

UNIVERSIDAD COMPLUTENSE DE MADRID

FACULTAD DE ODONTOLOGÍA

MÁSTER EN CIENCIAS ODONTOLÓGICAS



**EVALUACIÓN *IN VITRO* DE UN SISTEMA DE ADHESIÓN BASADO EN
GRABADO ÁCIDO EN CALIENTE PARA MEJORAR LA FUERZA DE
ADHESIÓN AL ÓXIDO DE CIRCONIO**

TRABAJO FIN DE MÁSTER

Autora:

Disha Punjabi Varyani

Directora:

Dra. Alicia Celemín Viñuela

Madrid, 2022



UNIVERSIDAD COMPLUTENSE DE MADRID. Facultad de Odontología

TRABAJO DE FIN DE MÁSTER
VISTO BUENO DEL TUTOR
MASTER OFICIAL EN CIENCIAS ODONTOLÓGICAS

El profesor/a tutor

Nombre y apellidos:	ALICIA CELEMÍN VIÑUELA
---------------------	------------------------

del alumno/a

Nombre y apellidos	DISHA PUNJABI VARYANI
--------------------	-----------------------

encuadrado en la línea de investigación

CAD/CAM Y NUEVAS TECNOLOGÍAS EN PRÓTESIS E IMPLANTOPRÓTESIS

DA EL VISTO BUENO

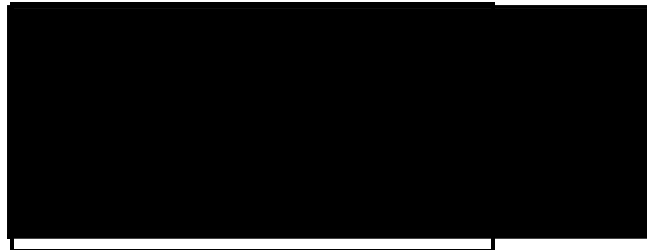
para que el Trabajo de Fin de Máster titulado

EVALUACIÓN IN VITRO DE UN SISTEMA DE ADHESIÓN BASADO EN GRABADO ÁCIDO EN CALIENTE PARA MEJORAR LA FUERZA DE ADHESIÓN AL ÓXIDO DE ZIRCONIO

sea admitido para su defensa ante Tribunal.

En _____ MADRID _____, a 27 de JUNIO de 2022.

Fdo: el profesor/a



El presente Visto Bueno se debe acompañar del Trabajo de Investigación en formato electrónico y tres copias en papel

3. Normativa

Los firmantes del presente compromiso declaran conocer la normativa vigente reguladora para la realización y defensa de los TFM y aceptan las disposiciones contenidas en la misma.

4. Obligaciones del estudiante de Máster

- Elaborar, consensado con el/los Tutor/es del TFM un cronograma detallado de trabajo que abarque el tiempo total de realización del mismo hasta su lectura.
- Informar regularmente al Tutor/es del TFM de la evolución de su trabajo, los problemas que se le planteen durante su desarrollo y los resultados obtenidos.
- Seguir las indicaciones que, sobre la realización y seguimiento de las actividades formativas y la labor de investigación, le hagan su tutor/es del TFM.
- Velar por el correcto uso de las instalaciones y materiales que se le faciliten por parte de la Universidad Complutense con el objeto de llevar a cabo su actividad de trabajo, estudio e investigación.

5. Obligaciones del tutor/es del TFM

- Supervisar las actividades formativas que desarrolle el estudiante; así como desempeñar todas las funciones que le sean propias, desde el momento de la aceptación de la tutorización hasta su defensa pública.
- Facilitar al estudiante la orientación y el asesoramiento que necesite.

6. Buenas prácticas

El estudiante y el tutor/es del TFM se comprometen a seguir, en todo momento, prácticas de trabajo seguras, conforme a la legislación actual, incluida la adopción de medidas necesarias en materia de salud, seguridad y prevención de riesgos laborales.

También se comprometen a evitar la copia total o parcial no autorizada de una obra ajena presentándola como propia tanto en el TFM como en las obras o los documentos literarios, científicos o artísticos que se generen como resultado del mismo. Para tal, el estudiante firmará la Declaración de No Plagio del ANEXO I, que será incluido como primera página de su TFM.

7. Procedimiento de resolución de conflictos académicos

En el caso de producirse algún conflicto derivado del incumplimiento de alguno de los extremos a los que se extiende el presente compromiso a lo largo del desarrollo de su TFM, incluyéndose la posibilidad de modificación del nombramiento del

tutor/es, la coordinación del máster buscará una solución consensuada que pueda ser aceptada por las partes en conflicto. En ningún caso el estudiante podrá cambiar de Tutor directamente sin informar a su antiguo Tutor y sin solicitarlo oficialmente a la Coordinación del Máster.

En el caso de que el conflicto persista se gestionará según lo previsto en el SGIC de la memoria verificada.

8. Confidencialidad

El estudiante que desarrolla un TFM dentro de un Grupo de Investigación de la Universidad Complutense, o en una investigación propia del Tutor, que tenga ya una trayectoria demostrada, o utilizando datos de una empresa/organismo o entidad ajenos a la Universidad Complutense de Madrid, se compromete a mantener en secreto todos los datos e informaciones de carácter confidencial que el Tutor/es del TFM o de cualquier otro miembro del equipo investigador en que esté integrado le proporcionen así como a emplear la información obtenida, exclusivamente, en la realización de su TFM.

Asimismo, el estudiante no revelará ni transferirá a terceros, ni siquiera en los casos de cambio en la tutela del TFM, información del trabajo, ni materiales producto de la investigación, propia o del grupo, en que haya participado sin haber obtenido, de forma expresa y por escrito, la autorización correspondiente del anterior Tutor del TFM.

9. Propiedad intelectual e industrial

Cuando la aportación pueda ser considerada original o sustancial el estudiante que ha elaborado el TFM será reconocido como cotitular de los derechos de propiedad intelectual o industrial que le pudieran corresponder de acuerdo con la legislación vigente.

10. Periodo de Vigencia

Este compromiso entrará en vigor en el momento de su firma y finalizará por alguno de los siguientes supuestos:



- Cuando el estudiante haya defendido su TFM.
- Cuando el estudiante sea dado de baja en el Máster en el que fue admitido.
- Cuando el estudiante haya presentado renuncia escrita a continuar su TFM.
- En caso de incumplimiento de alguna de las cláusulas previstas en el presente documento o en la normativa reguladora de los Estudios de Posgrado de la Universidad Complutense.

La superación académica por parte del estudiante no supone la pérdida de los derechos y obligaciones intelectuales que marque la Ley de Propiedad Intelectual para ambas partes, por lo que mantendrá los derechos de propiedad intelectual sobre



su trabajo, pero seguirá obligado por el compromiso de confidencialidad respecto a los proyectos e información inédita del tutor.

Firmado en Madrid, a 27 de JUNIO de 2022

<p>El estudiante de Máster</p>  <p>Fdo.:</p>	<p>El Tutor/es</p>  <p>Fdo.:</p>
--	---

SR. COORDINADOR DEL MÁSTER EN CIENCIAS ODONTOLÓGICAS

ANEXO I: DECLARACIÓN DE NO PLAGIO

D./Dña. DISHA PUNJABI VARYANI

con NIF 19519999-11, estudiante de Máster en la Facultad de
ODONTOLOGÍA de la Universidad Complutense de Madrid en el

curso 2021 -2022 , como autor/a del trabajo de fin de máster titulado
EVALUACIÓN IN VITRO DE UN SISTEMA DE ADHESIÓN BASADO EN GRABADO ÁCIDO
EN CALIENTE PARA MEJORAR LA FUERZA DE ADHESIÓN AL ÓXIDO DE ZIRCONIO

y presentado para la obtención del título correspondiente, cuyo/s tutor/ es/son:

ALICIA CELEMÍN VIÑUELA

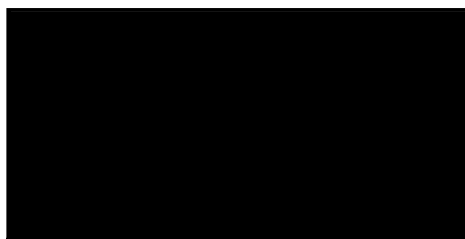
DECLARO QUE:

El trabajo de fin de máster que presento está elaborado por mí y es original. No copio, ni utilizo ideas, formulaciones, citas integrales e ilustraciones de cualquier obra, artículo, memoria, o documento (en versión impresa o electrónica), sin mencionar de forma clara y estricta su origen, tanto en el cuerpo del texto como en la bibliografía. Así mismo declaro que los datos son veraces y que no he hecho uso de información no autorizada de cualquier fuente escrita de otra persona o de cualquier otra fuente.

De igual manera, soy plenamente consciente de que el hecho de no respetar estos extremos es objeto de sanciones universitarias y/o de otro orden.

En Madrid, a 27 de JUNIO de 2022

Fdo.:



Esta DECLARACIÓN debe ser insertada en primera página de todos los trabajos fin de máster conducentes a la obtención del Título.

AGRADECIMIENTOS

En primer lugar, quiero expresar mi máxima gratitud a la Dra. Celemín Viñuela, por su tiempo, implicación y confianza en mí.

Un agradecimiento especial a Lorenzo del Río Highsmith, técnico dental del laboratorio del Dpto. de Odontología Conservadora y Prótesis Bucofacial de la Facultad de Odontología UCM, por sus enseñanzas más allá de lo académico y por ofrecerme su apoyo en cada paso de este proceso.

A Javier Paramio, Manager co-general de la empresa DentalDigiDent, por la aportación del material (Zirconia Etchant Cloud System) para este proyecto.

A César Quevedo, Product Manager de la empresa Ziacom Medical, por su colaboración en la fabricación de las muestras de óxido de circonio presinterizado, y por su grata disposición a cualquier hora para facilitarme todos aquellos detalles que le pedía, aunque a veces parecieran absurdos.

A Ignacio Carabias, responsable del Centro de Asistencia a la Investigación UCM del sector de difracción de rayos X, por sus conocimientos y su buena voluntad al intentar descifrar mis trocientas dudas con respecto a la Química en general.

Al Taller Central de Apoyo a la Investigación de la Facultad de Ciencias Físicas de la UCM por la fabricación de las bases para la prueba de resistencia al cizallamiento para este estudio.

A Raúl Arrabal Durán, por su participación en la realización de los ensayos de cizallamiento.

Al personal del laboratorio de Microbiología de nuestra Facultad, por su ayuda en el proceso de fabricación de saliva artificial.

En definitiva, a la Universidad Complutense de Madrid en su totalidad, por brindarme esta oportunidad y permitir iniciarme en el mundo de la investigación.

Por último, agradecer a mi madre, a mi hermana y a mi prometido, por su amor incondicional y por ser mis pilares fundamentales.

Muchas gracias a todos.

"El secreto de la felicidad está en
encontrar algo más grande que tú,
y dedicar tu vida a ello."

- Daniel Dennett

ÍNDICE DE CONTENIDOS

1. RESUMEN EN INGLÉS (ABSTRACT)	8
2. RESUMEN EN ESPAÑOL	11
3. INTRODUCCIÓN	14
3.1. Cerámicas dentales en prótesis fija	15
3.2. Circona	16
3.2.1. Evolución	17
3.2.2. Características fisicoquímicas	17
3.2.3. Envejecimiento.....	18
3.2.4. Métodos de fabricación	19
3.2.5. Tratamientos de superficie y cementado	20
3.2.5.1. Técnicas de adhesión mecánica.....	21
3.2.5.2. Técnicas de adhesión química.....	22
3.2.5.3. Técnicas de adhesión mecánico-químicas.....	24
4. HIPÓTESIS	25
5. JUSTIFICACIÓN Y OBJETIVOS	27
6. MATERIAL Y MÉTODOS	30
6.1. Confección de las probetas.....	31
6.2. Clasificación y numeración de las probetas	32
6.3. Análisis de la estructura cristalográfica.....	34
6.4. Procedimiento de adhesión.....	35
6.5. Procedimiento de envejecimiento	36
6.6. Prueba de cizallamiento	36
6.7. Tratamiento de los datos	38
7. RESULTADOS	40
7.1. Difracción de rayos X	41
7.2. Evaluación de la resistencia a la fuerza de cizalla.....	42
7.2.1. Análisis descriptivo	42
7.2.2. Análisis inferencial.....	44
8. DISCUSIÓN	45
9. CONCLUSIONES	52
10. REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS	54
11. ANEXOS	62
11.1. Protocolo de fabricación de saliva artificial	63
11.2. Pruebas estadísticas	64

1.RESUMEN EN INGLÉS (*ABSTRACT*)

***IN VITRO* EVALUATION OF AN ADHESION SYSTEM BASED ON HOT ACID ETCHING TO IMPROVE THE BOND STRENGTH TO ZIRCONIA**

INTRODUCTION AND OBJECTIVES

In the search for the ideal restorative material in current Prosthetic Dentistry, zirconia has aroused a special interest among researchers in the field. However, despite its excellent mechanical properties and acceptable aesthetic behavior, there is substantial concern regarding its adhesion capacity due to the absence of a glassy phase in its structure. In an attempt to build a reliable and universal bonding protocol, numerous techniques have been developed which, mechanically, chemically or in combination, pursue to prepare the zirconia surface to achieve a greater contact with the luting agent.

Among the existing surface treatment methods, the application of chemical solutions of hydrofluoric acid (AF) has been proposed. Although this technique has been mentioned in dental literature, its use in low concentration and with heat has not been studied exhaustively.

Therefore, the objective of the present study was to evaluate the bond strength between zirconia and resin cement resulting from the application of a hot, low-concentration acid etching technique on the zirconia surface.

MATERIAL AND METHODS

A total of 32 zirconia discs (\varnothing 10 x h 3 mm) were randomly assigned to either a group that was subjected to the sandblasting technique with aluminum particles (group C) or to another group that was subjected to the acid etching technique with AF at 100°C for 10 minutes (group HE). After the corresponding surface treatments, a primer layer was applied, and the discs of each group were matched with each other using a resin cement. The specimens were stored in water for 24 hours, and then were artificially aged through a 5000-cycle thermocycling process. Finally, shear bond strength tests were carried out. The maximum values of resistance to shear forces (MPa) were recorded and statistically analyzed through the Student's t-test. The level of significance was set at $p \leq 0.05$.

RESULTS

Statistically significant differences ($p \leq 0.05$) were found between the results of the two study groups. The highest shear strength values corresponded to group C (10.98 ± 5.48), well below those obtained in group HE (5.20 ± 0.86).

CONCLUSION

Within the limitations of this study, the following conclusion could be drawn:

Sandblasting seems to be more effective than hot AF acid etching as a surface treatment to improve the adhesion between zirconia and resin cement.

2.RESUMEN EN ESPAÑOL

EVALUACIÓN *IN VITRO* DE UN SISTEMA DE ADHESIÓN BASADO EN GRABADO ÁCIDO EN CALIENTE PARA MEJORAR LA FUERZA DE ADHESIÓN AL ÓXIDO DE CIRCONIO

INTRODUCCIÓN Y OBJETIVOS

En la búsqueda del material restaurador ideal en la Odontología Protética actual el óxido de circonio ha despertado un especial interés entre los investigadores del campo. Sin embargo, a pesar de sus propiedades mecánicas excelentes y comportamiento estético aceptable, existe una preocupación sustancial con respecto a su capacidad de adhesión por la ausencia de fase vítrea en su estructura. En un intento de construir un protocolo de adhesión fiable y universal, se han desarrollado numerosas técnicas que, de manera mecánica, química o combinada, buscan preparar la superficie de la circona para un mayor contacto con el agente cementante.

Entre los métodos de tratamientos de superficie existentes hasta el momento, se encuentra la aplicación de soluciones químicas de ácido fluorhídrico (AF). Si bien esta técnica ha sido mencionada otras veces en la literatura, su utilización en baja concentración y con aporte de calor no se ha llegado a estudiar exhaustivamente.

Por ello, el objetivo del presente estudio fue evaluar la fuerza de adhesión entre la circona y el cemento de resina resultante de la aplicación la técnica de grabado ácido en baja concentración y en caliente, en la superficie de la circona.

MATERIAL Y MÉTODOS

Un total de 32 discos (\varnothing 10 x h 3 mm) de óxido de circonio fueron aleatoriamente divididos entre un grupo que fue sometido a la técnica de chorreado con partículas de aluminio (grupo C) y otro grupo que fue sometido a la técnica de grabado ácido con AF a 100°C durante 10 minutos (grupo HE). Tras los tratamientos de superficie correspondientes, se aplicó una capa de primer, y los discos de cada grupo fueron emparejados entre sí mediante un cemento de resina. Las probetas fueron almacenadas en agua durante 24 horas, y seguidamente fueron envejecidas artificialmente mediante un proceso de termociclado de 5000 ciclos. Finalmente, se llevaron a cabo ensayos de resistencia al cizallamiento. Los valores máximos de resistencias a las fuerzas de cizalla

(MPa) fueron registrados y estadísticamente analizados a través del test t de Student. El nivel de significación se estableció para $p \leq 0,05$.

RESULTADOS

Se encontraron diferencias estadísticamente significativas ($p \leq 0,05$) entre los resultados de los dos grupos de estudio. Los valores de resistencia al cizallamiento más altos correspondieron al grupo C ($10,98 \pm 5,48$), muy por debajo de los obtenidos en el grupo HE ($5,20 \pm 0,86$).

CONCLUSIÓN

Teniendo en cuenta las limitaciones de este estudio, la conclusión fue la siguiente:

El chorreado parece ser más eficaz que el grabado ácido con AF en caliente como tratamiento de superficie para mejorar la adhesión entre la circona y el cemento de resina.

3.INTRODUCCIÓN

3.1. Cerámicas dentales en prótesis fija

En acorde con las demandas y preocupaciones actuales de los pacientes, la odontología moderna apoya principios mínimamente invasivos para enfrentarse a defectos dentales causados por caries, desgastes o fracturas, o para mejorar el aspecto de la sonrisa.

Aunque esta filosofía establece como objetivo principal la preservación de la estructura dental, en ocasiones, es necesario recurrir a técnicas que conllevan la eliminación de tejido dental que será reemplazado por distintos materiales.

Gracias al desarrollo continuo de las tecnologías de los materiales y de la fabricación, surge una plétora de posibilidades de tratamiento en función de las necesidades y/o exigencias del paciente.

En el ámbito de la prótesis fija, es notorio el cambio de preferencia por el material de restauración, tanto por parte del profesional como por parte del paciente. (1)

De uso muy extendido, las restauraciones de metal-cerámica suponen el “gold standard” de las rehabilitaciones protéticas fijas y consisten en un núcleo metálico con un revestimiento de cerámica vítrea. Si bien el buen comportamiento clínico de estas restauraciones metal-cerámica ha sido constatado en la literatura, su apariencia artificial provocada por el reflejo de la luz de la cofia de metal hace que se planteen alternativas libres de metal. (2–4)

Desde su introducción en la práctica clínica dental, la cerámica ha recibido especial interés por ser un material que ofrece un color comparable a la de los dientes naturales, junto con una biocompatibilidad demostrada. (5)

Se trata de un material de naturaleza inorgánica y origen mineral, formado en su mayoría por elementos no metálicos, que se obtienen por la acción del calor y cuya estructura final es parcial o totalmente cristalina. (6)

Generalmente, las cerámicas tienen una estructura mixta, compuesta de una matriz vítrea, donde los átomos se encuentran desordenados, y en ella se encuentran inmersas partículas más o menos grandes de minerales cristalizados que forman la fase cristalina, con átomos dispuestos uniformemente. La fase vítrea representa la estética, mientras que la fase cristalina es la responsable de la resistencia (6). Puesto así, el

comportamiento estético y mecánico de las restauraciones de cerámica viene dado por su composición. Por eso, a pesar de que existen numerosas maneras de clasificar a las cerámicas dentales, la clasificación basada en su composición química es la más sencilla de entender y es la que proporciona la información más relevante de cara a la selección del tipo de cerámica a emplear.

Según la fase o fases presentes en su formulación, los materiales cerámicos se pueden categorizar en una de las siguientes familias (7):

a) Cerámicas con matriz vítrea o vitrocerámicas.

Son aquellas que contienen una fase vítrea.

Ofrecen propiedades estéticas excelentes, pero su resistencia a la flexión es baja en comparación con los otros dos grupos.

En función del porcentaje de las partículas añadidas, éstas pueden ser feldespáticas, sintéticas e infiltradas con vidrio.

Se suelen emplear como carillas, inlays, onlays, recubrimientos de restauraciones con cofias metálicas o cerámicas.

b) Cerámicas policristalinas.

Son aquellas que no contienen vidrio en su estructura, por lo que se exhiben muy buenas propiedades mecánicas, aunque son menos traslúcidas y más opacas que las vitrocerámicas.

Dentro de este grupo se incluyen la alúmina, la circonita estabilizada, la circonita endurecida con alúmina, y la alúmina endurecida con circonita.

c) Cerámicas con matriz de resina.

Son materiales codificados como "cerámicas" por presentar propiedades similares a las de las cerámicas.

Se componen predominantemente de elementos inorgánicos que se encuentran embebidos en una matriz de polímero.

3.2. Circona

En la búsqueda del material restaurador ideal en la Odontología Protética moderna, en la que priman la resistencia y la estética, el óxido de circonio (ZrO_2) ha despertado un

especial interés entre los investigadores del campo. Por tanto, su evolución, características, comportamiento y modos de fabricación son aspectos que merecen ser estudiados.

3.2.1. Evolución

El uso de la zircona comenzó a partir de la década de 1970, como un material de reemplazo de cadera (8).

En Odontología, se introdujo la zircona en la fabricación de postes de conductos radiculares en la década de 1990. No fue hasta más tarde que se desarrolló su uso en la prótesis dental con la fabricación de prótesis parciales fijas en el sector posterior. (9)

Actualmente, sus indicaciones se han extendido a coronas y puentes tanto sobre dientes como sobre implantes. Incluso se han publicado casos de rehabilitaciones de arcada completa, obteniendo resultados razonables a corto y medio plazo. (10)

Recientemente, la zircona también ha comenzado a utilizarse para la fabricación de implantes dentales. (9)

3.2.2. Características fisicoquímicas

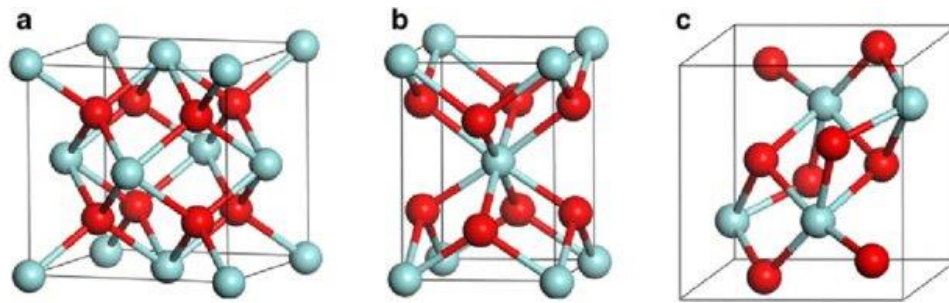
Aunque se considera un material totalmente cerámico, desde un punto de vista fisicoquímico, la zircona es un óxido metálico con propiedades de las cerámicas. (11)

Estructuralmente, la zircona tiene una estructura policristalina, de alta resistencia, y se caracteriza por tener propiedades mecánicas favorables (dureza: 5–10 MPa√m, resistencia a la flexión: 700–1200 MPa, módulo de Young: 210 GPa, resistencia a la fractura de más de 2000 N) y buenas características ópticas. (12,13)

Además de presentar una biocompatibilidad excelente (14), es poco susceptible a la retención de placa y a la corrosión en el ambiente oral. (5)

Las cerámicas zirconiosas tienen un comportamiento polimórfico y alotrópico, de manera que adoptan tres formas cristalográficas (Fig. 1) ante variaciones térmicas: monoclinica (de 1170 °C a temperatura ambiente), tetragonal (de 2370 °C a 1170 °C) y cúbica (de 2680 °C a 2370 °C) (15). Como se ha podido comprobar que la fase

tetragonal es la variante capaz de ofrecer las mayores aplicaciones clínicas gracias a sus propiedades mecánicas superiores, para conseguir su estabilidad molecular en dicha fase a temperatura ambiente, se ha de mezclar con otros óxidos. De las aleaciones disponibles en el mercado, la circona tetragonal policristalina estabilizada con itrio (Y-TZP) es la combinación más comúnmente empleada en Odontología (16).



*Fig. 1. Formas cristalográficas del óxido de circonio.
Imagen elaborada por Junfa Zhu*

Bajo estrés mecánico y/o térmico, la energía adsorbida puede romper enlaces atómicos de su estructura policristalina pasando de la fase tetragonal a la fase monoclinica. Este fenómeno, descubierto por Garvie y cols. en 1975 (8), se conoce como “transformación resistente”. Se trata de un mecanismo de autorreparación al producirse un aumento de 4-5 % del volumen de los cristales, que genera un gran estrés de compresión alrededor de los defectos microestructurales, logrando inhibir la propagación de grietas. (5)

3.2.3. Envejecimiento

Fruto del paso del tiempo y los procesos del envejecimiento, la circona puede pasar por cambios de fase a temperatura ambiente. Se refiere a la “degradación a baja temperatura” (DBT), que causa un deterioro de las propiedades ópticas y mecánicas, pudiendo llegar a ocasionar fracturas espontáneas. (17)

Este fenómeno negativo es el resultado del efecto de diversas variables, sobre todo, del estrés mecánico recibido y de la humedad, los cuales aceleran el envejecimiento del material. (18)

Conocer dicho aspecto ayuda a entender el funcionamiento de las restauraciones de circonita bajo diferentes cargas oclusales, para poder, así, sopesar su uso según la región a ser colocadas (anterior o posterior) y según las características y los hábitos del paciente.

3.2.4. Métodos de fabricación

Además de su composición, es interesante conocer el método de fabricación de los materiales, ya que puede tener una gran influencia sobre su comportamiento.

Cuando una restauración se confecciona empleando un sistema cerámico en su totalidad, se conoce como una restauración totalmente cerámica. Una restauración totalmente cerámica puede ser fabricada en una configuración monolítica (unicapa), consistente en un único material cerámico, o en una configuración en capas, si consiste en un núcleo de circonita cubierto con una capa de cerámica que otorgará a la restauración su forma, color y estética final. (19)

Al principio, dada su naturaleza opaca, la circonita se empleaba como subestructura de las restauraciones para ser recubierta por cerámicas feldespáticas más translúcidas que simularan mejor las propiedades ópticas del diente natural. Sin embargo, se ha hallado una elevada incidencia (de 0.8 a 14.2%) (20–22) de fractura de la cerámica de recubrimiento o *chipping* de estas restauraciones cerámicas con sistema bicapa.

Esto puede deberse a varias razones. Entre los factores analizados en estudios en laboratorio, se encuentran los diferentes coeficientes de expansión térmica de la subestructura y la cerámica de recubrimiento, el tratamiento de superficie previo al procedimiento de recubrir con cerámica, las propiedades mecánicas y adhesivas de ambas capas, la resistencia a la flexión de la cerámica de recubrimiento, el soporte inadecuado de la cerámica de recubrimiento debido a un diseño inadecuado de la subestructura, y un grosor deficiente de la cerámica de recubrimiento. (23)

Por otro lado, la técnica de recubrimiento también puede tener efecto en el *chipping* de la cerámica de recubrimiento. (24)

La estratificación manual y el termoprensado basado en la técnica de la cera perdida son técnicas tradicionales que han sido sustituidas por métodos que emplean el sistema CAD/CAM para diseñar y fabricar restauraciones cerámicas bicapa, en un intento de

reducir defectos intrínsecos y porosidades de la capa de recubrimiento y generar, en consecuencia, materiales más resistentes y con buen sellado marginal y ajuste interno. Esta tecnología hace que la fabricación sea más rápida, más sencilla y menos sensible a la técnica. (25)

Aunque se está dando paso a nuevas tecnologías aditivas, las técnicas sustractivas son las más habituales y han sido consideradas buenas alternativas a las técnicas tradicionales. A partir de bloques parcial o totalmente sinterizados, se procesan tanto la cofia de zircona como la cerámica de recubrimiento por separado para posteriormente ser adheridos entre sí empleando un cemento de resina o mediante la fusión de una vitrocerámica. (11)

Las restauraciones bicapa obtenidas por sistema CAD/CAM manifiestan valores superiores de resistencia al *chipping* que los obtenidos empleando técnicas tradicionales (26), no obstante, la fractura prematura del material de recubrimiento no deja de ser una complicación clínica relativamente frecuente, más aún cuando el espacio protésico es insuficiente. (27,28)

Para resolver este problema, se adoptó una tendencia hacia las restauraciones monolíticas para producir restauraciones totalmente cerámicas. La eliminación de la capa de recubrimiento feldespático contribuye al éxito clínico al verse mejorada la resistencia a la fractura, incluso en la zona molar y en espacios interoclusales limitados, y al poderse extender su indicación a pacientes bruxistas. (29) Además, su desventaja principal, relacionada con unas propiedades estéticas no satisfactorias, está siendo superada con la realización de modificaciones en la composición, en la estructura y en los métodos de fabricación, que dan lugar a restauraciones de zircona monolítica de mayor translucidez, aunque con una reducción significativa de la resistencia. (30,31)

3.2.5. Tratamientos de superficie y cementado

Al margen de sus propiedades mecánicas excelentes, comportamiento estético aceptable, y facilidad de mecanizado mediante el sistema CAD/CAM, existe una preocupación transcendental con respecto a la zircona en relación a su capacidad de adhesión. (32)

La adhesión eficaz de la superficie interna de una restauración indirecta al agente cementante que se interpone entre la estructura dental es fundamental para la supervivencia a largo plazo de una prótesis fija. (33).

Por tanto, desarrollar un protocolo de adhesión fiable, que garantice la retención de la restauración, minimizando el riesgo de microfiltración que pueda culminar en la descementación, contribuye directamente a la optimización del uso de un material de restauración.

Los procedimientos de adhesión difieren dependiendo de la composición del sistema cerámico. Para las cerámicas con matriz vítrea, la preparación previa de la superficie interna de la restauración mediante el grabado con ácido fluorhídrico (AF) seguido de la aplicación de silano, es una técnica bien establecida. (34) Sin embargo, para las cerámicas policristalinas de alta resistencia como la circona, hasta la fecha, no existe un régimen de adhesión estandarizado. La elevada dureza y cristalinidad de dicho material hacen que sea inmune a las técnicas habituales de grabado y silanización, dificultando la adhesión al agente cementante. (35)

Considerando las ventajas que ofrece la circona, lograr una adhesión duradera al agente cementante sería enormemente beneficioso para diversas aplicaciones clínicas. Por ello, conseguir la mejora de este aspecto ha sido objeto de numerosas investigaciones.

Existe consenso entre los estudios en que el primer paso para asegurar una adhesión adecuada consiste en limpiar y preparar la superficie interna de la restauración cerámica mediante un tratamiento de superficie. Esto produce un aumento de la energía superficial, de la humectabilidad, de la rugosidad de la superficie y de la aparición de grupos hidroxilos capaces de unirse con el agente cementante. Todo ello resulta en una mejora de la fuerza de adhesión.

Se ofrecen varios enfoques de tratamiento de superficie para mejorar la unión resina-circona, los cuales pueden clasificarse como mecánicos, químicos y una combinación de ambos.

3.2.5.1. Técnicas de adhesión mecánica

Los métodos de tratamiento mecánico se fundamentan en el principio de conseguir un aumento de la rugosidad superficial para obtener un área superficial mayor que

incremente el contacto entre el cemento y la restauración indirecta, a expensas de un aumento de la energía de superficie.

Dentro de los tratamientos mecánicos, se encuentran los protocolos de abrasión por aire, láser, recubrimiento cerámico o grabado químico.

El arenado o la abrasión con partículas de óxido de aluminio (Al_2O_3) son técnicas clásicas que han arrojado resultados divergentes. Varios estudios encontraron que esta estrategia aumenta la fuerza de adhesión del cemento a la circona. (36,37)

Sin embargo, también se pudo observar que la aplicación de ciertas modificaciones mecánicas de superficie induce estrés en el material y promueve la transformación de la fase tetragonal a la fase monoclinica, que, si bien en un primer momento, hace más resistente a la circona a través de un aumento de volumen a la vez que mejora la retención micromecánica del cemento de resina (38), con el tiempo, puede tener un impacto negativo en la resistencia de la restauración al dar lugar a microgrietas en la superficie cerámica. (39) Por tanto, el tratamiento de superficie por abrasión requiere más estudio.

En los últimos años se está investigando sobre los efectos en la modificación de superficie inducida por láser Er:YAG (acrónimo en inglés erbium:yttrium-aluminum-garnet). Mientras que algunos autores han sugerido mejoras en la adhesión al aplicar este tratamiento, actualmente, no se considera un tratamiento mecánico válido. (40)

Otros tratamientos mecánicos de superficie incluyen métodos empleando máquina de descarga eléctrica, plasma, nanotubos de dióxido de titanio, recubrimiento de alúmina nanoestructurada, deposición por pulverización, entre otros, sin conseguir resultados comparables a los obtenidos mediante técnicas tradicionales.

3.2.5.2. Técnicas de adhesión química

En un esfuerzo por promocionar técnicas de tratamientos menos agresivas que las mecánicas, se están investigando métodos químicos alternativos de preparación de la superficie de la circona. Éstos pretenden explorar el potencial de interacción química de agentes de unión como silanos o primers o adhesivos, con la circona.

La aplicación de una capa de un material vítreo, rico en óxido de silicio, sobre la superficie de la circona parece incrementar la fuerza de adhesión. Al colocar dicho recubrimiento, la circona puede ser tratada como una vitrocerámica, susceptible al grabado ácido convencional acompañado de la aplicación de silano. Como la molécula de silano es bifuncional, se establecen uniones químicas tanto con los grupos hidroxilos de la superficie recubierta de sílice como con el metacrilato del cemento de resina.

Ejemplos de técnicas fundamentadas en esta filosofía son "revestimiento con perlas de microvidrio fundidas" (41), "revestimiento con porcelana feldespática" (42) "revestimiento con cerámica vítrea" (43) y "grabado por infiltración selectiva (SIE)" (44).

Otro método para abarcar el problema de la adhesión a la circona es mediante el uso de primers, adhesivos o cementos de resina que contengan 10-metacriloxidecilsfosfato dihidrogenado (10-MDP) (45). Se trata de un monómero con dos grupos funcionales: un grupo fosfato, responsable de la adhesión al grupo hidroxilo de la superficie pasiva de la circona, y un grupo vinilo, el cual facilita la polimerización a través de uniones con el carbono insaturado en el cemento de resina. Estos dos grupos funcionales se encuentran separados por una cadena de carbono que dicta las características del producto, tales como la viscosidad, rigidez, hidrofobicidad y solubilidad. (46)

El potencial de esta molécula en la mejora de la fuerza de adhesión se ha comprobado en varios estudios, obteniendo resultados prometedores. (47–49)

Aunque no existe consenso en cuanto al vehículo ideal que transporta la molécula (50), la utilización de un primer previo a la aplicación del cemento de resina, incluso si se emplean cementos autoadhesivos que ya contienen 10-MDP, parece ser favorable en términos de aumento de adhesión. (51–54). Esto puede tener relación con la variabilidad en la concentración de los componentes de los diferentes productos y con la viscosidad de los mismos. (55)

Mientras que, a diferencia de las técnicas mecánicas, el acondicionamiento químico no daña la superficie de la circona, la complicación más común de este método más conservador es la susceptibilidad a la degradación hidrolítica de los silanos, primers o monómeros funcionales (como el 10-MDP) presentes en la interfase adhesiva.

En presencia de agua, se rompen los enlaces químicos de dichas moléculas y se ve reducida su efectividad. Clínicamente, esto se traduce a la pérdida de adhesión y consecuentemente, al descementado de la restauración bajo función.

3.2.5.3. Técnicas de adhesión mecánico-químicas

Los datos de los estudios recogidos en varias revisiones sistemáticas indican que los tratamientos de superficie combinados ofrecen los mejores resultados en términos de fuerza de adhesión.

Tanto es así que, en el año 2016, se introdujo el concepto “APC”, un protocolo práctico de unión fisicoquímica a la circona en tres pasos: paso A: abrasión con partículas Al₂O₃; paso P: aplicación de un Primer de circona; y paso C: empleo de Cemento de resina de autopolimerizado o de polimerización dual. Efectuando este protocolo se alcanzan fuerzas de adhesión elevadas y duraderas en el tiempo. (56)

La silicatización o recubrimiento triboquímico es otra técnica que se basa en la estrategia de adhesión combinada. También ha resultado ser exitosa, ya que no sólo aumenta los valores de rugosidad de la superficie de la cerámica, sino que también la activa químicamente al añadir contenido de sílice. (50)

Implica el uso de pequeñas partículas de óxido de aluminio (~ 100 µm) recubiertas con sílice. Aplicando una presión de bombardeo adecuada, se incrustan partículas de aluminio recubiertas de sílice en la superficie, lo que aumenta su reactividad química, y termina en la formación de moléculas de silano (57). De este modo, se logra mejorar tanto la retención mecánica como la integración química entre el cemento de resina y la circona, aunque dicho procedimiento requiere de pasos de laboratorio adicionales y un equipamiento especial. Este procedimiento se ha considerado como una alternativa al método APC, aunque ambos tratamientos de superficie son igualmente válidos. (58)

Sin embargo, cabe mencionar que, ni una técnica ni la otra produce una superficie de rugosidad uniforme y que ambas generan defectos superficiales de manera inevitable.

4. HIPÓTESIS

La superficie inerte de la circona compromete la adhesión a la estructura dental, obstaculizando el establecimiento de una unión fisicoquímica fiable, que garantice la longevidad de la restauración y la máxima satisfacción del paciente.

Conociendo que la calidad y durabilidad de la adhesión entre el cemento de resina y la cerámica dependen, en parte, de la topografía superficial del sustrato, se han desarrollado métodos, físicos y químicos, destinados a aumentar la rugosidad de la superficie para facilitar una mayor penetración del cemento de resina y fortalecer la unión micromecánica.

Sumándose a esta línea de investigación, se ha lanzado un producto experimental en el mercado llamado “Zirconia Etchant Cloud System”, que apuesta por lograr una adhesión físicoquímica estable a la superficie del óxido de circonio y al cemento de resina por medio del uso de soluciones de AF en caliente.

Así pues, la hipótesis nula (H0) formulada en el presente trabajo de investigación fue la siguiente:

1. No existirán diferencias en las fuerzas de adhesión, expresadas en valores de resistencia a la fuerza de cizallamiento, entre las superficies de óxido de circonio tratadas con diferentes técnicas de tratamiento de superficie.

Se plantea como hipótesis alternativa (H1):

1. Existirán diferencias en las fuerzas de adhesión, expresadas en valores de resistencia a la fuerza de cizallamiento, entre las superficies de óxido de circonio tratadas con diferentes técnicas de tratamiento de superficie.

5. JUSTIFICACIÓN Y OBJETIVOS

A pesar de popularidad, la aplicación clínica de las cerámicas circoniosas puede verse limitada por su baja capacidad de adhesión. La falta de fase vítrea en su estructura restringe la formación de enlaces fehacientes al cemento, incentivando el advenimiento de mecanismos novedosos destinados a fortalecer dicha unión.

De la multitud de métodos disponibles para el tratamiento de superficie de la circona, aquellos basados en la modificación de la superficie para crear estructuras microrretentivas, como el chorreado de partículas, ponen en cuestión la longevidad de las restauraciones debido a la generación de fisuras en su estructura. Otros tratamientos de superficie propuestos han triunfado en superar este aspecto en particular, pero, a su vez, plantean otros inconvenientes como una adhesión insuficiente, susceptibilidad al termociclado, equipamiento costoso, proceso complejo o dificultad en estandarizar el método. (59–61)

Estos factores refuerzan la necesidad de descubrir nuevas técnicas de tratamientos de superficie que promuevan una adhesión estable mediante una retención micromecánica y química, sin comprometer las propiedades del material, y que sean factibles para su uso rutinario en la práctica clínica.

A la luz de los resultados positivos hallados en algunos estudios (62,63) tras la aplicación de agentes químicos grabantes (*hot chemical etching solutions*) para producir microporosidades en la superficie de la circona, nace el producto “Zirconia Etchant Cloud System”. Consiste en el uso de una solución caliente de AF a baja concentración (9%) sobre la superficie del sustrato cerámico para generar un grabado ácido, capaz de producir un aumento de los valores de rugosidad superficial de la circona. (64) Además, ha demostrado aumentar los valores de resistencia al cizallamiento sin promover la transformación de fase de tetragonal a monoclinica. (48,63)

Al ser un producto de reciente introducción, no existe evidencia científica suficiente que apoye su uso para obtener una mejor adhesión, de manera que es fundamental llevar a cabo más estudios que evalúen esta nueva estrategia de acondicionamiento de superficie.

Antes de su aplicación clínica, es conveniente realizar pruebas de laboratorio que testen, en una primera instancia, la viabilidad o predictibilidad de los diferentes materiales y técnicas. Los resultados iniciales extraídos ayudarán a predecir acerca del

comportamiento *in vivo* esperado de las restauraciones tratadas con la técnica en cuestión.

Por ello, en el presente trabajo de investigación *in vitro* se pretende verificar el efecto principal de un sistema de pretratamiento de superficie experimental en la resistencia al cizallamiento de las muestras de circona monolítica.

Los objetivos planteados en este estudio son los siguientes:

Objetivo principal

- Evaluar la eficacia del tratamiento de superficie mediante un sistema disponible en el mercado basado en la técnica de grabado ácido en caliente, en términos de fuerza de adhesión entre la circona y el cemento de resina, en comparación con la técnica de abrasión por aire de partículas de aluminio.

Objetivo secundario

- Analizar la transformación de fase cristalográfica como consecuencia de los tratamientos de superficie empleados.

6. MATERIAL Y MÉTODOS

6.1. Confección de las probetas

A partir de 2 bloques cilíndricos (\varnothing 98.4 x h 14 mm) de óxido de circonio presinterizado, (VITA YZ HT Color A2, VITA Zahnfabrik, Bad Säckingen, Alemania), se fabricaron 32 piezas.

Antes de su inserción en la unidad de fresado (Dyamach AS1, Worldmec, Mussolente, Italia), se introdujo la información específica del diseño de acuerdo con la norma de la Organización Internacional Estándar (ISO) para cerámicas dentales (ISO 6872, 2008). El diseño del plano de las probetas fue realizado mediante el programa informático de diseño Rhinoceros 3D.

Las estructuras fueron fresadas con una magnificación del 20% para compensar con su contracción de sinterización. Tras el fresado, se separaron las estructuras del soporte del bloque de óxido de circonio con una turbina sin ejercer presión. Posteriormente, se colocaron en una bandeja de sinterización para ser introducidas en el horno VITA Zyrcomat 6100 MS (VITA Zahnfabrik, Bad Säckingen, Alemania) donde se realizaría la sinterización a 1.450°C durante 80 minutos, según las instrucciones del fabricante. Finalizado el proceso, se obtuvieron 60 muestras cilíndricas de circonio con las dimensiones finales 10 mm de diámetro y 3 mm de altura. Todo el proceso de confección de las muestras tuvo lugar en el laboratorio Ziacor (Pinto).

A continuación, las superficies de circonio fueron pulidas secuencialmente con discos de carburo de silicio de grano 600, 800 y 1200 con refrigeración en una plataforma de pulido manual (Minitex 250 SP1, PRESI, Francia) (Fig. 2. Pulidora con refrigeración. Fig. 2) durante 120 segundos a una velocidad de 150 rpm, para proveer superficies estándar.



Fig. 2. Pulidora con refrigeración.

6.2. Clasificación y numeración de las probetas

El tamaño de los discos fue comprobado con un calibre digital y aquellos que presentaban unas dimensiones de diámetro mayor que ± 0.2 mm fueron excluidos del estudio.

Las muestras se distribuyeron, de forma aleatoria, en dos grupos de 30 especímenes cada uno, y se llevó a cabo uno de los siguientes métodos de tratamiento de superficie:

- Grupo C (control): superficies de circona tratadas con chorreado de partículas de Al_2O_3 de un tamaño medio de $110 \mu\text{m}$ (Korox 110) a una distancia de 10 mm, perpendicular a la superficie y a una presión constante de 2 bares durante 10 segundos. Para garantizar una abrasión uniforme de la superficie, se siguió un movimiento en líneas de arriba a abajo y en el sentido de las agujas del reloj.
- Grupo HE (*hot etching*): superficies de circona tratadas con una solución química experimental en caliente (Fig. 3). Se aplicó AF al 9% (Ceramic Etchant 9, Medifive Co., Ltd., Incheon, Corea) a las superficies de las muestras de circona, y se colocaron en un contenedor cerrado de triple cierre (Safe Shell, Medifive Co., Ltd., Incheon, Corea) con un paquete generador de calor (Zir Etchant Cloud Pack, Medifive Co., Ltd., Incheon, Corea) durante 10 minutos. Para neutralizar los iones de flúor y las sustancias tóxicas emitidas de la parte superior del vaso cerrado, se utilizó un agente neutralizador de AF (HF Neutralizer, Medifive Co., Ltd., Incheon,

Corea). Tras el grabado, se pasa el contenedor bajo un chorro de agua por 30 segundos, se desmonta el contenedor de seguridad y se recoge la muestra.



Fig. 3. Tratamiento de superficie mediante grabado ácido en caliente: a) Aplicación de AF al 9% sobre la superficie de la muestra; b) Contenedor de triple cierre; c) Paquete generador de calor; d) Agente neutralizador de AF

Antes de aplicar el tratamiento de superficie correspondiente, las muestras se limpiaron ultrasónicamente (BioSonic® UC300 Ultrasonic Cleaning Systems, Coltene/Whaledent, Altstätten, Suiza) (Fig. 4) con etanol por 10 minutos.

Después de ser tratadas, las muestras se lavaron con agua durante 1 minuto y se limpiaron ultrasónicamente en un baño de agua desionizada durante 15 minutos y se secaron suavemente con aire.



Fig. 4. Ultrasonidos.

6.3. Análisis de la estructura cristalográfica

Se condujo la difracción de rayos X (DRX) para identificar las fases cristalográficas presentes y comprobar si habría una transformación de fase en la estructura de dos muestras de óxido de circonio de cada grupo (N=2 por grupo) tras el tratamiento de superficie correspondiente.

Para dicha caracterización se utilizó un difractómetro de polvo (Philips X'Pert MRD System, Almelo, Países Bajos) (Fig. 5). Se trata de un dispositivo que, fundamentalmente, se compone de una fuente de rayos X y un detector, entre los que se coloca la muestra. Cuando los rayos X atraviesan la muestra, estos son difractados en determinadas direcciones por las diversas capas atómicas o moleculares dentro de ese material y generan un patrón de difracción en forma de gráfico que es registrado por el detector. El gráfico brinda información sobre la distancia entre los planos atómicos dentro de esa muestra, que es característica de ese material, de manera que da a conocer su composición.

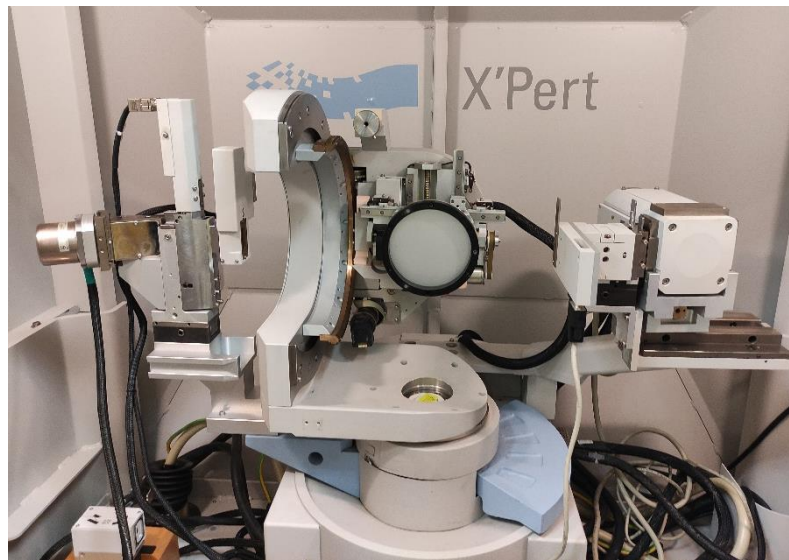


Fig. 5. Difractómetro de polvo para realizar la difracción de rayos X

Para el estudio del efecto de las superficies de las muestras de circonia tratadas tanto con abrasión con partículas de óxido de aluminio (grupo control) como las tratadas con la solución química en caliente (grupo experimental), se estableció un rango de entre 20° y

70° para la recogida de los datos de difracción, con un tamaño de paso de 0.04° y a una velocidad de escaneo de 3 segundos por paso.

Los patrones de picos y gráficos resultantes de las medidas fueron obtenidos mediante el software de análisis Highscore Plus (Almelo, Países Bajos).

6.4.Procedimiento de adhesión

Para el procedimiento de adhesión se empleó el sistema de cementación “Automix Multilink Hybrid Abutment Starter Kit” (Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein) para todas las muestras.

Siguiendo las instrucciones del fabricante se aplicó, en primer lugar, una delgada capa de un primer o agente de unión universal que combina tres grupos funcionales: silano, 10-MDP y sulfuro metacrilato (Monobond Plus, Ivoclar Vivadent), sobre la superficies tratadas, con el pincel que contiene el kit y se dejó actuar durante 60 segundos. En caso de haber excesos tras el tiempo de reacción estipulado, estos fueron secados con una jeringa de aire a presión.

En segundo lugar, se aplicó de cemento de resina (Automix Multilink Hybrid Abutment H0, Ivoclar Vivadent) mediante la jeringa de automezclado que suministra una proporción 1:1 de la base y el catalizador, extendiendo el producto sobre toda la superficie tratada de uno de los discos de circona preparados. La cantidad de cemento dispuesta en cada muestra fue estandarizada mediante el uso de una báscula digital. A continuación, se cogió otro disco de circona con pinzas diamantadas, del mismo grupo de estudio, y se emplazó su parte tratada sobre el disco provisto de cemento. Con el fin de ejercer una presión uniforme sobre cada probeta y obtener el mismo grosor de cemento en todas ellas, se colocó un bloque de vidrio de 300 gramos sobre las mismas durante 3 minutos. Se retiraron los excesos con un *microbrush* y se comprobó que la alineación de los discos era correcta. A los 7 minutos habría terminado el proceso de polimerización necesario para el cemento empleado.

Finalmente, la totalidad de los especímenes se almacenaron en agua destilada a 37 °C durante 24 horas en contenedores a prueba de polvo.

El procedimiento de adhesión fue realizado por el mismo operador en condiciones ambientales similares (temperatura de 18-24°C y humedad relativa del 50%).

6.5.Procedimiento de envejecimiento

A continuación, todas las probetas fueron sometidas a un proceso de envejecimiento hidrotérmico en la cámara climática presente en el laboratorio de ensayos de la Facultad de Odontología de la Universidad Complutense de Madrid (Fig. 6).

Para la realización del termociclado se colocaron las probetas en contenedores de polietileno de alta densidad, y se rellenaron con saliva artificial, fabricada a una temperatura de 37°C y a un pH de 7. Se programó la cámara climática para la realización de 5.000 ciclos, siguiendo la norma ISO 10477, con una temperatura mínima de 5°C y una máxima de 55°C, con un tiempo de permanencia de 20 segundos y un tiempo de descanso o de transferencia de un baño a otro, de 15 segundos.



Fig. 6. Máquina de termociclado.

6.6.Prueba de cizallamiento

Para ejecutar los ensayos de resistencia al cizallamiento con la Máquina Universal de Ensayo de tracción-compresión (MTS Systems, QTest/100 Elite Controller, Eden Prairie, Minnesota, EEUU) (Fig. 7a), se confeccionaron 2 bases de acero mecanizado macizo, diseñadas específicamente para el presente estudio, en el Taller Central de

Apoyo a la Investigación de la Facultad de Ciencias Físicas de la Universidad Complutense de Madrid (UCM).

Cada base se diseñó de manera que contenga una perforación de 9.99 mm de diámetro y 2 mm de profundidad, a 1,5 cm de un extremo de la base, para alojar una de las caras del complejo disco-disco de circonita, por su parte no adherida. La otra cara de dicho complejo se alojaría en la perforación de la otra base de acero.

Adicionalmente, se fabricaron otras 2 bases de acero mecanizado, pero sin perforaciones, que irían colocadas junto con las bases perforadas entre las mordazas de sujeción de la máquina. La función de estas bases sería dirigir axialmente de la fuerza en la interfase de la probeta. (Fig. 7b)

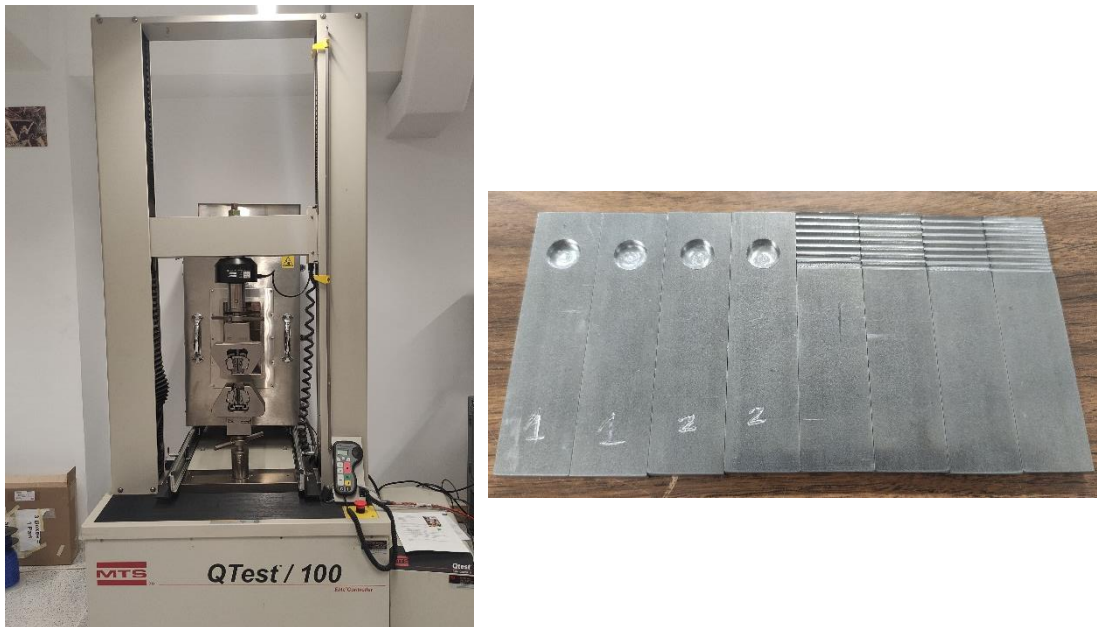


Fig. 7. a) Máquina de ensayo universal; b) Bases fabricadas para alojar el conjunto disco-disco adherido y colocarlas en la máquina de ensayo universal.

Una vez ensambladas todas las piezas entre ellas y acopladas a la plataforma de la máquina universal de ensayo como se refleja (Fig. 8a y 8b), se procedió a la realización de la prueba, a una velocidad de cruceta 1 mm/min, hasta que tuvo lugar el desprendimiento del cemento de resina entre las dos superficies de circonita. La célula de carga utilizada para este ensayo fue de 100 kN.

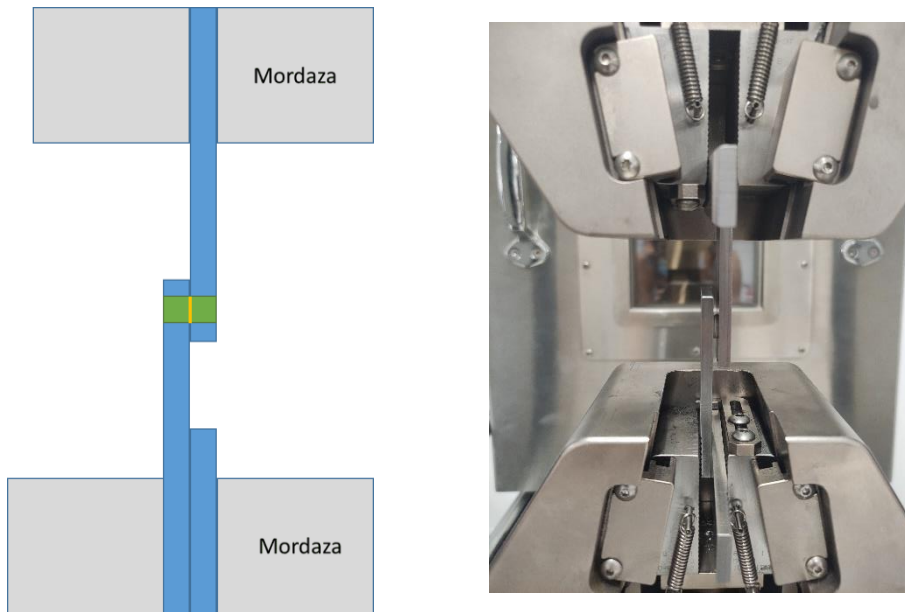


Fig. 8a) Esquema gráfico de la disposición de los especímenes adheridos para ser sometidos a fuerzas de cizallamiento; 8b) Imagen real de lo mismo.

Los valores de las cargas máximas requeridas para el despegue del cemento se registraron automáticamente en Newtons (N), a través de un software de registro de datos (TestWorks 4, MTS Systems, Eden Prairie, Minnesota, EEUU). Para obtener los resultados en megapascales (MPa: N/mm²), se calcularon las resistencias a la fuerza de cizallamiento en utilizando la siguiente fórmula:

$$\text{MPa} = \text{carga máxima en el momento de fallo (N)} / \text{área superficial de adhesión (mm}^2\text{)}$$

El área superficial de adhesión de la muestra se expresa como πr^2 , donde la r es el diámetro del área de adhesión de cada muestra dividido entre dos.

6.7. Tratamiento de los datos

Para llevar a cabo el análisis estadístico de los resultados del presente estudio *in vitro*, los datos obtenidos fueron, en primer lugar, archivados en una hoja de cálculo Microsoft® Excel 2000 (Microsoft Corp, Redmond, EEUU). Dicha hoja contenía las mediciones de la resistencia a la fuerza de cizalla de las 16 probetas, divididas en dos grupos según el tratamiento de superficie empleado previamente.

Los análisis estadísticos realizados fueron los siguientes:

- Estadística descriptiva de las variables del estudio.
- Estadística inferencial.

El ajuste a la normalidad de los datos fue comprobada mediante el Test de Shapiro-Wilk. Como la variable “resistencia a la fuerza de cizalla” sí cumplía los principios de normalidad en ambos grupos, se utilizó el test de la t de Student para coMParar los resultados entre los grupos.

El análisis estadístico de todas las variables se realizó con el programa informático SPSS 28.0.0.0 para Windows (SPSS Inc, Chicago, EEUU).

El nivel de significación se estableció para valores de p inferiores a 0,05.

7. RESULTADOS

Las variables planteadas para este estudio *in vitro* se presentan en la Tabla 1:

Variables	Tipo	Descripción	Categorías
Tipo de tratamiento de superficie	Independiente	Cualitativa nominal	Grupo C: abrasión por aire con partículas de aluminio Grupo HE: grabado químico en caliente
Resistencia a la fuerza de cizalla	Dependiente	Cuantitativa continua (Megapascales; MPa)	
Estructura cristalográfica	Dependiente	Cualitativa discreta (picos de fases cristalográficas)	

Tabla 1. Variables analizadas

7.1. Difracción de rayos X

Los resultados obtenidos mediante el análisis con la técnica de DRX se muestran en la Fig. 9.

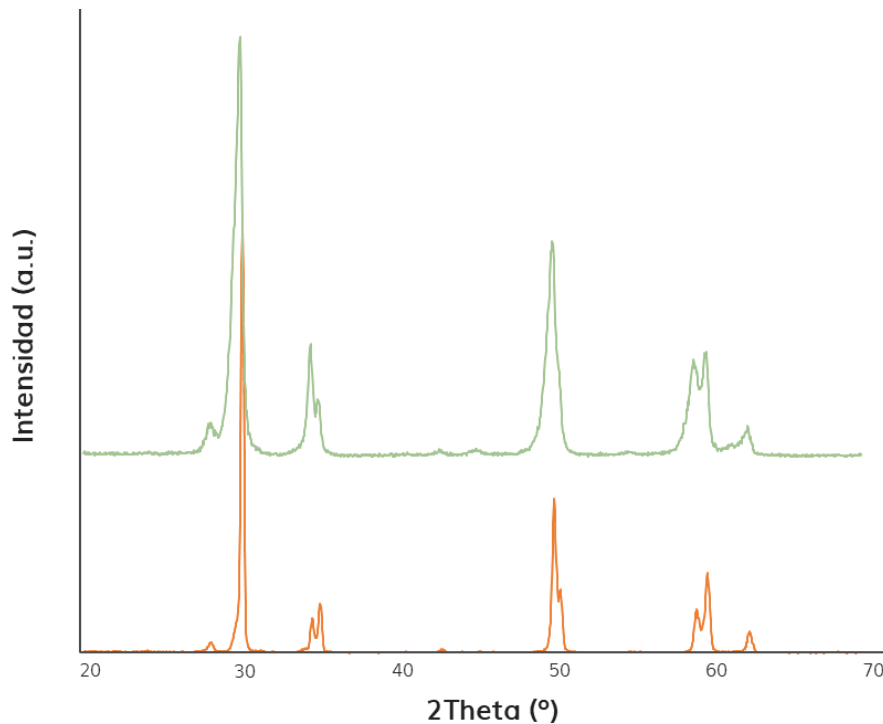


Fig. 9 Patrón de difracción del grupo C y del grupo HE.

Las superficies de ambos grupos revelaron los picos característicos de la fase monoclinica del dióxido de circonio en el ángulo $28,1^\circ$. Sin embargo, el pico representativo de la fase monoclinica tiene mayor presencia en el grupo C que en el grupo HE.

También se observaron picos típicos de la fase tetragonal de la circona en los ángulos $30,1^\circ$, 34° , 35° , 50° , 59° , 60° y 62° de ambos grupos de estudio.

7.2.Evaluación de la resistencia a la fuerza de cizalla

7.2.1. Análisis descriptivo

Los índices descriptivos de los datos para la resistencia al cizallamiento se recogen en la Tabla 2 y en la Fig. 10.

Grupos de estudio	N	Media (DE)	Mínimo	Máximo	Intervalo de confianza	
					Límite inferior	Límite superior
C (control)	8	10,98±5,48	2,96	17,30	6,39	15,57
HE (<i>hot etching</i>)	8	5,20±0,86	4,26	6,53	4,47	5,92

Tabla 2. Medias, desviaciones estándar (DE), valor máximo, valor mínimo e intervalo de confianza (95%) de los valores de resistencia al cizallamiento (MPa) de cada grupo de estudio.

De manera global, los valores medios de resistencia al cizallamiento obtenidos fueron superiores en el grupo C (10,98±5,48 MPa) comparado con los del grupo HE (5,20±0,86 MPa).

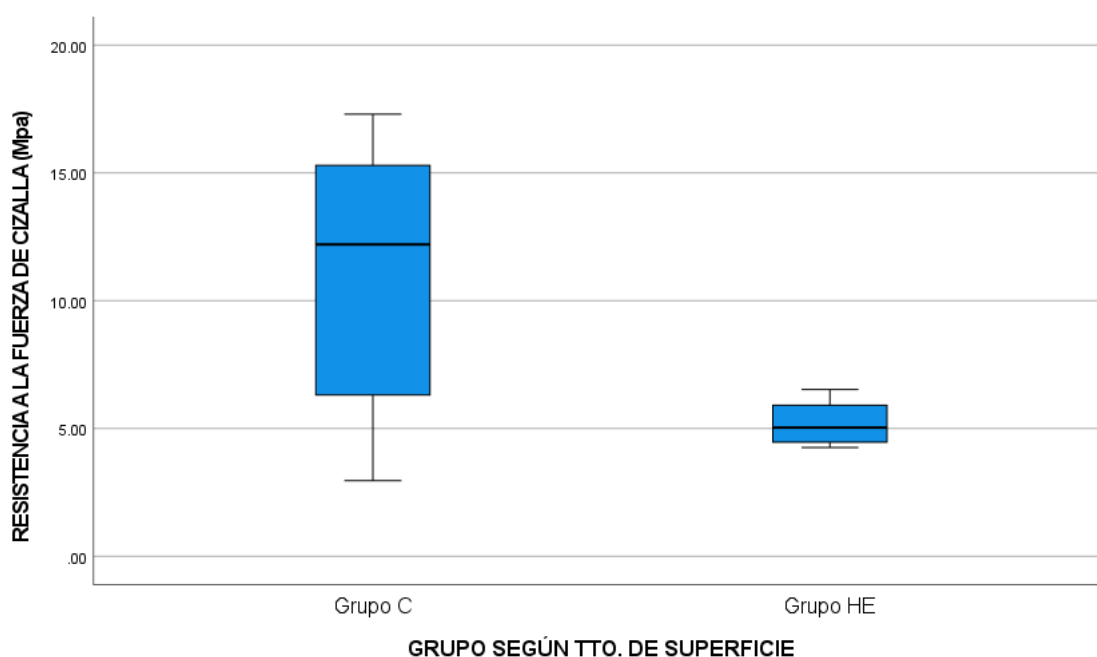


Fig. 10. Gráfica “box plots” de los valores de resistencia al cizallamiento del grupo C y HE.

7.2.2. Análisis inferencial

El análisis estadístico inferencial se realizó mediante la prueba de t de Student para muestras independientes, con el fin de comparar los resultados de ambos grupos examinados.

Primero se llevó a cabo el test de homogeneidad de varianzas Levene ($p < 0,001$), el cual obligó a no asumir la igualdad de varianzas. Posteriormente se aplicó la prueba de t de Student, que detectó una diferencia estadísticamente significativa ($p = 0,02$) entre los resultados de ambos grupos.

		Levene's Test for Equality of Variances		t-test for Equality of Means				95% Confidence Interval of the Difference			
		F	Sig.	t	df	One-Sided p	Two-Sided p	Mean Difference	Std. Error Difference	Lower	Upper
RESISTENCIA A LA FUERZA DE CIZALLA (Mpa)	Equal variances assumed	20.564	<.001	2.942	14	.005	.011	5.78125	1.96476	1.56725	9.99525
	Equal variances not assumed			2.942	7.350	.010	.020	5.78125	1.96476	1.17975	10.38275

Fig. 11. Prueba de t de Student

8. DISCUSIÓN

En la última década, el aumento del coste de las aleaciones de metales nobles junto con el aumento de la demanda estética han sido los detonantes para el reemplazo de metales por materiales cerámicos, especialmente la circona, para su uso en la rehabilitación oral.

Con el desarrollo de las cerámicas de alta resistencia, ahora es posible diseñar restauraciones de menor grosor que pueden sustentarse sobre preparaciones más conservadoras.

Paralelamente, los avances en las tecnologías adhesivas han contribuido al desplazamiento hacia una odontología menos invasiva, que recae cada vez menos sobre la retención macromecánica (dada por la forma geométrica de la preparación dental), y depende más bien de la retención química o adhesión propiamente dicha, para obtener éxito a largo plazo de los procedimientos realizados. Este continuo avance de técnicas destinadas a paliar la baja capacidad de adhesión de la circona debe ir acompañado de pruebas científicas *in vitro* que avalen su uso clínico.

Los elementos claves que contribuyen en aumentar la retención de un material a un determinado sustrato son el agente cementante y las características de la superficie a adherir.

Actuar mecánicamente sobre la superficie facilita la infiltración de los tags de *resina*, y es un procedimiento común a todas las cerámicas. En los sistemas cerámicos que contienen fase vítrea esto se consigue a través de un grabado químico, mientras que, en el caso de las cerámicas policristalinas como el óxido de circonio, se suele emplear, como alternativa, un flujo de partículas abrasivas contra la superficie para obtener el efecto buscado. La diferencia en la selección del método de tratamiento de la superficie según el tipo de cerámica se justifica clásicamente por la resistencia de la circona al AF utilizado para generar un patrón de grabado en las cerámicas con contenido vítreo.

Sin embargo, actualmente se establece que, cambiando la formulación y modo de aplicación del AF, dicho procedimiento es capaz de producir un aumento de los valores de rugosidad superficial de la circona a través un proceso de corrosión controlada. (64)

La tasa de grabado depende de la concentración del agente grabante, de la duración de inmersión en la solución y de su temperatura.

Algunos estudios publicados sobre el empleo de soluciones químicas para producir el grabado de las cerámicas circoniosas han utilizado concentraciones altas de AF (>10%),

durante un periodo de tiempo corto y a temperatura ambiente, sin obtener apenas efecto alguno. (65,66)

Por eso, se plantea que el calentamiento de dichas soluciones químicas podría mejorar los efectos del grabado y dar como resultado una mayor adhesión del cemento de resina a la circona. (67,68)

No obstante, aportar una elevada temperatura a una solución altamente concentrada de AF y durante un tiempo prolongado no se considera un procedimiento seguro para su uso en clínica. (62)

Además, se ha verificado que, si bien una mayor concentración de AF provoca mayor rugosidad superficial, esto ocasiona también una reducción en la resistencia a la flexión comparado con la exposición de la circona a una concentración de solución más baja. (69) La razón de este efecto adverso está en la posible transformación de fase, de la tetragonal a la monoclinica. La difracción de rayos X es útil para detectar dicha transformación. En el presente estudio ambos grupos de estudio sufrieron una transformación de fase, aunque hubo una mayor presencia de la fase monoclinica en el grupo C. Estos resultados son consistentes con los que ofrece el estudio de Kang y cols., (62) que adicionalmente demostró que, a pesar de que el calor húmedo aportado a las muestras acelerara el fenómeno DBT, dicha transformación no llegó a afectar a sus propiedades mecánicas.

Por tanto, partiendo de que concentraciones bajas (4-10%) de AF son las recomendables, se establece que la generación de cambios morfológicos en la superficie de la circona es posible si, o bien, se aumenta el tiempo de inmersión en la solución, o si bien, se incrementa su temperatura. (64)

Por ello, en el presente estudio se pretendió investigar la influencia del efecto de la aplicación de una solución de AF a baja concentración (9%), calentada hasta 100°C durante 10 minutos, en la fuerza de adhesión de la circona al cemento de resina.

Los resultados obtenidos demostraron que los valores de resistencia al cizallamiento son mayores en el grupo tratado con abrasión partículas de aluminio que los del grupo tratado mediante la solución química de AF, y que dicha diferencia es estadísticamente significativa. Por lo tanto, se debe rechazar la hipótesis nula de este estudio.

Estos resultados difieren con los derivados de Kang y cols. (62) en el que se aplicó el mismo producto comercial para llevar a cabo el grabado. En dicho estudio, se concluyó

que el grupo que recibió grabado ácido como tratamiento de superficie presentó significativamente mayor resistencia al cizallamiento que el grupo que fue chorreado. Esto puede deberse a múltiples causas. En primer lugar, los protocolos de chorreado no son coincidentes. El tamaño de partículas de Al₂O₃ utilizado en el estudio de Kang y cols. fue menor (50 µm) que en el estudio presente (110 µm). Las partículas más grandes empleadas en este trabajo de investigación podrían explicar, parcialmente, el mayor beneficio recibido en el grupo C en términos de fuerzas de adhesión, ya que la rugosidad superficial aumenta con el tamaño de partículas. (70,71)

Aun así, algunos autores han comprobado mediante sus estudios que la fuerza de adhesión no se ve afectada por la variación del tamaño de la partícula. (72)

En segundo lugar, ambos estudios hicieron uso de primers diferentes. El grupo de Kang y cols. empleó Z-Prime Plus (BISCO) y en el presente estudio se empleó Monobond Plus (Ivoclar Vivadent). Aunque ambos agentes contienen MDP y monómeros carboxilatos, la composición de Monobond Plus incluye, además, un monómero de silano (3-(trimetoxysilil)propil metacrilato o 3-MPS). Varios estudios informan que la combinación de silano y MDP aumenta la fuerza de unión entre la circona chorreada y el cemento de resina, al formarse cadenas químicas de siloxano que mejoran la humectabilidad y la energía superficial. (73–75) Por este motivo se seleccionó Monobond Plus en el presente estudio.

En tercer lugar, también debe hacerse una consideración especial en cuanto a la elección del cemento de resina. Existe una gran variación no sólo en las composiciones químicas de los cementos disponibles en el mercado, sino también con respecto a sus viscosidades y porcentajes de diferentes componentes, lo cual complica la identificación de los elementos concretos causantes de la diferencia entre la eficacia de unos cementos de resina y otros. (50)

Aunque la mayoría de los cementos de resina se han diseñado para adherir materiales dentales al tejido dentario, gracias al desarrollo actual de la implantología dental, las indicaciones de los agentes cementantes también se han extendido, por ejemplo, al cementado extraoral de coronas cerámicas a pilares y estructuras implantosoportadas de circonio o para adherir subestructuras de circonio a bases de titanio. Este tipo de combinaciones probablemente sea la tendencia en los años por venir, sobre todo en el

sector anterior, principalmente porque permite mejorar la estética en el área de transición entre el implante y corona.

Para este estudio, se ha hecho uso de un cemento de resina desarrollado para su uso en laboratorio, llamado Multilink Hybrid Abutment (Ivoclar-Vivadent), el cual ha adquirido altas fuerzas de adhesión, incluso tras un proceso de termociclado. (76–79)

Por otra parte, los valores de resistencia al cizallamiento de la mayoría de los estudios que evalúan la adhesión entre el óxido de circonio y el cemento de resina, (50) variaron, en general, de 0 a 47.1 MPa, mientras que en el presente estudio los valores absolutos fueron más bajos. Este aspecto puede estar relacionado con diversos elementos, aunque fundamentalmente, se puede atribuir a la diferencia de dimensiones de las muestras entre los estudios.

En el presente estudio, el área de adhesión era mucho mayor (~78,54 mm²) que el resto de los estudios publicados en la literatura hasta ahora (~4,5 mm²). La relación inversa entre las dimensiones de superficies de adhesión y los valores de resistencia al cizallamiento (80,81) explica las fuerzas de adhesión más pequeñas halladas en este estudio y matiza el hecho de que la interpretación de estos datos debe considerarse con cautela.

El grosor del cemento es otro factor que se ha de tener en cuenta a la hora de analizar las fuerzas de adhesión. Una capa gruesa de cemento podría mejorar la resistencia al estrés tensional durante la polimerización, pero el aumento excesivo del espesor de dicha capa podría considerarse un punto débil de la interfase. En el presente estudio, el grosor del cemento era mayor que el recomendado generalmente en una situación clínica real, de modo que este aspecto podría estar relacionado con las peores resistencias de cizallamiento halladas en ambos grupos de estudio.

Por otro lado, la evaluación de la durabilidad de la fuerza de adhesión entre el óxido de circonio y los materiales basados en resina requiere someter las muestras a un proceso de envejecimiento artificial. Se presentan varios métodos de envejecimiento como el termociclado, el almacenamiento en agua y la fatiga mecánica o carga cíclica. Basado en la literatura disponible, y para facilitar la comparación con el resto de publicaciones (82), en este estudio se empleó el termociclado para simular condiciones clínicas. Algunos estudios previos indican que 6000 ciclos de termociclado equivalen a 5 años de

uso clínico. Por lo tanto, los 5000 ciclos utilizados en el presente estudio equivalen a aproximadamente 4 años de funcionamiento clínico.

Otra de las consideraciones que se debe hacer es respecto a la configuración o el montaje de las probetas para realizar el experimento. En la mayoría de los estudios se evalúa la fuerza de adhesión entre un único sustrato de circonita y un bloque de cemento de resina, sin definir el otro sustrato al que iría adherido el cemento en una situación real. En cambio, en este estudio, se dispone el cemento de resina entre dos muestras de circonita, tratando de representar un escenario más realístico en el que se investiga la unión de dos superficies mediante un agente cementante.

Se han utilizado diferentes tipos de ensayos para cuantificar la fuerza de adhesión entre la circonita y el cemento. Conociendo que el ensayo óptimo es aquel que presenta la mayor concentración de estrés en la interfase adhesiva, los llamados “mini-ensayos” (ensayos donde el área de adhesión es igual o menor de 3 mm²), serían los más adecuados. (83) No obstante, el ensayo más comúnmente utilizado es el de resistencia al cizallamiento para áreas de adhesión es mayores de 3 mm², aunque la superficie de adhesión sea, en realidad, menor. Determinados autores argumentan que, a parte de su facilidad relativa de ejecución, este tipo de prueba es la recomendable porque se obtienen mayor número de fallos de descementación en la interfase adhesiva, que es la zona de interés, y que los fallos cohesivos resultantes del estrés de concentración sobre el sustrato son comunes a absolutamente todas las pruebas que evalúan la fuerza de adhesión. (84,85) Para una mayor estandarización de datos, en este estudio se aplicó la prueba de resistencia al cizallamiento.

Las diferencias en el protocolo de chorreado, tipo de primer, tipo y grosor del cemento de resina, dimensiones de las muestras, método y duración del proceso de envejecimiento artificial, montaje de las muestras y el tipo de ensayo elegido pueden justificar las discrepancias entre los distintos estudios. Asimismo, estas discordancias ponen de manifiesto la falta de estandarización de todos los aspectos previamente mencionados, que generan una gran heterogeneidad e imposibilitan la realización de comparaciones fiables de los resultados entre diferentes estudios. La metodología de este tipo de estudios debería obedecer unas normas internacionales predeterminadas que garanticen la homogeneidad y comparabilidad de los resultados obtenidos.

Como limitaciones de este estudio *in vitro*, se puede señalar que no se realizó un ensayo mecánico para valorar la integridad de las muestras de circonita tras los tratamientos de superficie. El llevar a cabo dicha prueba permitiría tener más información con respecto a la influencia de la mayor o menor presencia de la fase monoclinica en las propiedades mecánicas, según el tipo de tratamiento superficial aplicado.

También sería interesante aplicar técnicas avanzadas que pongan de manifiesto las características superficiales resultantes de cada método de tratamiento de superficie empleado (rugosidad, humectabilidad y porosidad), lo cual serviría para identificar con más certeza los factores involucrados en las mayores o menores fuerzas de adhesión.

La utilización de un único tipo de circonita, primer y cemento de resina también compromete la extrapolación de los datos obtenidos en el presente estudio.

Además, el sistema de grabado químico analizado como tratamiento de superficie en este estudio debería ser evaluado frente a otros métodos de tratamientos.

Finalmente, aumentar el tamaño de la muestra estudiada ofrecería unos resultados más fiables, y en última instancia, los resultados obtenidos en este estudio *in vitro* deberán ser corroborados mediante ensayos clínicos.

9. CONCLUSIONES

Con las limitaciones del presente estudio, se puede concluir lo siguiente:

1. El tratamiento de superficie basado en la técnica de abrasión por aire de partículas de aluminio parece más eficaz que la técnica de grabado ácido a baja concentración y en caliente, en términos de fuerza de adhesión entre el óxido de circonio y el cemento de resina.
2. Como consecuencia de la abrasión por aire de partículas de aluminio, se detectó una mayor presencialidad de la fase monoclinica en la estructura cristalina del óxido de circonio.

10. REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. Makhija SK, Lawson NC, Gilbert GH, Litaker MS, McClelland JA, Louis DR, et al. Dentist Material Selection for Single-Unit Crowns: Findings from The National Dental Practice-Based Research Network. *J Dent.* 2016 Dec;55:40–7.
2. Roberts HW, Berzins DW, Moore BK, Charlton DG. Metal-Ceramic Alloys in Dentistry: A Review. *Journal of Prosthodontics.* 2009;18(2):188–94.
3. Reitemeier B, Hänsel K, Kastner C, Walter MH. Metal-ceramic failure in noble metal crowns: 7-year results of a prospective clinical trial in private practices. *Int J Prosthodont.* 2006 Aug;19(4):397–9.
4. Zarone F, Russo S, Sorrentino R. From porcelain-fused-to-metal to zirconia: Clinical and experimental considerations. *Dental Materials.* 2011 Jan;27(1):83–96.
5. Denry I, Kelly JR. State of the art of zirconia for dental applications. *Dental Materials.* 2008 Mar 1;24(3):299–307.
6. Martínez Rus F, Pradíes Ramiro G, Suárez García MJ, Rivera Gómez B. Cerámicas dentales: clasificación y criterios de selección. *RCOE [Internet].* 2007 Dec;12(4).
7. Gracis S, Thompson V, Ferencz J, Silva N, Bonfante E. A New Classification System for All-Ceramic and Ceramic-like Restorative Materials. *Int J Prosthodont.* 2016 May;28(3):227–35.
8. Garvie RC, Hannink RH, Pascoe RT. Ceramic steel? *Nature.* 1975 Dec;258(5537):703–4.
9. Bhat R, Makan G, Harish P, Vaidya K, Bhojaraju N. Zirconia ceramics as a dental biomaterial – an overview. *undefined [Internet].* 2012
10. Venezia P, Torsello F, Cavalcanti R, D’Amato S. Retrospective analysis of 26 complete-arch implant-supported monolithic zirconia prostheses with feldspathic porcelain veneering limited to the facial surface. *J Prosthet Dent.* 2015 Oct;114(4):506–12.
11. Zarone F, Di Mauro MI, Ausiello P, Ruggiero G, Sorrentino R. Current status on lithium disilicate and zirconia: a narrative review. *BMC Oral Health.* 2019 Jul 4;19:134.
12. Kim MJ, Ahn JS, Kim JH, Kim HY, Kim WC. Effects of the sintering conditions of dental zirconia ceramics on the grain size and translucency. *J Adv Prosthodont.* 2013 May;5(2):161–6.
13. Li RWK, Chow TW, Matinlinna JP. Ceramic dental biomaterials and CAD/CAM technology: State of the art. *Journal of Prosthodontic Research.* 2014 Oct;58(4):208–16.
14. Miyazaki T, Nakamura T, Matsumura H, Ban S, Kobayashi T. Current status of zirconia restoration. *Journal of Prosthodontic Research.* 2013 Oct;57(4):236–61.
15. Ferrari M, Vichi A, Zarone F. Zirconia abutments and restorations: From laboratory to clinical investigations. *Dental Materials.* 2015 Mar 1;31(3):e63–76.

16. Al-Amleh B, Lyons K, Swain M. Clinical trials in zirconia: a systematic review. *Journal of Oral Rehabilitation*. 2010;37(8):641–52.
17. Wille S, Zumstrull P, Kaidas V, Jessen LK, Kern M. Low temperature degradation of single layers of multilayered zirconia in comparison to conventional unshaded zirconia: Phase transformation and flexural strength. *J Mech Behav Biomed Mater*. 2018 Jan 1;77:171–5.
18. Lugh V, Sergo V. Low temperature degradation -aging- of zirconia: A critical review of the relevant aspects in dentistry. *Dental Materials*. 2010 Aug;26(8):807–20.
19. Warreth A, Elkareimi Y. All-ceramic restorations: A review of the literature. *The Saudi Dental Journal*. 2020 Dec;32(8):365–72.
20. Peláez J, Cogolludo PG, Serrano B, Lozano JFL, Suárez MJ. A prospective evaluation of zirconia posterior fixed dental prostheses: Three-year clinical results. *The Journal of Prosthetic Dentistry*. 2012 Jun;107(6):373–9.
21. Pihlaja J, Nápänkangas R, Raustia A. Early complications and short-term failures of zirconia single crowns and partial fixed dental prostheses. *The Journal of Prosthetic Dentistry*. 2014 Oct;112(4):778–83.
22. Tsumita M, Kokubo Y, Ohkubo C, Sakurai S, Fukushima S. Clinical evaluation of posterior all-ceramic FPDs (Cercon): A prospective clinical pilot study. *Journal of Prosthodontic Research*. 2010 Apr 1;54(2):102–5.
23. NISTOR L, GRĂDINARU M, RÎCĂ R, MĂRĂȘESCU P, STAN M, MANOLEA H, et al. Zirconia Use in Dentistry - Manufacturing and Properties. *Curr Health Sci J*. 2019;45(1):28–35.
24. Benetti P, Kelly JR, Sanchez M, Della Bona A. Influence of thermal gradients on stress state of veneered restorations. *Dental Materials*. 2014 May;30(5):554–63.
25. Tezulas E, Yildiz C, Kucuk C, Kahramanoglu E. Current status of zirconia-based all-ceramic restorations fabricated by the digital veneering technique: a comprehensive review. *International Journal of Computerized Dentistry*. :14.
26. Beuer F, Stimmelmayer M, Gueth JF, Edelhoff D, Naumann M. In vitro performance of full-contour zirconia single crowns. *Dental Materials*. 2012 Apr 1;28(4):449–56.
27. Choi YS, Kim SH, Lee JB, Han JS, Yeo IS. In vitro evaluation of fracture strength of zirconia restoration veneered with various ceramic materials. *J Adv Prosthodont*. 2012 Aug;4(3):162–9.
28. Lin WS, Ercoli C, Feng C, Morton D. The Effect of Core Material, Veneering Porcelain, and Fabrication Technique on the Biaxial Flexural Strength and Weibull Analysis of Selected Dental Ceramics: *Journal of Prosthodontics*. 2012 Jul;21(5):353–62.

29. Kontonasaki E, Rigos AE, Iliá C, Istantosos T. Monolithic Zirconia: An Update to Current Knowledge. Optical Properties, Wear, and Clinical Performance. *Dentistry Journal*. 2019 Sep;7(3):90.
30. Tong H, Tanaka CB, Kaizer MR, Zhang Y. Characterization of three commercial Y-TZP ceramics produced for their high-translucency, high-strength and high-surface area. *Ceram Int*. 2016 Jan 1;42(1 Pt B):1077–85.
31. Muñoz EM, Longhini D, Antonio SG, Adabo GL. The effects of mechanical and hydrothermal aging on microstructure and biaxial flexural strength of an anterior and a posterior monolithic zirconia. *Journal of Dentistry*. 2017 Aug;63:94–102.
32. Scaminaci Russo D, Cinelli F, Sarti C, Giachetti L. Adhesion to Zirconia: A Systematic Review of Current Conditioning Methods and Bonding Materials. *Dent J (Basel)*. 2019 Aug 1;7(3):74.
33. Adhesion to Zirconia Used for Dental Restorations: A Systematic Review and Meta-Analysis. *The Journal of Adhesive Dentistry*. 2015 Feb 24;17(1):7–26.
34. Murillo-Gómez F, Palma-Dibb RG, De Goes MF. Effect of acid etching on tridimensional microstructure of etchable CAD/CAM materials. *Dental Materials*. 2018 Jun;34(6):944–55.
35. Inokoshi M, De Munck J, Minakuchi S, Van Meerbeek B. Meta-analysis of Bonding Effectiveness to Zirconia Ceramics. *J Dent Res*. 2014 Apr 1;93(4):329–34.
36. Akyil MS, Uzun IH, Bayindir F. Bond strength of resin cement to yttrium-stabilized tetragonal zirconia ceramic treated with air abrasion, silica coating, and laser irradiation. *Photomed Laser Surg*. 2010 Dec;28(6):801–8.
37. Erdem A, Akar GC, Erdem A, Kose T. Effects of different surface treatments on bond strength between resin cements and zirconia ceramics. *Oper Dent*. 2014 Jun;39(3):E118-127.
38. Ruyter EI, Vajeeston N, Knarvang T, Kvam K. A novel etching technique for surface treatment of zirconia ceramics to improve adhesion of resin-based luting cements. *Acta Biomater Odontol Scand*. 2017 Apr 14;3(1):36–46.
39. Hallmann L, Ulmer P, Wille S, Polonskyi O, Köbel S, Trottenberg T, et al. Effect of surface treatments on the properties and morphological change of dental zirconia. *The Journal of Prosthetic Dentistry*. 2016 Mar;115(3):341–9.
40. Altan B, Cinar S, Tuncelli B. Evaluation of shear bond strength of zirconia-based monolithic CAD-CAM materials to resin cement after different surface treatments. *Nigerian Journal of Clinical Practice*. 2019 Nov 1;22(11):1475.
41. Derand T, Molin M, Kvam K. Bond strength of composite luting cement to zirconia ceramic surfaces. *Dental Materials*. 2005 Dec;21(12):1158–62.
42. Usume A, Hamdemirci N, Koroglu BY, Simsek I, Parlar O, Sari T. Bond strength of resin cement to zirconia ceramic with different surface treatments. *Lasers Med Sci*. 2013 Jan;28(1):259–66.

43. Everson P, Addison O, Palin WM, Burke FJT. Improved bonding of zirconia substructures to resin using a “glaze-on” technique. *Journal of Dentistry*. 2012 Apr;40(4):347–51.
44. Aboushelib MN, Kleverlaan CJ, Feilzer AJ. Selective infiltration-etching technique for a strong and durable bond of resin cements to zirconia-based materials. *The Journal of Prosthetic Dentistry*. 2007 Nov;98(5):379–88.
45. Özcan M, Nijhuis H, Valandro LF. Effect of Various Surface Conditioning Methods on the Adhesion of Dual-cure Resin Cement with MDP Functional Monomer to Zirconia after Thermal Aging. *Dent Mater J*. 2008;27(1):99–104.
46. Nagaoka N, Yoshihara K, Feitosa VP, Tamada Y, Irie M, Yoshida Y, et al. Chemical interaction mechanism of 10-MDP with zirconia. *Sci Rep*. 2017 Apr;7(1):45563.
47. Bömicke W, Schürz A, Krisam J, Rammelsberg P, Rues S. Durability of Resin-Zirconia Bonds Produced Using Methods Available in Dental Practice. *J Adhes Dent*. 2016;18(1):17–27.
48. Yang L, Xie H, Meng H, Wu X, Chen Y, Zhang H, et al. Effects of Luting Cements and Surface Conditioning on Composite Bonding Performance to Zirconia. *J Adhes Dent*. 2018;20(6):549–58.
49. Evaluation of the shear bond strength of resin cement to Y-TZP ceramic after different surface treatments. [cited 2022 Jun 21]; Available from: <https://onlinelibrary.wiley.com/doi/10.1002/sca.21142>
50. Comino-Garayoa R, Peláez J, Tobar C, Rodríguez V, Suárez MJ. Adhesion to Zirconia: A Systematic Review of Surface Pretreatments and Resin Cements. *Materials (Basel)*. 2021 May 22;14(11):2751.
51. 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 Research International*. 2015;2015:1–6.
52. Kern M. Bonding to oxide ceramics—Laboratory testing versus clinical outcome. *Dental Materials*. 2015 Jan;31(1):8–14.
53. Zhao L, Jian YT, Wang XD, Zhao K. Bond strength of primer/cement systems to zirconia subjected to artificial aging. *The Journal of Prosthetic Dentistry*. 2016 Nov;116(5):790–6.
54. Yagawa S, Komine F, Fushiki R, Kubochi K, Kimura F, Matsumura H. Effect of priming agents on shear bond strengths of resin-based luting agents to a translucent zirconia material. *Journal of Prosthodontic Research*. 2018 Apr;62(2):204–9.
55. Liu X, Jiang X, Xu T, Zhao Q, Zhu S. Investigating the shear bond strength of five resin-based luting agents to zirconia ceramics. *J Oral Sci*. 2020;62(1):84–8.
56. Blatz MB, Alvarez M, Sawyer K, Brindis M. How to Bond Zirconia: The APC Concept. 2016;37(9):8.

57. Subaşı MG, Inan Ö. Influence of surface treatments and resin cement selection on bonding to zirconia. *Lasers Med Sci.* 2014 Jan;29(1):19–27.
58. Thammajaruk P, Blatz MB, Buranadham S, Guazzato M, Wang Y. Shear bond strength of composite cement to alumina-coated versus tribochemical silica-treated zirconia. *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials.* 2020 May 1;105:103710.
59. Jo EH, Huh YH, Ko KH, Park CJ, Cho LR. Effect of liners and primers on tensile bond strength between zirconia and resin-based luting agent. *J Adv Prosthodont.* 2018;10(5):374.
60. Kaimal A. Evaluation of Effect of Zirconia Surface Treatment, Using Plasma of Argon and Silane, on the Shear Bond Strength of Two Composite Resin Cements. *JCDR [Internet].* 2017
61. Wandscher V, Prochnow C, Rippe M, Dorneles L, Callegari G, Baldissara P, et al. Retentive Strength of Y-TZP Crowns: Comparison of Different Silica Coating Methods on the Intaglio Surfaces. *Operative Dentistry.* 2017 Sep 1;42(5):E121–33.
62. Kang YJ, Shin Y, Kim JH. Effect of Low-Concentration Hydrofluoric Acid Etching on Shear Bond Strength and Biaxial Flexural Strength after Thermocycling. *Materials.* 2020 Mar 20;13(6):1409.
63. Zhang Q, Yao C, Yuan C, Zhang H, Liu L, Zhang Y, et al. Evaluation of surface properties and shear bond strength of zirconia substructure after sandblasting and acid etching. *Mater Res Express.* 2020 Sep 1;7(9):095403.
64. Sriamporn T, Thamrongananskul N, Busabok C, Poolthong S, Uo M, Tagami J. Dental zirconia can be etched by hydrofluoric acid. *Dent Mater J.* 2014;33(1):79–85.
65. Komine F, Fushiki R, Koizuka M, Taguchi K, Kamio S, Matsumura H. Effect of surface treatment on bond strength between an indirect composite material and a zirconia framework. *J Oral Sci.* 2012;54(1):39–46.
66. Menezes FCH de, Borges GA, Valentino TA, Oliveira MAH de M, Turssi CP, Correr-Sobrinho L. Effect of surface treatment and storage on the bond strength of different ceramic systems. *Brazilian Journal of Oral Sciences.* 2009;8(3):119–23.
67. Liu D, Tsoi JKH, Matinlinna JP, Wong HM. Effects of some chemical surface modifications on resin zirconia adhesion. *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials.* 2015 Jun 1;46:23–30.
68. Harb O, Al-Zordk W, Özcan M, Sakrana AA. Influence of Hydrofluoric and Nitric Acid Pre-Treatment and Type of Adhesive Cement on Retention of Zirconia Crowns. *Materials (Basel).* 2021 Feb 18;14(4):960.
69. Xie H, Shen S, Qian M, Zhang F, Chen C, Tay FR. Effects of Acid Treatment on Dental Zirconia: An In Vitro Study. *PLOS ONE.* 2015 Aug 24;10(8):e0136263.

70. Özcan M, Melo RM, Souza ROA, Machado JPB, Felipe Valandro L, Bottino MA. Effect of air-particle abrasion protocols on the biaxial flexural strength, surface characteristics and phase transformation of zirconia after cyclic loading. *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials*. 2013 Apr;20:19–28.
71. Souza ROA, Valandro LF, Melo RM, Machado JPB, Bottino MA, Özcan M. Air-particle abrasion on zirconia ceramic using different protocols: Effects on biaxial flexural strength after cyclic loading, phase transformation and surface topography. *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials*. 2013 Oct;26:155–63.
72. 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 Mar 28;38(2):241–9.
73. Tanış MÇ, Akay C, Karakış D. Resin cementation of zirconia ceramics with different bonding agents. *Biotechnol Biotechnol Equip*. 2015 Mar 4;29(2):363–7.
74. Inokoshi M, Kameyama A, De Munck J, Minakuchi S, Van Meerbeek B. Durable bonding to mechanically and/or chemically pre-treated dental zirconia. *Journal of Dentistry*. 2013 Feb;41(2):170–9.
75. Steiner R, Heiss-Kisielewsky I, Schwarz V, Schnabl D, Dumfahrt H, Laimer J, et al. Zirconia Primers Improve the Shear Bond Strength of Dental Zirconia. *Journal of Prosthodontics*. 2020;29(1):62–8.
76. Lang R, Hiller KA, Kienböck L, Friedl K, Friedl KH. Influence of autoclave sterilization on bond strength between zirconia frameworks and Ti-base abutments using different resin cements. *The Journal of Prosthetic Dentistry*. 2022 Apr 1;127(4):617.e1-617.e6.
77. Pitta J, Burkhardt F, Mekki M, Fehmer V, Mojon P, Sailer I. Effect of airborne-particle abrasion of a titanium base abutment on the stability of the bonded interface and retention forces of crowns after artificial aging. *The Journal of Prosthetic Dentistry*. 2021 Aug 1;126(2):214–21.
78. Kemarly K, Arnason S, Parke A, Lien W, Vandewalle K. Effect of Various Surface Treatments on Ti-Base Coping Retention. *Operative Dentistry*. 2020 Jul 1;45(4):426–34.
79. Alkhadashi A, Güven M, Erol F, Yıldırım G. The Effect of Different Combinations of Surface Treatments and Bonding Agents on the Shear Bond Strength Between Titanium Alloy and Lithium Disilicate Glass-Ceramic. *Int J Periodontics Restorative Dent*. 2020 Mar;40(2):271–6.
80. El-Askary FMS, Nassif MSA, Andrade AM, Reis A, Loguercio AD. Effect of surface area and air-drying distance on shear bond strength of etch-and-rinse adhesive. *Braz oral res*. 2012 Jul 19;26(5):418–23.
81. Lopes GRS, Ramos NC, Grangeiro MTV, Matos JDM, Bottino MA, Özcan M, et al. Adhesion between zirconia and resin cement: A critical evaluation of testing methodologies. *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials*. 2021 Aug 1;120:104547.

82. Celik G, Ismatullaev A, Sari T, Usumez A. Comparison of the Effectiveness of Bonding Composite to Zirconia as a Repair Method. *Int J Appl Ceram Technol*. 2016 Mar;13(2):405–11.
83. Sirisha K, Rambabu T, Ravishankar Y, Ravikumar P. Validity of bond strength tests: A critical review-Part II. *J Conserv Dent*. 2014;17(5):420–6.
84. Braga RR, Meira JBC, Boaro LCC, Xavier TA. Adhesion to tooth structure: a critical review of 'macro' test methods. *Dent Mater*. 2010 Feb;26(2):e38-49.
85. Mosharraf R, Rismanchian M, Savabi O, Ashtiani AH. Influence of surface modification techniques on shear bond strength between different zirconia cores and veneering ceramics. *J Adv Prosthodont*. 2011;3(4):221.

11. ANEXOS

11.1. Protocolo de fabricación de saliva artificial



Universidad Complutense de Madrid
Facultad de Odontología
Laboratorios de investigación

NOMBRE DEL DOCUMENTO

SALIVA ARTIFICIAL

Para 1000 ml:

- $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (54) 0,906 gr
- $\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (30) 0,690 gr
- K Cl (8) 0,4 gr
- Na Cl (3) 0,4 gr
- $\text{Na}_2\text{S} \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ (nevera) 0,005 gr
- Urea (70) 1,0 gr

Preparación:

- Se disuelven todos los compuestos en 1000ml de agua
- Ajustar pH a 7,0.

11.2.Pruebas estadísticas

Tests de normalidad

	GRUPO SEGÚN TTO. DE SUPERFICIE	Kolmogorov-Smirnov ^a			Shapiro-Wilk		
		Statistic	df	Sig.	Statistic	df	Sig.
RESISTENCIA A LA FUERZA DE CIZALLA (MPa)	Grupo C	.239	8	.200	.900	8	.288
	Grupo HE	.177	8	.200*	.896	8	.268

*. This is a lower bound of the true significance.

a. Lilliefors Significance Correction