold AM, Hillis SL. Clinical assessment of high-strength all-ceramic crowns. J Prosthet Dent. 2000;83(4):396-401.

38. Guazzato M, Albakry M, Swain MV, Ironside J. Mechanical properties of In-Ceram Alumina and In-Ceram Zirconia. Int J Prosthodont. 2002;15(4):339-46.

39. Chai J, Takahashi Y, Sulaiman F, Chong K, Lautenschlager EP. Probability of fracture of all-ceramic crowns. Int J Prosthodont. 2000;13(5):420-4.

40. Bindl A, Mörmann WH. An up to 5-year clinical evaluation of posterior in-ceram CAD/CAM core crowns. Int J Prosthodont. 2002;15(5):451-6.

41. Heffernan MJ, Aquilino SA, Diaz-Arnold AM, Haselton DR, Stanford CM, Vargas MA. Relative translucency of six all-ceramic systems. Part I: core materials. J Prosthet Dent. 2002;88(1):4-9.

42. Heffernan MJ, Aquilino SA, Diaz-Arnold AM, Haselton DR, Stanford CM, Vargas MA. Relative translucency of six all-ceramic systems. Part II: core and veneer materials. J Prosthet Dent. 2002;88(1):10-5.

43. Magne P, Belser U. Esthetic improvements and in vitro testing of In-Ceram Alumina and Spinell ceramic. Int J Prosthodont. 1997;10(5):459-66.

44. Raigrodski AJ. Contemporary materials and technologies for all-ceramic fixed partial dentures: a review of the literature. J Prosthet Dent. 2004;92(6):557-62.

45. Sundh A, Sjögren G. A comparison of fracture strength of yttrium-oxide-partially-stabilized zirconia ceramic crowns with varying core thickness, shapes and veneer ceramics. J Oral Rehabil. 2004;31(7):682-8.

46. Ozkurt Z, Kazazoğlu E. Clinical success of zirconia in dental applications. J Prosthodont Off J Am Coll Prosthodont. 2010;19(1):64-8.

47. Andersson M, Odén A. A new all-ceramic crown. A dense-sintered, high-purity alumina coping with porcelain. Acta Odontol Scand. 1993;51(1):59-64.

48. Davidowitz G, Kotick PG. The use of CAD/CAM in dentistry. Dent Clin North Am. 2011;55(3):559-70.

49. Piconi C, Maccauro G. Zirconia as a ceramic biomaterial. Biomaterials. 1999;20(1):1-25.

50. Chevalier J. What future for zirconia as a biomaterial? Biomaterials. 2006;27(4):535-43.

51. Miyazaki T, Nakamura T, Matsumura H, Ban S, Kobayashi T. Current status of zirconia restoration. J Prosthodont Res. 2013;57(4):236-61.

52. Chevalier J, Gremillard L, Virkar AV, Clarke DR. The Tetragonal-Monoclinic Transformation in Zirconia: Lessons Learned and Future Trends. J Am Ceram Soc. 2009;92(9):1901-20.

53. Denry I, Kelly JR. State of the art of zirconia for dental applications. Dent Mater Off Publ Acad Dent Mater. 2008;24(3):299-307.

54. Zarone F, Russo S, Sorrentino R. From porcelain-fused-to-metal to zirconia: clinical and experimental considerations. Dent Mater Off Publ Acad Dent Mater. 2011;27(1):83-96.

55. Chen YW, Moussi J, Drury JL, Wataha JC. Zirconia in biomedical applications. Expert Rev Med Devices. 2016;13(10):945-63.

56. Lughi V, Sergo V. Low temperature degradation -aging- of zirconia: A critical review of the relevant aspects in dentistry. Dent Mater. 2010;26(8):807-20.

57. Camposilvan E, Leone R, Gremillard L, Sorrentino R, Zarone F, Ferrari M, et al. Aging resistance, mechanical properties and translucency of different yttria-stabilized zirconia ceramics for monolithic dental crown applications. Dent Mater Off Publ Acad Dent Mater. 2018;34(6):879-90.

58. Ferrari M, Vichi A, Zarone F. Zirconia abutments and restorations: from laboratory to clinical investigations. Dent Mater Off Publ Acad Dent Mater. 2015;31(3):63-76.

59. Rodrigues C da S, Aurélio IL, Kaizer M da R, Zhang Y, May LG. Do thermal treatments affect the mechanical behavior of porcelain-veneered zirconia? A systematic review and meta-analysis. Dent Mater Off Publ Acad Dent Mater. 2019;35(5):807-17.

60. Mao L, Kaizer MR, Zhao M, Guo B, Song YF, Zhang Y. Graded Ultra-Translucent Zirconia (5Y-PSZ) for Strength and Functionalities. J Dent Res. 2018;97(11):1222-8.

61. Ban S. Classification and Properties of Dental Zirconia as Implant Fixtures and Superstructures. Materials. 2021;14(17):4879.

62. Güth JF, Stawarczyk B, Edelhoff D, Liebermann A. Zirconia and its novel compositions: What do clinicians need to know? Quintessence Int. 2019;50(7):512-20.

63. Stawarczyk B, Keul C, Eichberger M, Figge D, Edelhoff D, Lümkemann N. Three generations of zirconia: From veneered to monolithic. Part I. Quintessence Int. 2017;48(5):369-80.

64. Stawarczyk B, Keul C, Eichberger M, Figge D, Edelhoff D, Lümkemann N. Three generations of zirconia: From veneered to monolithic. Part II. Quintessence Int. 2017;48(6):441-50.

65. Dogan S, Raigrodski AJ, Zhang H, Mancl LA. Prospective cohort clinical study assessing the 5-year survival and success of anterior maxillary zirconia-based crowns with customized zirconia copings. J Prosthet Dent. 2017;117(2):226-32.

66. Ortorp A, Kihl ML, Carlsson GE. A 5-year retrospective study of survival of zirconia single crowns fitted in a private clinical setting. J Dent. 2012;40(6):527-30.

67. Pjetursson BE, Sailer I, Makarov NA, Zwahlen M, Thoma DS. Corrigendum to "All-ceramic or metal-ceramic tooth-supported fixed dental prostheses (FDPs)? A systematic review of the survival and complication rates. Part II: Multiple-unit FDPs".Dent Mater. 2017;33(1):48-51.

68. Kontonasaki E, Rigos AE, Ilia C, Istantsos T. Monolithic Zirconia: An Update to Current Knowledge. Optical Properties, Wear, and Clinical Performance. Dent J. 2019;7(3):90.

69. Sulaiman TA, Abdulmajeed AA, Donovan TE, Cooper LF, Walter R. Fracture rate of monolithic zirconia restorations up to 5 years: A dental laboratory survey. J Prosthet Dent. 2016;116(3):436-9.

70. Coldea A, Swain MV, Thiel N. Mechanical properties of polymer-infiltrated-ceramic-network materials. Dent Mater. 2013;29(4):419-26.

71. Mainjot AK, Dupont NM, Oudkerk JC, Dewael TY, Sadoun MJ. From Artisanal to CAD-CAM Blocks: State of the Art of Indirect Composites. J Dent Res. 2016;95(5):487-95.

72. Sideridou I, Tserki V, Papanastasiou G. Effect of chemical structure on degree of conversion in light-cured dimethacrylate-based dental resins. Biomaterials. 2002;23(8):1819-29.

73. Sideridou ID, Karabela MM. Sorption of water, ethanol or ethanol/water solutions by light-cured dental dimethacrylate resins. Dent Mater Off Publ Acad Dent Mater. 2011;27(10):1003-10.

74. Phan AC, Béhin P, Stoclet G, Dorin Ruse N, Nguyen JF, Sadoun M. Optimum pressure for the high-pressure polymerization of urethane dimethacrylate. Dent Mater. 2015;31(4):406-12.

75. Nguyen JF, Migonney V, Ruse ND, Sadoun M. Resin composite blocks via high-pressure high-temperature polymerization. Dent Mater. 2012;28(5):529-34.

76. Cetin AR, Unlu N. Clinical wear rate of direct and indirect posterior composite resin restorations. Int J Periodontics Restorative Dent. 2012;32(3):87-94.

77. Chung KH. The relationship between composition and properties of posterior resin composites. J Dent Res. 990;69(3):852-6.

78. Condon JR, Ferracane JL. In vitro wear of composite with varied cure, filler level, and filler treatment. J Dent Res. 1997;76(7):1405-11.

79. Li Y, Swartz ML, Phillips RW, Moore BK, Roberts TA. Effect of filler content and size on properties of composites. J Dent Res. 1985;64(12):1396-401.

80. Lin-Gibson S, Sung L, Forster AM, Hu H, Cheng Y, Lin NJ. Effects of filler type and content on mechanical properties of photopolymerizable composites measured across two-dimensional combinatorial arrays. Acta Biomater. 2009;5(6):2084-94.

81. Turssi CP, Ferracane JL, Vogel K. Filler features and their effects on wear and degree of conversion of particulate dental resin composites. Biomaterials. 2005;26(24):4932-7.

82. Facenda JC, Borba M, Corazza PH. A literature review on the new polymer-infiltrated ceramic-network material (PICN). J Esthet Restor Dent Off Publ Am Acad Esthet Dent Al. 2018;30(4):281-6.

83. Petrini M, Ferrante M, Su B. Fabrication and characterization of biomimetic ceramic/polymer composite materials for dental restoration. Dent Mater Off Publ Acad Dent Mater. 2013;29(4):375-81.

84. Swain MV, Coldea A, Bilkhair A, Guess PC. Interpenetrating network ceramic-resin composite dental restorative materials. Dent Mater Off Publ Acad Dent Mater. 2016;32(1):34-42.

85. Fraunhofer V, Anthony J. Adhesion and Cohesion. Int J Dent. 2012;2012:951324.

86. Marshall SJ, Bayne SC, Baier R, Tomsia AP, Marshall GW. A review of adhesion science. Dent Mater. 2010;26(2):11-6.

87. Della Bona A, Borba M, Benetti P, Pecho OE, Alessandretti R, Mosele JC, et al. Adhesion to Dental Ceramics. Curr Oral Health Rep. 2014;1(4):232-8.

88. Busscher HJ, van Pelt AWJ, de Boer P, de Jong HP, Arends J. The effect of surface roughening of polymers on measured contact angles of liquids. Colloids Surf. 1984;9(4):319-31.

89. Milosevic A. The influence of surface finish and in-vitro pellicle on contact-angle measurement and surface morphology of three commercially available composite restoratives. J Oral Rehabil. 1992;19(1):85-97.

90. O'Kane C, Oliver RG, Blunden RE. Surface roughness and droplet contact angle measurement of various orthodontic bonding cements. Br J Orthod. 1993;20(4):297-305.

91. Matinlinna JP, Vallittu PK. Bonding of resin composites to etchable ceramic surfaces - an insight review of the chemical aspects on surface conditioning. J Oral Rehabil. 2007;34(8):622-30.

92. Tian T, Tsoi JKH, Matinlinna JP, Burrow MF. Aspects of bonding between resin luting cements and glass ceramic materials. Dent Mater. 2014;30(7):147-62.

93. Blatz MB, Sadan A, Kern M. Resin-ceramic bonding: a review of the literature. J Prosthet Dent. 2003;89(3):268-74.

94. Poulon-Quintin A, Ogden E, Large A, Vaudescal M, Labrugère C, Bartala M, et al. Chemical surface modification of lithium disilicate needles of a silica-based ceramic

after HF-etching and ultrasonic bath cleaning: Impact on the chemical bonding with silane. Dent Mater. 2021;37(5):832-9.

95. Wille S, Lehmann F, Kern M. Durability of resin bonding to lithium disilicate using different self-etching and conventional ceramic primers after long-term aging. Dent Mater. 2022;38(2):444-50.

96. Fabian Fonzar R, Goracci C, Carrabba M, Louca C, Ferrari M, Vichi A. Influence of Acid Concentration and Etching Time on Composite Cement Adhesion to Lithium-silicate Glass Ceramics. J Adhes Dent. 2020;22(2):175-82.

97. Kim RJY, Woo JS, Lee IB, Yi YA, Hwang JY, Seo DG. Performance of universal adhesives on bonding to leucite-reinforced ceramic. Biomater Res. 2015;19:11.

98. Comino-Garayoa R, Peláez J, Tobar C, Rodríguez V, Suárez MJ. Adhesion to Zirconia: A Systematic Review of Surface Pretreatments and Resin Cements. Mater Basel. 2021;14(11):2751.

99. Hegde VS, Khatavkar RA. A new dimension to conservative dentistry: Air abrasion. J Conserv Dent. 2010;13(1):4-8.

100. Kern M, Wegner SM. Bonding to zirconia ceramic: adhesion methods and their durability. Dent Mater. 1998;14(1):64-71.

101. Nothdurft FP, Motter PJ, Pospiech PR. Effect of surface treatment on the initial bond strength of different luting cements to zirconium oxide ceramic. Clin Oral Investig. 2009;13(2):229-35.

102. Della Bona A, Borba M, Benetti P, Cecchetti D. Effect of surface treatments on the bond strength of a zirconia-reinforced ceramic to composite resin. Braz Oral Res. 2007;21(1):10-5.

103. Tzanakakis EGC, Tzoutzas IG, Koidis PT. Is there a potential for durable adhesion to zirconia restorations? A systematic review. J Prosthet Dent. 2016;115(1):9-19.

104. Thompson JY, Stoner BR, Piascik JR, Smith R. Adhesion/cementation to zirconia and other non-silicate ceramics: where are we now? Dent Mater. 2011;27(1):71-82.

105. Zhang Y, Sun T, Liu R, Feng X, Chen A, Shao L. An in vitro evaluation of the zirconia surface treatment by mesoporous zirconia coating on its bonding to resin cement. Biomed Mater Eng. 2014;24(6):2109-16.

106. Karakoca S, Yilmaz H. Influence of surface treatments on surface roughness, phase transformation, and biaxial flexural strength of Y-TZP ceramics. J Biomed Mater Res B Appl Biomater. 2009;91(2):930-7.

107. Kitayama S, Nikaido T, Maruoka R, Zhu L, Ikeda M, Watanabe A, et al. Effect of an internal coating technique on tensile bond strengths of resin cements to zirconia ceramics. Dent Mater J. 2009;28(4):446-53.

108. Moon JE, Kim SH, Lee JB, Ha SR, Choi YS. The effect of preparation order on the crystal structure of yttria-stabilized tetragonal zirconia polycrystal and the shear bond strength of dental resin cements. Dent Mater. 2011;27(7):651-63.

109. Monaco C, Tucci A, Esposito L, Scotti R. Microstructural changes produced by abrading Y-TZP in presintered and sintered conditions. J Dent. 2013;41(2):121-6.

110. Ebeid K, Wille S, Salah T, Wahsh M, Zohdy M, Kern M. Bond strength of resin cement to zirconia treated in pre-sintered stage. J Mech Behav Biomed Mater. 2018;86:84-8.

111. Okutan Y, Yucel MT, Gezer T, Donmez MB. Effect of airborne particle abrasion and sintering order on the surface roughness and shear bond strength between Y-TZP ceramic and resin cement. Dent Mater J. 2019;38(2):241-9.

112. Blatz MB, Phark JH, Ozer F, Mante FK, Saleh N, Bergler M, et al. In vitro comparative bond strength of contemporary self-adhesive resin cements to zirconium oxide ceramic with and without air-particle abrasion. Clin Oral Investig. 2010;14(2):187-92.

113. Borges GA, Sophr AM, de Goes MF, Sobrinho LC, Chan DCN. Effect of etching and airborne particle abrasion on the microstructure of different dental ceramics. J Prosthet Dent. 2003;89(5):479-88.

114. Xie ZG, Meng XF, Xu LN, Yoshida K, Luo XP, Gu N. Effect of air abrasion and dye on the surface element ratio and resin bond of zirconia ceramic. Biomed Mater Bristol Engl. 2011;6(6):065004.

115. Saade J, Skienhe H, Ounsi HF, Matinlinna JP, Salameh Z. Evaluation Of The Effect Of Different Surface Treatments, Aging And Enzymatic Degradation On Zirconia-Resin Micro-Shear Bond Strength. Clin Cosmet Investig Dent. 2020;12:1-8.

116. Ahn JS, Yi YA, Lee Y, Seo DG. Shear Bond Strength of MDP-Containing Self-Adhesive Resin Cement and Y-TZP Ceramics: Effect of Phosphate Monomer-Containing Primers. BioMed Res Int. 2015;2015:389234.

117. Chen JH, Matsumura H, Atsuta M. Effect of etchant, etching period, and silane priming on bond strength to porcelain of composite resin. Oper Dent. 1998;23(5):250-7.

118. Chen JH, Matsumura H, Atsuta M. Effect of different etching periods on the bond strength of a composite resin to a machinable porcelain. J Dent. 1998;26(1):53-8.

119. Barghi N. To silanate or not to silanate: making a clinical decision. Compend Contin Educ Dent. 2000;21(8):659-62.

120. Kupiec KA, Wuertz KM, Barkmeier WW, Wilwerding TM. Evaluation of porcelain surface treatments and agents for composite-to-porcelain repair. J Prosthet Dent. 1996;76(2):119-24.

121. Lung CYK, Matinlinna JP. Aspects of silane coupling agents and surface conditioning in dentistry: an overview. Dent Mater. 2012;28(5):467-77.

122. Nihei T. Dental applications for silane coupling agents. J Oral Sci. 2016;58(2):151-5.

123. Kern M. Resin Bonding to Oxide Ceramics for Dental Restorations. J Adhes Sci Technol. 2009;23(7-8):1097-111.

124. Özcan M, Bernasconi M. Adhesion to zirconia used for dental restorations: a systematic review and meta-analysis. J Adhes Dent. 2015;17(1):7-26.

125. Chen Y, Lu Z, Qian M, Zhang H, Chen C, Xie H, et al. Chemical affinity of 10-methacryloyloxydecyl dihydrogen phosphate to dental zirconia: Effects of molecular structure and solvents. Dent Mater. 2017;33(12):415-27.

126. Liston EM. Plasma Treatment for Improved Bonding: A Review. J Adhes. 1989;30(1-4):199-218.

127. Koodaryan R, Hafezeqoran A. Surface Modification of Dental Polymers by Plasma Treatment: A Review. Biomed Pharmacol J. 2016;9(1):317-21.

128. Seker E, Kilicarslan MA, Polat S, Ozkir E, Pat S. Non-Thermal Atmospheric Plasma: Can it Be Taken as a Common Solution for the Surface Treatment of Dental Materials? Plasma Sci Technol. 2016;18(4):417.

129. Wang D, Wang P, Zhang L, Zhu Y, Shi M, Zuo Y. [Dental applications of non-thermal atmospheric pressure plasma: a review]. Zhonghua Kou Qiang Yi Xue Za Zhi Zhonghua Kouqiang Yixue Zazhi Chin J Stomatol. 2014;49(9):571-3.

130. Liu Y, Liu Q, Yu QS, Wang Y. Nonthermal Atmospheric Plasmas in Dental Restoration. J Dent Res. 2016;95(5):496-505.

131. Weltmann KD, Kindel E, Brandenburg R, Meyer C, Bussiahn R, Wilke C, et al. Atmospheric Pressure Plasma Jet for Medical Therapy: Plasma Parameters and Risk Estimation. Contrib. Plasma Phys. 2009; 49(9): 631-640.

132. Pan J, Sun K, Liang Y, Sun P, Yang X, Wang J, et al. Cold plasma therapy of a tooth root canal infected with enterococcus faecalis biofilms in vitro. J Endod. 2013;39(1):105-10.

133. Cha S, Park YS. Plasma in dentistry. Clin Plasma Med. 2014;2(1):4-10.

134. Ranjan R, Krishnamraju PV, Shankar T, Gowd S. Nonthermal Plasma in Dentistry: An Update. J Int Soc Prev Community Dent. 2017;7(3):71-5.

135. Zhang Y, Yu Q, Wang Y. Non-thermal atmospheric plasmas in dental restoration: improved resin adhesive penetration. J Dent. 2014;42(8):1033-42.

136. Canullo L, Cassinelli C, Götz W, Tarnow D. Plasma of argon accelerates murine fibroblast adhesion in early stages of titanium disk colonization. Int J Oral Maxillofac Implants. 2013;28(4):957-62.

137. Canullo L, Götz W. Peri-implant hard tissue response to glow-discharged abutments: prospective study. Preliminary radiological results. Ann Anat. 2012;194(6):529-32.

138. Canullo L, Micarelli C, Iannello G. Microscopical and chemical surface characterization of the gingival portion and connection of an internal hexagon abutment before and after different technical stages of preparation. Clin Oral Implants Res. 2013;24(6):606-11.

139. Canullo L, Micarelli C, Lembo-Fazio L, Iannello G, Clementini M. Microscopical and microbiologic characterization of customized titanium abutments after different cleaning procedures. Clin Oral Implants Res. 2014;25(3):328-36.

140. Canullo L, Penarrocha D, Micarelli C, Massidda O, Bazzoli M. Hard tissue response to argon plasma cleaning/sterilisation of customised titanium abutments versus 5-second steam cleaning: results of a 2-year post-loading follow-up from an explanatory randomised controlled trial in periodontally healthy patients. Eur J Oral Implantol. 2013;6(3):251-60.

141. Canullo L, Peñarrocha D, Clementini M, Iannello G, Micarelli C. Impact of plasma of argon cleaning treatment on implant abutments in patients with a history of periodontal disease and thin biotype: radiographic results at 24-month follow-up of a RCT. Clin Oral Implants Res. 2015;26(1):8-14.

142. Micarelli C, Canullo L, Baldissara P, Clementini M. Implant abutment screw reverse torque values before and after plasma cleaning. Int J Prosthodont. 2013;26(4):331-3.

143. Zhao G, Schwartz Z, Wieland M, Rupp F, Geis-Gerstorfer J, Cochran DL, et al. High surface energy enhances cell response to titanium substrate microstructure. J Biomed Mater Res A. 2005;74(1):49-58.

144. International Organization for Standardization. ISO 29022:3013 Odontología. Adhesión. Ensayo de resistencia al cizallamiento sobre muestras de borde entallado. AENOR; 2013.

145. Valverde GB, Coelho PG, Janal MN, Lorenzoni FC, Carvalho RM, Thompson VP, et al. Surface characterisation and bonding of Y-TZP following non-thermal plasma treatment. J Dent. 2013;41(1):51-9.

146. Inokoshi M, Shimizubata M, Nozaki K, Takagaki T, Yoshihara K, Minakuchi S, et al. Impact of sandblasting on the flexural strength of highly translucent zirconia. J Mech Behav Biomed Mater. 2021;115:104268.

147. Jakovac M, Klaser T, Radatović B, Bafti A, Skoko Ž, Pavić L, et al. Impact of Sandblasting on Morphology, Structure and Conductivity of Zirconia Dental Ceramics Material. Mater Basel. 2021;14(11):2834.

148. Menees TS, Lawson NC, Beck PR, Burgess JO. Influence of particle abrasion or hydrofluoric acid etching on lithium disilicate flexural strength. J Prosthet Dent. 2014;112(5):1164-70.

149. Zogheib LV, Bona AD, Kimpara ET, McCabe JF. Effect of hydrofluoric acid etching duration on the roughness and flexural strength of a lithium disilicate-based glass ceramic. Braz Dent J. 2011;22(1):45-50.

150. May MM, Fraga S, May LG. Effect of milling, fitting adjustments, and hydrofluoric acid etching on the strength and roughness of CAD-CAM glass-ceramics: A systematic review and meta-analysis. J Prosthet Dent. 2021;3913(21):134-7.

151. Sevilla P, Lopez-Suarez C, Pelaez J, Tobar C, Rodriguez-Alonso V, Suarez MJ. Influence of Low-Pressure Plasma on the Surface Properties of CAD-CAM Leucite-Reinforced Feldspar and Resin Matrix Ceramics. Appl Sci. 2020;10(24):8856.

152. Chu PK, Chen JY, Wang LP, Huang N. Plasma-surface modification of biomaterials. Mater Sci Eng R Rep. 2002;36(5):143-206.

153. Kim JH, Lee MA, Han GJ, Cho BH. Plasma in dentistry: a review of basic concepts and applications in dentistry. Acta Odontol Scand. 2014;72(1):1-12.

154. Lawson NC, Frazier K, Bedran-Russo AK, Khajotia S, Park J, Urquhart O, et al. Zirconia restorations: An American Dental Association Clinical Evaluators Panel survey. J Am Dent Assoc 1939. 2021;152(1):80-81.

155. Laumbacher H, Strasser T, Knüttel H, Rosentritt M. Long-term clinical performance and complications of zirconia-based tooth- and implant-supported fixed prosthodontic restorations: A summary of systematic reviews. J Dent. 2021;111:103723.

156. De Angelis P, Gasparini G, Rella E, De Angelis S, Grippaudo C, D'Addona A, et al. Patient Satisfaction with Implant-Supported Monolithic and Partially Veneered Zirconia Restorations. BioMed Res Int. 2021;2021:6692939.

157. Alrashdi M, Ardoin J, Liu JA. Zirconia crowns for children: A systematic review. Int J Paediatr Dent. 2022;32(1):66-81.

158. Leitão CIMB, Fernandes GV de O, Azevedo LPP, Araújo FM, Donato H, Correia ARM. Clinical performance of monolithic CAD/CAM tooth-supported zirconia restorations: systematic review and meta-analysis. J Prosthodont Res. 6 de octubre de 2021;1:1-11.

159. Pieger S, Salman A, Bidra AS. Clinical outcomes of lithium disilicate single crowns and partial fixed dental prostheses: a systematic review. J Prosthet Dent. 2014;112(1):22-30.

160. Malament KA, Margvelashvili-Malament M, Natto ZS, Thompson V, Rekow D, Att W. 10.9-year survival of pressed acid etched monolithic e.max lithium disilicate glass-ceramic partial coverage restorations: Performance and outcomes as a function of tooth position, age, sex, and the type of partial coverage restoration (inlay or onlay). J Prosthet Dent. 2021;126(4):523-32.

161. Chen Y, Yeung AWK, Pow EHN, Tsoi JKH. Current status and research trends of lithium disilicate in dentistry: A bibliometric analysis. J Prosthet Dent. 2021;126(4):512-22.

162. Fotiadou C, Manhart J, Diegritz C, Folwaczny M, Hickel R, Frasheri I. Longevity of lithium disilicate indirect restorations in posterior teeth prepared by undergraduate students: A retrospective study up to 8.5 years. J Dent. 2021;105:103569.

163. Vechiato Filho AJ, dos Santos DM, Goiato MC, de Medeiros RA, Moreno A, Bonatto L da R, et al. Surface characterization of lithium disilicate ceramic after nonthermal plasma treatment. J Prosthet Dent. 2014;112(5):1156-63.

164. Dos Santos DM, da Silva EVF, Vechiato-Filho AJ, Cesar PF, Rangel EC, da Cruz NC, et al. Aging effect of atmospheric air on lithium disilicate ceramic after nonthermal plasma treatment. J Prosthet Dent. 2016;115(6):780-7.

165. Bitencourt SB, Piacenza LT, Souza JP do V, da Silva EVF, Rangel EC, Barão VAR, et al. The Effect of Different Plasma Treatments on the Surface Properties and Bond Strength between Lithium Disilicate and Resin Cement. J Adhes Dent. 2020;22(5):531-8.

166. Silva NRFA, Coelho PG, Valverde GB, Becker K, Ihrke R, Quade A, et al. Surface characterization of Ti and Y-TZP following non-thermal plasma exposure. J Biomed Mater Res B Appl Biomater. 2011;99(1):199-206.

167. Kim DS, Ahn JJ, Bae EB, Kim GC, Jeong CM, Huh JB, et al. Influence of Non-Thermal Atmospheric Pressure Plasma Treatment on Shear Bond Strength between Y-TZP and Self-Adhesive Resin Cement. Mater Basel. 2019; 12(20): 3321.

168. Egoshi T, Taira Y, Sakihara M, Kamada K, Sawase T, Murata H. Effects of air abrasion and glow-discharge plasma treatment on bonding resin cement to ceria-stabilized zirconia/alumina nanocomposite. Dent Mater J. 2019;38(3):437-43.

169. Lopes BB, Ayres APA, Lopes LB, Negreiros WM, Giannini M. The effect of atmospheric plasma treatment of dental zirconia ceramics on the contact angle of water. Appl Adhes Sci. 2014;2(1):17.

170. Henningsen A, Smeets R, Heuberger R, Jung OT, Hanken H, Heiland M, et al. Changes in surface characteristics of titanium and zirconia after surface treatment with ultraviolet light or non-thermal plasma. Eur J Oral Sci. 2018;126(2):126-34.

171. Park C, Park SW, Yun KD, Ji MK, Kim S, Yang YP, et al. Effect of Plasma Treatment and Its Post Process Duration on Shear Bonding Strength and Antibacterial Effect of Dental Zirconia. Mater Basel. 2018; 11(11):2233.

172. Liu YC, Hsieh JP, Chen YC, Kang LL, Hwang CS, Chuang SF. Promoting porcelain–zirconia bonding using different atmospheric pressure gas plasmas. Dent Mater. 2018;34(8):1188-98.

173. Lümkemann N, Eichberger M, Stawarczyk B. Different surface modifications combined with universal adhesives: the impact on the bonding properties of zirconia to composite resin cement. Clin Oral Investig. 2019;23(11):3941-50.

174. Wu CC, Wei CK, Ho CC, Ding SJ. Enhanced Hydrophilicity and Biocompatibility of Dental Zirconia Ceramics by Oxygen Plasma Treatment. Mater Basel. 2015;8(2):684-99.

175. Foest R, Kindel E, Ohl A, Stieber M, Weltmann KD. Non-thermal atmospheric pressure discharges for surface modification. Plasma Phys Control Fusion. 2005;47(12):525-36.

176. Park C, Yoo SH, Park SW, Yun KD, Ji MK, Shin JH, et al. The effect of plasma on shear bond strength between resin cement and colored zirconia. J Adv Prosthodont. 2017;9(2):118-23.

177. Ahn JJ, Kim DS, Bae EB, Kim GC, Jeong CM, Huh JB, et al. Effect of Non-Thermal Atmospheric Pressure Plasma (NTP) and Zirconia Primer Treatment on Shear Bond Strength between Y-TZP and Resin Cement. Mater Basel.2020;13(18):3934.

178. Tabari K, Hosseinpour S, Mohammad-Rahimi H. The Impact of Plasma Treatment of Cercon® Zirconia Ceramics on Adhesion to Resin Composite Cements and Surface Properties. J Lasers Med Sci. 2017;8(1):56-61.

179. Ito Y, Okawa T, Fukumoto T, Tsurumi A, Tatsuta M, Fujii T, et al. Influence of atmospheric pressure low-temperature plasma treatment on the shear bond strength between zirconia and resin cement. J Prosthodont Res. 2016;60(4):289-93.

180. Elias AB, Simão RA, Prado M, Cesar PF, Botelho Dos Santos G, Moreira da Silva E. Effect of different times of nonthermal argon plasma treatment on the microtensile bond strength of self-adhesive resin cement to yttria-stabilized tetragonal zirconia polycrystal ceramic. J Prosthet Dent. 2019;121(3):485-91.

181. Negreiros WM, de Souza TFS, Noronha MDS, Lopes BB, Giannini M. Adhesion of Resin Cement to Zirconia Using Argon Plasma and Primer. Int J Prosthodont. 2021;34(6):796-800.

182. Canullo L, Micarelli C, Bettazzoni L, Koçi B, Baldissara P. Zirconia-composite bonding after plasma of argon treatment. Int J Prosthodont. 2014;27(3):267-9.

183. Barquete CG, Simão RA, Almeida Fonseca SS, Elias AB, Antunes Guimarães JG, Herrera EZ, et al. Effect of cementation delay on bonding of self-adhesive resin cement to yttria-stabilized tetragonal zirconia polycrystal ceramic treated with nonthermal argon plasma. J Prosthet Dent. 2021;125(4):693-7.

184. Ishii R, Tsujimoto A, Takamizawa T, Tsubota K, Suzuki T, Shimamura Y, et al. Influence of surface treatment of contaminated zirconia on surface free energy and resin cement bonding. Dent Mater J. 2015;34(1):91-7.

185. Angkasith P, Burgess JO, Bottino MC, Lawson NC. Cleaning Methods for Zirconia Following Salivary Contamination. J Prosthodont Off J Am Coll Prosthodont. 2016;25(5):375-9.

186. Güers P, Wille S, Strunskus T, Polonskyi O, Kern M. Durability of resin bonding to zirconia ceramic after contamination and the use of various cleaning methods. Dent Mater Off Publ Acad Dent Mater. 2019;35(10):1388-96.

187. Piest C, Wille S, Strunskus T, Polonskyi O, Kern M. Efficacy of Plasma Treatment for Decontaminating Zirconia. J Adhes Dent. 2018;20(4):289-97.

188. Noronha MDS, Fronza BM, André CB, de Castro EF, Soto-Montero J, Price RB, et al. Effect of zirconia decontamination protocols on bond strength and surface wettability. J Esthet Restor Dent. 2020;32(5):521-9.

189. Martínez-Rus F, Rodríguez C, Salido MP, Pradíes G. Influence of different cleaning procedures on the shear bond strength of 10-methacryloyloxydecyl dihydrogen phosphate-containing self-adhesive resin cement to saliva contaminated zirconia. J Prosthodont Res. 2021;65(4):443-8.

ANEXOS

9. ANEXOS

9.1. Pruebas Estadísticas

9.1.1 Pruebas de Normalidad

Pruebas de normalidad

		Kolmogorov-Smirnov[a]			Shapiro-Wilk		
	Group	Estadístico	gl	Sig.	Estadístico	gl	Sig.
Contact Angle (Degree)	LD-C	,221	10	,180	,916	10	,325
	LD-CP	,274	10	,032	,705	10	,001
	LD-P	,275	10	,031	,880	10	,131
	ZR-C	,144	10	,200*	,948	10	,641
	ZR-CP	,338	10	,002	,768	10	,006
	ZR-P	,196	10	,200*	,870	10	,100
Shear Bond Strength (Mpa)	LD-C	,151	10	,200*	,960	10	,784
	LD-CP	,153	10	,200*	,934	10	,486
	LD-P	,258	10	,057	,880	10	,129
	ZR-C	,207	10	,200*	,885	10	,150
	ZR-CP	,195	10	,200*	,946	10	,619
	ZR-P	,199	10	,200*	,950	10	,668

*. Esto es un límite inferior de la significación verdadera.

a. Corrección de significación de Lilliefors

9.1.2. Comparación de los Tratamientos de Superficie en ambas cerámicas

9.1.2.1. Grupos Control

Estadísticas de grupo[a]

	Material	N	Media	Desv. Desviación	Desv. Error promedio
Contact Angle (Degree)	Lithium Disilicate	10	50,0740	8,56731	2,70922
	Circonia	10	55,0000	18,85057	5,96107
Shear Bond Strength (Mpa)	Lithium Disilicate	10	15,2060	6,08994	1,92581
	Circonia	10	13,3760	5,97483	1,88941

a. Treatment = Control

Prueba de muestras independientes[a]

		Prueba de Levene de igualdad de varianzas		prueba t para la igualdad de medias						
									95% de intervalo de confianza de la diferencia	
		F	Sig.	t	gl	Sig. (bilateral)	Diferencia de medias	Diferencia de error estándar	Inferior	Superior
Contact Angle (Degree)	Se asumen varianzas iguales	4,338	,052	-,752	18	,462	-4,92600	6,54784	-18,68251	8,83051
	No se asumen varianzas iguales			-,752	12,566	,466	-4,92600	6,54784	-19,12160	9,26960
Shear Bond Strength (Mpa)	Se asumen varianzas iguales	,634	,436	,678	18	,506	1,83000	2,69789	-3,83805	7,49805
	No se asumen varianzas iguales			,678	17,993	,506	1,83000	2,69789	-3,83820	7,49820

a. Treatment = Control

9.1.2.2 Grupos Control más Plasma

Estadísticas de grupo[a]

	Material	N	Media	Desv. Desviación	Desv. Error promedio
Contact Angle (Degree)	Lithium Disilicate	10	12,9760	6,85851	2,16885
	Circonia	10	33,1750	6,26923	1,98251
Shear Bond Strength (Mpa)	Lithium Disilicate	10	18,6790	7,38326	2,33479
	Circonia	10	21,3270	5,85977	1,85302

a. Treatment = Control + Plasma

Prueba de muestras independientes[a]

		Prueba de Levene de igualdad de varianzas		prueba t para la igualdad de medias						
									95% de intervalo de confianza de la diferencia	
		F	Sig.	t	gl	Sig. (bilateral)	Diferencia de medias	Diferencia de error estándar	Inferior	Superior
Contact Angle (Degree)	Se asumen varianzas iguales	,002	,962	-6,874	18	,000	-20,19900	2,93841	-26,37237	-14,02563
	No se asumen varianzas iguales			-6,874	17,857	,000	-20,19900	2,93841	-26,37592	-14,02208
Shear Bond Strength (Mpa)	Se asumen varianzas iguales	,151	,702	-,888	18	,386	-2,64800	2,98076	-8,91035	3,61435
	No se asumen varianzas iguales			-,888	17,117	,387	-2,64800	2,98076	-8,93358	3,63758

a. Treatment = Control + Plasma

9.1.2.3. Grupo Plasma

Estadísticas de grupo[a]

	Material	N	Media	Desv. Desviación	Desv. Error promedio
Contact Angle (Degree)	Lithium Disilicate	10	19,4400	8,90661	2,81652
	Circonia	10	14,7560	7,17799	2,26988
Shear Bond Strength (Mpa)	Lithium Disilicate	10	18,4290	8,45864	2,67486
	Circonia	10	15,3360	6,33148	2,00219

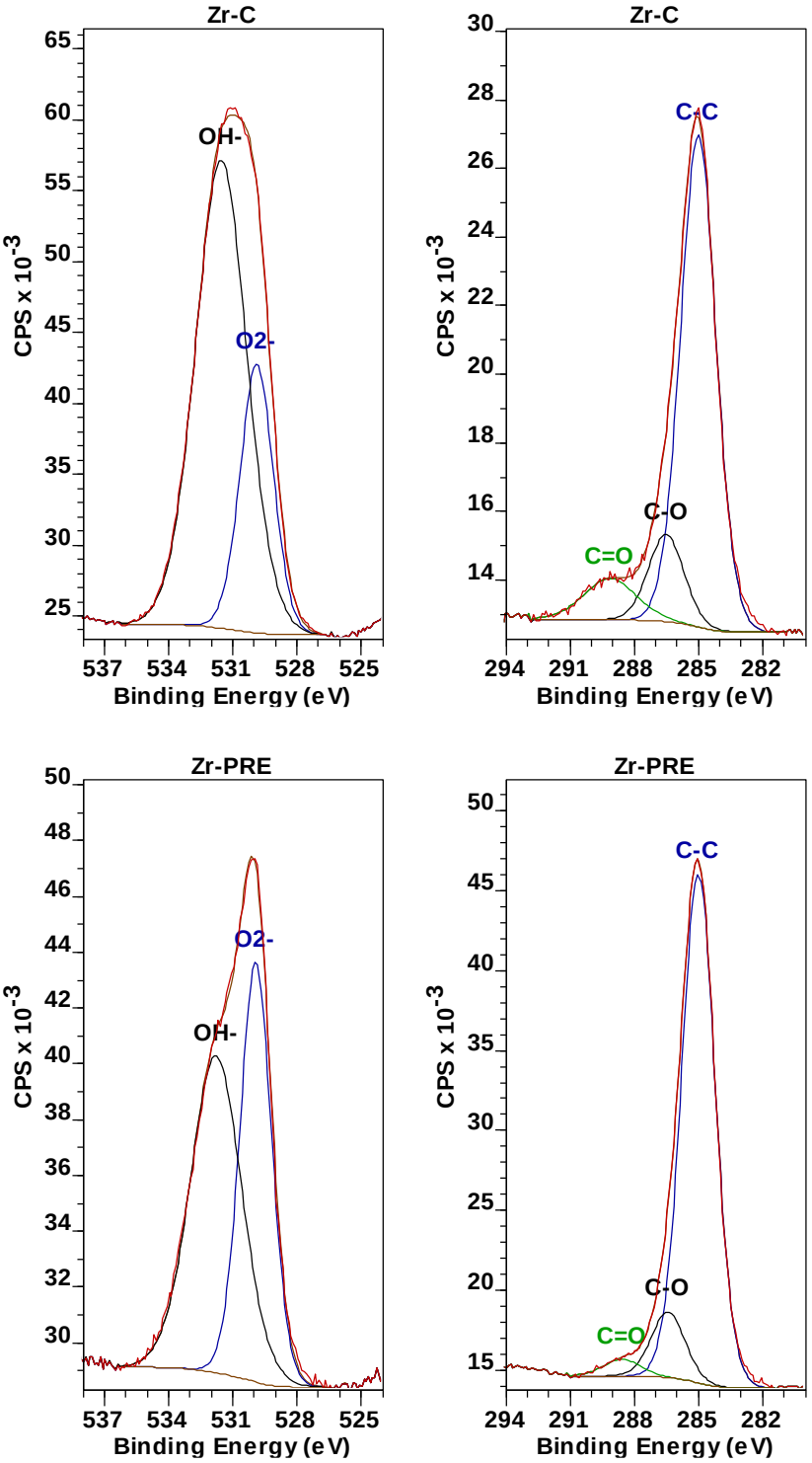
a. Treatment = Plasma

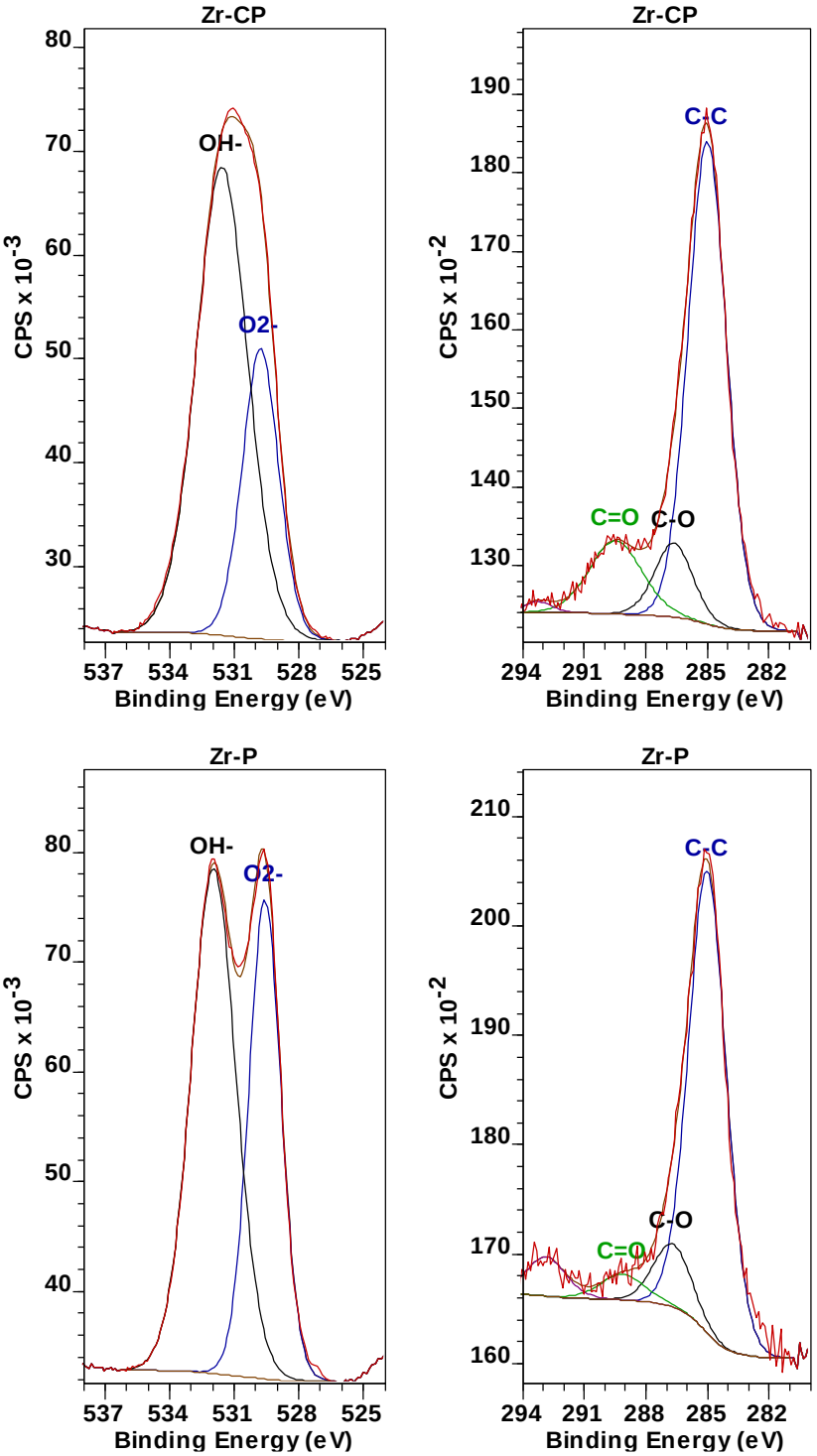
Prueba de muestras independientes[a]

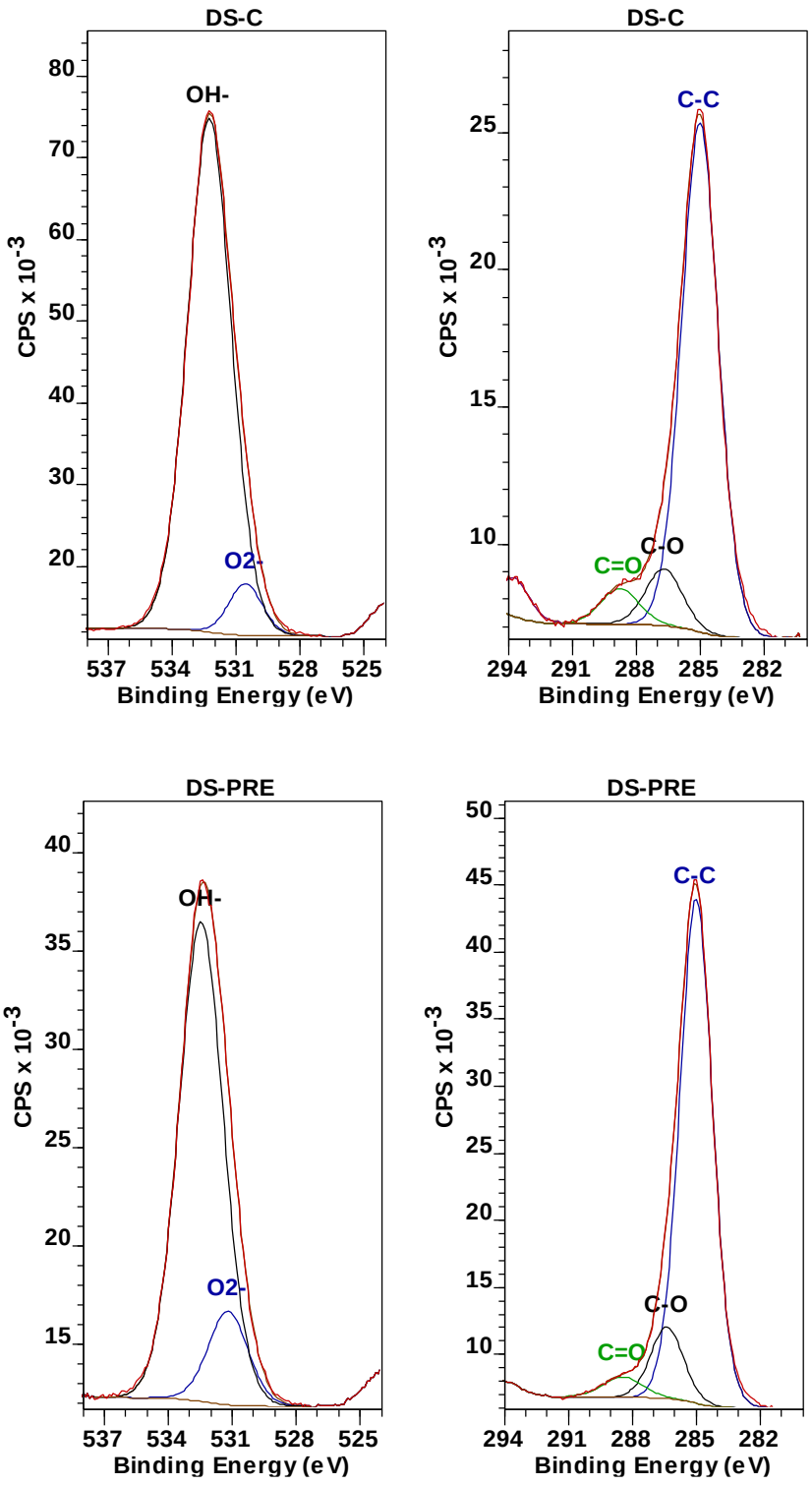
		Prueba de Levene de igualdad de varianzas		prueba t para la igualdad de medias						
									95% de intervalo de confianza de la diferencia	
		F	Sig.	t	gl	Sig. (bilateral)	Diferencia de medias	Diferencia de error estándar	Inferior	Superior
Contact Angle (Degree)	Se asumen varianzas iguales	1,579	,225	1,295	18	,212	4,68400	3,61734	-2,91574	12,28374
	No se asumen varianzas iguales			1,295	17,222	,212	4,68400	3,61734	-2,94041	12,30841
Shear Bond Strength (Mpa)	Se asumen varianzas iguales	2,873	,107	,926	18	,367	3,09300	3,34120	-3,92660	10,11260
	No se asumen varianzas iguales			,926	16,676	,368	3,09300	3,34120	-3,96678	10,15278

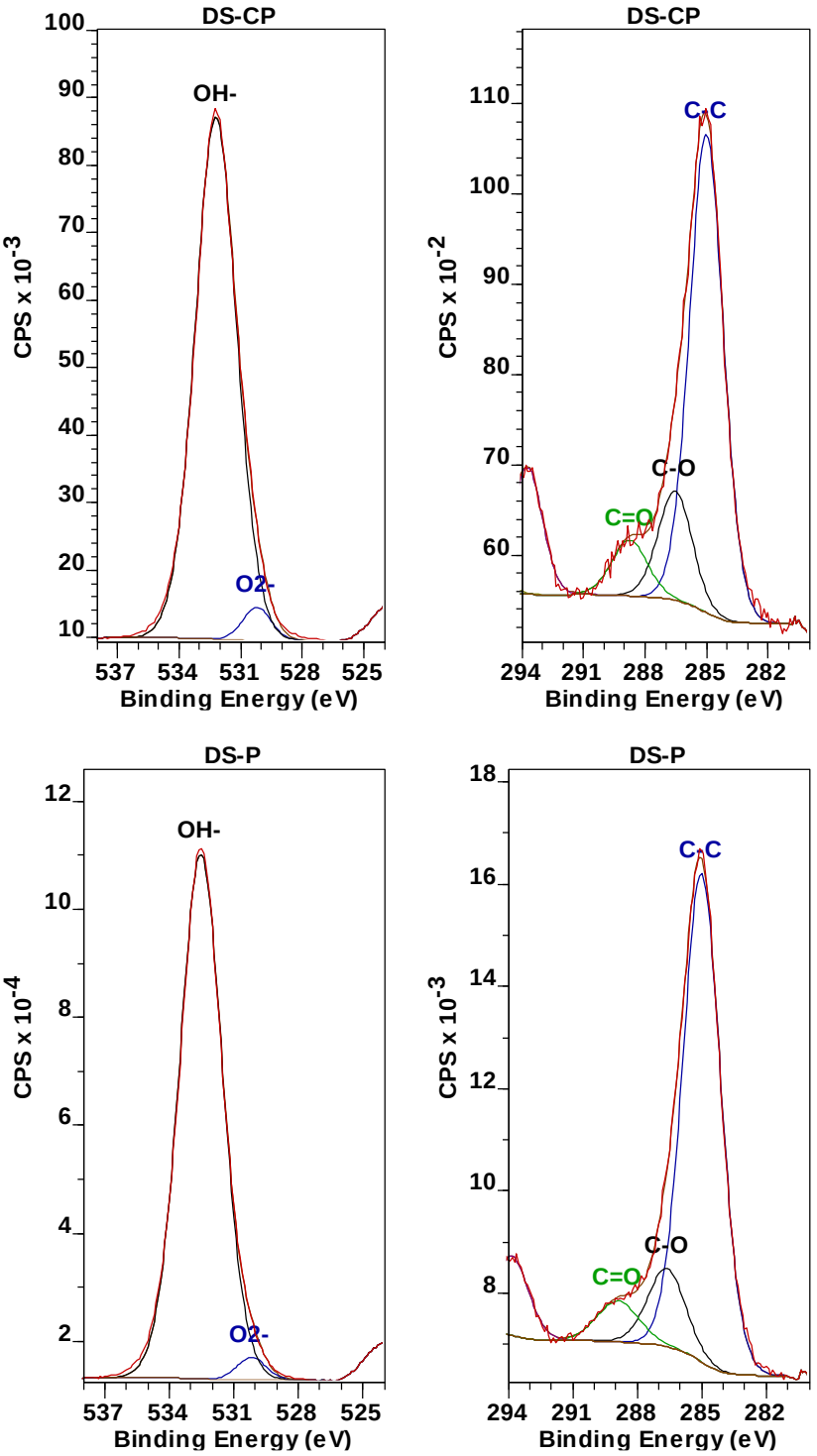
a. Treatment = Plasma

9.2. Espectros del Cálculo del Porcentaje Atómico Total de Carbono y Oxígeno




Zr-CP
OH-
O2-
CPS x 10-3
Binding Energy (eV)
Zr-CP
C-C
C=O
C-O
CPS x 10-2
Binding Energy (eV)
Zr-P
OH-
O2-
CPS x 10-3
Binding Energy (eV)
Zr-P
C-C
C-O
C=O
CPS x 10-2
Binding Energy (eV)


DS-C
OH-
O2-
CPS x 10-3
Binding Energy (eV)
DS-C
C-C
C-O
C=O
CPS x 10-3
Binding Energy (eV)
DS-PRE
OH-
O2-
CPS x 10-3
Binding Energy (eV)
DS-PRE
C-C
C-O
C=O
CPS x 10-3
Binding Energy (eV)


DS-CP
OH-
O2-
CPS x 10-3
Binding Energy (eV)
DS-CP
C-C
C-O
C=O
CPS x 10-2
Binding Energy (eV)
DS-P
OH-
O2-
CPS x 10-4
Binding Energy (eV)
DS-P
C-C
C-O
C=O
CPS x 10-3
Binding Energy (eV)