



Universidad Autónoma del Estado de México
Facultad de Enfermería y Obstetricia

Doctorado en Ciencias de la Salud
**Evaluación de la adhesión en zirconia de
prescripción odontológica: estudio *in vitro***

TESIS

Para Obtener el Grado de:

Doctora en Ciencias de la Salud

Presenta:

M. C. O. Blanca Irma Flores Ferreyra

Comité Tutorial:

Tutor Académico

Dr. Rogelio J. Scougall Vichis

Tutor Interno

Dr. Ulises Velázquez Enríquez

Tutor Externo

Dr. René García Contreras



Toluca, Estado de México, diciembre de 2018

VOTOS APROBATORIOS



Universidad Autónoma del Estado de México
Facultad de Enfermería y Obstetricia

Doctorado en Ciencias de la Salud

Fecha: 27 de agosto de 2018

DICTAMEN DE VOTOS APROBATORIOS TESIS

Los docentes que integran el **COMITÉ DE TUTORES** de la maestra: Blanca Irma Flores Ferreyra, egresada del programa del Doctorado en Ciencias de la Salud de la generación 2015B-2018A, quien realizó el trabajo de tesis titulado: "Evaluación de la adhesión en zirconia de prescripción odontológica: estudio *in vitro*", bajo la Tutoría Académica del Dr. Rogelio José Scougall Vilchis, ha sido dirigido, revisado y discutido, por lo que se ha considerado **DICTAMINARLO COMO APROBADO**, ya que reúne los requisitos que exige el Artículo 75 del Reglamento de Estudios Avanzados de la Universidad Autónoma del Estado de México.

ATENTAMENTE
PATRIA, CIENCIA Y TRABAJO

"2018, Año del 190 Aniversario de la Universidad Autónoma del Estado de México"

Dr. en O. Rogelio J. Scougall Vilchis
Tutor Académico

Dr. en C. S. Ulises Velázquez Enríquez
Tutor Interno

Dr. en C. S. René García Contreras
Tutor Externo

Paseo Toluca s/n esq. Jesús Caranza
col. Moderna de la Cruz, C.P. 50180
Toluca, Estado de México
Tel. (722) 2706270 / 2702357
feyo@uaemex.mx





Universidad Autónoma del Estado de México
Facultad de Enfermería y Obstetricia
Coordinación del Doctorado en Ciencias de la Salud

ACTA DE VOTOS APROBATORIOS DE TESIS


Fecha: 27 de agosto 2018

Nombre del Alumno (a): Blanca Irma Flores Ferreyra
Título de la tesis: "Evaluación de la adhesión en zirconia de prescripción odontológica: estudio in vitro"

	Nombre	Dictamen (Aprobado o Rechazado)	Observaciones
Tutor Académico	Dr. en O. Rogelio José Scougall Vilchis	<u>APROBADO</u>	
Turno Interno	Dr. C. S. Ulises Velázquez Enriquez	<u>Aprobado</u>	
Tutor Externo	Dr. C. S. René García Contreras	<u>Aprobado</u>	


Dr. en O. Rogelio José Scougall Vilchis
TUTOR ACADÉMICO


Dr. en C. S. Ulises Velázquez Enriquez
TUTOR INTERNO


Dr. en C. S. René García Contreras
TUTOR EXTERNO



Paseo Tallocañi s/n esq. Jesús Carranza
col. Moderna de la Cruz. C.P. 50180
Toluca, Estado de México
Tel. (722) 2706270 / 2702357
feyo@uaemex.mx

Agradecimientos

Agradezco a DIOS por el milagro de la vida, del cual me permite ser participe día a día.

Agradezco profunda y sinceramente a todos mis familiares, amigos y colegas que me apoyaron y acompañaron en este viaje de investigación. Sin su soporte intelectual, emocional y afectivo, no habría sido posible lograr este proyecto.

Agradezco profundamente al excelente grupo de Profesores Investigadores que forman parte de mi comité tutorial, por su trabajo, por su guía, por su tiempo, dedicación, compromiso y sencillez para compartir su experiencia y conocimiento y así lograr la conclusión de este proyecto de investigación.

Agradezco con todo mi corazón a mi compañero de viaje por seguir aquí.

Dedicatoria

No es grande el que siempre triunfa, sino el que jamás se desalienta

— *José Luis Martín Descalzo*

*Con todo mi amor a mis ángeles en la tierra...
Gracias por su paciencia y por ser mis maestros de vida,*

José María

Juan Pablo

y Emiliano

ÍNDICE

	Pág.
Introducción	1
1. Antecedentes	3
2. Planteamiento del problema	12
3. Justificación	13
4. Hipótesis	14
5. Objetivos: general y específicos	15
6. Diseño metodológico	17
6.1. Diseño del estudio	17
6.2. Universo y Muestra	18
6.3. Procedimientos	19
6.4. Criterios de inclusión	26
6.5. Criterios de exclusión	26
6.6. Instrumentos	26
6.7. Recolección de datos	28
6.8. Análisis de datos	29
6.9. Aspectos éticos	29
7. Resultados	30
7.1. Capítulo de libro aceptado	30
7.1.1. Título del capítulo de libro aceptado	30
7.1.2. Página frontal del capítulo de libro	30
7.1.3. Carta de aceptación	32
7.1.4. Resumen	33
7.1.5. Apartados del capítulo	34
Introducción	34
Metodología	37
Resultados	39
Discusión de resultados	40
Conclusiones	44

Referencias	45
7.2. Artículo aceptado	55
7.2.1 Título del artículo aceptado	55
7.2.2. Página frontal del artículo aceptado	55
7.2.3. Carta de aceptación del artículo	56
7.2.4. Resumen/Abstract	57
7.2.5 Apartados del artículo	59
Introducción	59
Metodología	60
Resultados	64
Discusión de resultados	65
Conclusiones	70
Referencias	71
8. Resultados adicionales	79
9. Discusión general	80
10. Conclusiones generales	88
11 Biblioherografía	89
12. Anexos	98

Introducción

La zirconia es una cerámica que ha sido ampliamente utilizada como biomaterial en distintas áreas de la medicina, su uso inicial fue para reparar y reconstruir partes enfermas del sistema musculo esquelético, posteriormente se introdujo a la odontología como biomaterial de recubrimiento para implantes dentales, y su uso fue alentado por el incremento de respuestas de hipersensibilidad de algunos metales. Las propiedades que despertaron el interés en su uso como biomaterial de restauración cerámica en odontología fueron sus propiedades mecánicas que al ser comparadas con las cerámicas de uso convencional a base de sílice, cerámicas prensadas de disilicato de litio y las compuestas de alúmina mostró tener mejores propiedades, lo cual le permitió ser utilizada en prótesis parciales libres de metal en el segmento anterior y posterior, lo que hasta ese momento no había sido posible con los materiales antes mencionados, que por sus propiedades, su aplicación en dientes posteriores se limita a restauraciones individuales. El aumento de la demanda estética por parte de los pacientes exige el uso de materiales con propiedades en color, forma, textura, translucidez y características generales similares a las de los órganos dentarios, además de un alto grado de funcionalidad en las condiciones de la cavidad bucal. El uso de restauraciones totalmente libres de metal permiten tratamientos altamente estéticos y su uso es posible gracias a los sistemas de adhesión modernos que permiten la unión química en el complejo diente-resina-cerámica. La adhesión confiere un sellado adecuado prolongando la vida de la restauración, aumenta la resistencia mecánica, permite la unión química de la restauración cuando no existe una adecuada retención por fricción, aumenta la estética, previene la microfiltración y la caries secundaria. La zirconia es una cerámica que posee las características mecánicas, estéticas y de biocompatibilidad deseables en un material de restauración, sin embargo su naturaleza inerte le confiere la limitante de no poderse adherir

Adhesión en zirconia

adecuadamente a los cementos de resina. Por lo tanto los estudios acerca del desempeño clínico de la zirconia se encuentran actualmente encaminados hacia la mejora de los sistemas adhesión a través de la modificación de monómeros, modificación de la morfología, rugosidad, reactividad de la superficie de zirconia y la modificación a través del recubrimiento con materiales que promuevan la unión química, física y mecánica de la zirconia con los materiales a base de resina.

En este trabajo de investigación se han propuesto tres técnicas de tratamiento de la superficie previo al proceso de adhesión. Se estudiaron las variables de morfología, rugosidad, resistencia al descementado y la citotoxicidad como efecto de las técnicas utilizadas.

1. Antecedentes

La odontología contemporánea tiene como objetivo la prevención y la restauración conservadora; la cual está encaminada a devolver la función y la armonía que ha sido perdida dentro de la cavidad bucal a causa de las principales enfermedades que deterioran los órganos dentarios como son la caries y enfermedad periodontal o por traumatismos e incluso por defectos en el desarrollo de los órganos dentarios.^{1,2} Con el aumento de la demanda estética las restauraciones totalmente cerámicas constituyen una parte importante de la práctica dental contemporánea, su uso es posible, gracias a la introducción de materiales y técnicas mejoradas de los sistemas de adhesión y a la constante innovación de biomateriales restaurativos estéticos, funcionales y biocompatibles. Para lograr lo anterior, se han utilizado diversas composiciones de cerámicas, buscando aquella que proporcione características ideales para la restauración de la cavidad bucal.^{3,4}

1.1. Cerámicas

Las cerámicas dentales son compuestos inorgánicos no metálicos, unidos por enlaces metálicos, covalentes e iónicos. Con base a la microestructura es posible distinguir dos grandes familias de cerámicas dentales con propiedades diferentes: las cerámicas de silicato y las policristalinas u oxidocerámicas.⁵ La porcelana es considerada como el más alto nivel de producción cerámica; es un material parcialmente vidrioso, su resistencia a la fractura es de 1.0 MPa m^{1/2} y su resistencia a la flexión es de 100 MPa, es sensible a la manipulación. Como respuesta a la demanda de una cerámica más fácil de manipular surgen las cerámicas para vaciar y prensar, disponibles para restauraciones de una sola unidad estética. En adición existen los bloques de cerámica reforzada para usarse con tecnología de diseño asistido por computadora/ manufactura

asistida por computadora (CAD/CAM) por sus siglas en inglés, con resistencia a la fractura de 1.5 a 3.0 MPa m^{1/2} y su indicación sigue siendo para una sola unidad. Para mejorar las propiedades surgen las cerámicas infiltradas con vidrio, son cerámicas porosas y posteriormente se infiltran con vidrio, su resistencia es de 3 a 5 MPa m^{1/2} y su uso en prótesis parciales ha presentado un pronóstico poco satisfactorio. Finalmente, se encuentran disponibles las cerámicas industriales policristalinas como son las de óxido de alúmina (Al₂O₂), óxido de zirconio (ZrO₂) y alúmina-zirconia, para tecnología CAD/CAM. En este grupo se encuentra la cerámica de zirconia con resistencia a la fractura de 5 a 10 MPa m^{1/2} y resistencia a la flexión de 900-1400 MPa.^{6,7}

1.1.1. Zirconia

La zirconia es una cerámica, que se obtiene del elemento zirconio (Zr), el cual es un metal relativamente común en la naturaleza, con número atómico 40 y peso atómico 92.1, debido a su elevado estado de oxidación, el material se comporta como cerámica y no como metal, es decir una oxidocerámica, que es una sustancia inorgánica no metálica con estructura policristalina de granos finos. El silicato de zirconio (ZrSiO₄) es el mineral de zirconio aprovechado comercialmente como gema, se utiliza como materia prima natural en la realización de cerámicas para estructuras de óxido de zirconio. El término óxido de zirconio es erróneamente utilizado para indicar la cerámica técnica a base de óxidos de zirconio. El bióxido de zirconio estabilizado en forma tetragonal es la cerámica técnica y está disponible como zirconia tetragonal policristalina parcialmente estabilizada con itrio (Y-TZP) por sus siglas en inglés. Como se indica en el nombre, está estabilizada a través del agregado de 3% de óxido de itrio (Y₂O₃) existen las variantes de estabilizado a través del agregado de óxido de magnesio u óxido

de calcio (MgO, CaO) y más recientemente se encuentra disponible la Ce-TZP, la cual introduce aproximadamente el 33% de óxido de cerio (CeO₂) sobre matriz de alúmina. Siendo la Y-TZP la más difundida y experimentada en odontología.⁸

El retículo cristalino de la zirconia se caracteriza por polimorfismo, y se presenta en tres formas cristalográficas, monoclinal, tetragonal y cúbica que se transforman a diferentes temperaturas y son reversibles, a temperatura ambiente el mineral está en fase monoclinal estable (*m*); al aumentar la temperatura el retículo se convierte, inicialmente a tetragonal (*t*) en un campo de temperatura cercano a 1173°C, posteriormente a cúbico (*c*) en un campo de temperatura próximo a los 2370°C, la fusión se produce entre 2690 a 2720°C, las transformaciones son reversibles e implican una expansión a partir del retículo, de *c* a *t* aproximadamente un 2.5%, de *t* a *m* en un 3 a 4%, esta expansión genera estrés en la zirconia pura, que una vez sinterizada a temperaturas de 1500 a 1700 °C, se fractura en pedazos a temperatura ambiente.⁹ La adición de óxidos estabilizadores ha hecho posible obtener cerámicas a temperatura ambiente en fase tetragonal.¹⁰ Por lo tanto es una cerámica con propiedades alotrópicas por tener tres fases cristalinas, transformación martensítica presentando transformación por calor, estímulo mecánico, químico o espontáneo de su fase tetragonal a monoclinica, dando como resultado el aumento de su dureza mecanismo similar a las aleaciones ferrosas y fases metaestables, las cuales le confieren la propiedad de transformación de precipitados de una estructura tetragonal a estructura monoclinica en presencia de una fractura, el cual es un proceso de absorción de energía lo que resulta en un material más duro y resistente.^{10,11}

El interés de utilizarla como biomaterial surgió con base en su estabilidad química y dimensional, resistencia mecánica, su dureza y su desgaste reducido.⁹ El interés en odontología para su uso, depende de numerosos factores: las propiedades mecánicas que permiten espesores

menores de estructuras y conectores, resistencia a la corrosión y biocompatibilidad,^{12,13} reducida conductividad térmica respecto a la alúmina,¹⁴ que disminuye la sensibilidad y riesgos de irritación pulpar, ausencia de fenómenos alérgicos comparado con aleaciones metálicas para prótesis metal porcelana,¹⁵ la adhesión reducida de las bacterias patógenas con respecto al titanio^{16,17} las potencialidades estéticas y la radiopacidad similar al de las aleaciones metálicas.¹⁸

1.1.2. Aplicaciones de la zirconia en odontología.

La zirconia se ha utilizado exitosamente en restauraciones indirectas adheridas, en segmentos anteriores y posteriores,^{19,20} de manera individual o parcial,²¹ esto ha sido posible gracias a sus excelentes propiedades mecánicas como resistencia a la fractura y propiedades estéticas.^{22,23} También ha sido utilizada para restaurar dientes tratados endodónticamente y estudios sugieren que un endoposte de zirconia con una adecuada adhesión puede ser potencialmente usado para restaurar este tipo de dientes.^{24,25} En implantología la zirconia ha demostrado ser inerte, biocompatible, su dureza y tenacidad puede explicarse por su mecanismo de endurecimiento. La prevención de la propagación de la grieta es de crítica importancia en situaciones de masticación y parafunción, ésta combinación de propiedades mecánicas favorables hace de la zirconia un material único y estable para su uso en implantes.²⁶

1.2. Adhesión y Adhesivos

La adhesión y los adhesivos juegan importantes roles en la odontología clínica moderna. Las investigaciones actuales cubren diversas facetas del proceso de adhesión, incluyendo el tratamiento de superficie, la formulación de los adhesivos, la durabilidad de las estructuras adhesivas y los efectos clínicos de estos agentes.²⁴ Existen varios factores que han llevado al uso de la restauración adhesiva: investigación y desarrollo de la fabricación de materiales de

restauración estética basados en polímeros y cerámicas; incremento de la demanda estética por parte de los pacientes, dando como resultado la cosmética dental como una rama de la odontología; denticiones más longevas y finalmente el avance en el entendimiento del proceso de adhesión ha permitido a la comunidad científica el desarrollo de agentes confiables y de larga duración.²⁷

El primer paso crítico en el desarrollo de la odontología estética ocurrió en 1955, cuando Bounocore reportó el proceso de grabado ácido sobre el esmalte, con ácido fosfórico al 37% dando origen a una superficie irregular y los polímeros fueron capaces de fluir dentro de ellas, una vez que endurecieron hubo un efecto de anclaje firme con una resistencia al descementado de 20-25 MPa²⁸

1.2.1. Conceptos básicos de adhesión

Los elementos y conceptos necesarios para entender la adhesión son el *adhesivo*, la *adherencia*, el *adherente* y el concepto mismo de *adhesión*. Un *adhesivo* puede ser definido como un material capaz de mantener unidas a dos superficies de materiales de distinta naturaleza, la *adherencia* es un estado en el cual dos superficies son mantenidas juntas por fuerzas interfaciales, el *adherente* o *sustrato* es el cuerpo que será unido a otro cuerpo por medio de un adhesivo. *Adhesión* es el estado en el cual dos superficies son mantenidas juntas por fuerzas químicas, físicas o ambas con la ayuda de un adhesivo; es la atracción entre adherentes como resultado de fuerzas intermoleculares que se establecen entre ellos.²⁹ Las fuerzas intermoleculares que existen en la adhesión son principalmente fuerzas de Van der Waals que es un enlace de la atracción bipolar por tanto, se crea un dipolo fluctuante que atraerá dipolos similares. Éste concepto es diferente al de cohesión, el cual involucra fuerzas intermoleculares

dentro de un mismo material y pueden ser enlaces iónicos que son el resultado de la atracción mutua de cargas positivas y negativas cuya transferencia de electrones da como resultado un compuesto estable; covalentes; en el que los átomos comparten dos electrones de valencia y los enlaces metálicos en el cual los átomos pueden donar fácilmente electrones de su capa externa y permanecen de manera libre, dando lugar a la formación de iones positivos que pueden ser neutralizados al adquirir nuevos electrones de los átomos adyacentes.²⁷

1.2.2 Zirconia como adherente

La adhesión de la zirconia, representa un reto para el clínico debido a su naturaleza inerte, que disminuye el potencial para adherirse porque presenta una superficie no polar, como consecuencia es difícil que se desarrollen enlaces químicos con la zirconia, por lo que morfología y rugosidad del adherente son variables de especial interés para la adhesión de la zirconia.^{30,31}

1.2.3. Adhesivo 10-MDP

El monómero de fosfato biácido metacriloiloxidecilo-10, (10-MDP) por sus siglas en inglés es un monómero bifuncional que crea una superficie de zirconia reactiva que facilita la adhesión química a la resina debido a que cuenta con una extremo funcional de ácido fosfórico que promueve la adhesión a la zirconia y un extremo hidrofóbico de etileno que facilita el entrecruzamiento con los carbonos insaturados de la matriz orgánica de la resina.³²

1.3. Adhesión de zirconia en odontología

Diversos estudios *in vitro* han sido realizados para evaluar la adhesión de la interface resina-zirconia con diferentes tratamientos de superficie mecánicos y químicos, protocolos de

preparación y almacenamiento de las muestras, así como del tipo de prueba para medir la resistencia al descementado.^{24,30,33-35}

Dentro de los tratamientos mecánicos, el arenado con partículas de óxido de aluminio ha ocupado el interés de los investigadores debido a que ha demostrado ser eficaz para la modificación de la rugosidad de la superficie, por lo que se han realizado estudios que comparan la granulometría buscando diferencias significativas entre dos o más tamaños de partículas, sin embargo se ha encontrado que a pesar de ser un procedimiento importante para la adhesión de la zirconia no es el único factor que influye en la mejora de la adhesión de la zirconia por sí misma. Jane Ho *et al.*,³⁶ encontraron diferencia con respecto al ángulo de aplicación del arenado, sin encontrar diferencia entre distancia de arenado, sugiriendo que el arenado con una angulación entre 75° y 90° grados mostró ser el más eficiente, y que la distancia podría estar en un rango de 5 a 15 mm, durante 15 seg/1.0cm². Con respecto a la eficacia dependiente de la granulometría de la partícula, algunos autores reportan que no se han encontrado diferencias significativas.^{37,38}

Otra de las técnicas que ha sido sometida a constante investigación es el arenado con óxido de aluminio recubierto con sílice, el cual ha mostrado buenos resultados al complementarse con el uso de silano,³⁹ sin embargo ésta técnica es sensible a la manipulación, ya que al ser sometida a limpieza ultrasónica disminuye la eficacia de adhesión debido a que las partículas recubiertas de sílice se pierden en el proceso.⁴⁰ Técnicas más sofisticadas y complejas han mostrado resultados limitados, una de ellas es el recubrimiento de la superficie por medio de nitruro de silicio a través de hidrólisis, que a pesar de lograr unirse de forma química a la superficie tratada, al compararse con arenado de partículas óxido de aluminio recubiertas con sílice éste último ha mostrado ser más eficaz.³⁹ Murthy *et al.*,³⁵ reportan que el láser de bióxido de carbono, mostró

ser efectivo para incrementar la resistencia al descementado, sin embargo se trata de equipos más sofisticados que no son de uso generalizado en los consultorios de práctica clínica.

Respecto a técnicas de tratamiento químico de la superficie ha sido propuesto el uso de soluciones ácidas, entre éstas se encuentra el acondicionamiento de la superficie con ácido fluorhídrico (FH) a altas concentraciones⁴¹ 40 y 48% y esta última a una temperatura de 100°C durante 25 minutos alcanzando valores de 9.7 MPa, después de 20,000 ciclos de tratamiento térmico.⁴²

Kern y Wegner,⁴³ evaluaron *in vitro* los métodos disponibles para adherir cerámica de alúmina, sobre zirconia (Y-PSZ) y midieron la resistencia a la tensión y su durabilidad, encontrando que las resinas que contenían el monómero fosfato biácido metacrilóiloxidecilo-10, mostraron ser eficaces para la adhesión de zirconia. A partir de ese momento, varios autores han reportado la efectividad de dicho monómero para la adhesión de zirconia.⁴⁴ Actualmente algunos estudios han mostrado evidencia de que existe unión química entre 10-MDP y zirconia. Chen *et al.*,⁴⁵ observaron el cambio químico de la superficie de zirconio a través de espectroscopia de masas de iones secundarios de tiempo de vuelo (TOF-SIMS) por sus siglas en inglés, después de acondicionar con diferentes imprimadores y pudo detectar fragmentaciones con masas de 549 y 411, indicando la existencia de grupos de monómero de fosfato (P)-O-Zr lo cual indica que hubo formación de uniones químicas entre la zirconia y el monómero de fosfato. Más recientemente Xie *et al.*,⁴⁶ explica el mecanismo de acoplamiento químico entre el monómero de fosfato y la zirconia a través de un modelo computacional en donde determinaron que la unión química sucede de manera espontánea y puede tener una simple o doble configuración. Respecto a la resistencia al descementado concluyeron que la aplicación del monómero bajo condiciones alcalinas muestra la más alta resistencia al comparar entre grupos de pH neutro y ácido.

Adhesión en zirconia

En cuanto al tratamiento alcalino de la superficie de zirconia algunos investigadores no han encontrado diferencia significativa al utilizar una solución de hidróxido de sodio 0.5 M, aplicada durante 60 segundos y posteriormente lavada con agua destilada durante 20 segundos.⁴⁷

El papel del pH en el proceso de adhesión de resinas es un factor que ha sido poco investigado por lo tanto existe poca literatura al respecto. En este estudio se proponen tres técnicas de tratamiento de la superficie de zirconia en el que se combina el tratamiento mecánico con el uso de una sustancia ácida y una alcalina.

2. PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA

La zirconia es un biomaterial con propiedades físicas y mecánicas que lo convierten en un material ideal para la restauración y reemplazo de órganos dentarios; sin embargo, su misma naturaleza le confiere una limitación, sus características superficiales dificultan la adhesión a cementos de resina, disminuyendo las ventajas clínicas que ofrece la adhesión.

La literatura reporta que el uso de técnicas químicas, mecánicas o combinadas de tratamiento de la superficie de la zirconia, favorecen la adhesión entre zirconia-resina.^{25,44} Sin embargo, algunas de ellas, requieren de técnicas muy especializadas,^{39,46} la modificación de la composición comercial de los adhesivos.²⁴ Múltiples estudios se han realizado en relación a la adhesión de zirconia en odontología, algunas técnicas ofrecen mayor éxito que otras, sin embargo estudios en retención macro-mecánica y química-mecánica se continúan realizando, los cuales son necesarios para mejorar el uso de zirconia en odontología.⁴⁴

Se requiere de un protocolo de adhesión de zirconia que sea sustentable en la práctica dental aplicable a las indicaciones de zirconia en odontología.

La pregunta que se pretende responder es la siguiente:

¿Cuál es la técnica de tratamiento de la superficie utilizada en este estudio que nos proporciona la mejor resistencia a descementado?

3. Justificación

Para la Odontología adhesiva de restauraciones permanentes, el éxito depende de la retención, prevención de microfiltración, e incremento de la resistencia a la fractura y fatiga de la restauración.⁴⁸ Estas propiedades son necesarias para el éxito de un tratamiento odontológico, ya sea para la colocación de brackets en ortodoncia, restauraciones protésicas, postendodónticas e incluso, restaurar prótesis fracturadas de zirconia. La literatura reporta que un 7% de las coronas totalmente cerámicas de zirconia colocadas en la región molar perdieron retención en un periodo de 3 años de seguimiento,⁴⁹ mientras que los sistemas total cerámicos diferentes a zirconia muestran una pérdida de retención del 2.8% después de 5 años de seguimiento⁵⁰ y que para las coronas metal cerámicas el promedio de pérdida de retención disminuye a 0.7% después de 10 años.⁵¹ Por lo anterior es necesario, continuar con la búsqueda de técnicas adecuadas y potencialmente exitosas para la adhesión de la zirconia en odontología, dada las propiedades de biocompatibilidad, estética, dureza, resistencia a la fractura, tracción, y baja conductividad térmica^{44,48} haciéndola a la fecha uno de los materiales idóneos para la odontología.

Por otra parte la falta de una estandarización en los procedimientos de estudio de la adhesión de la zirconia reportados en la literatura, mantiene la necesidad de seguir generando evidencia científica para la aplicación de tratamientos reproducibles en la práctica dental. Existe la necesidad de estudiar técnicas que puedan ser generalizadas a los tratamientos odontológicos con zirconia.

4. Hipótesis

Fase I

Hipótesis de trabajo

Existe diferencia de la rugosidad (R_a/R_{ms}) y morfología de la superficie de la zirconia al ser preparada con dos métodos de corte y pulido con papel abrasivo de diferente granulometría.

Hipótesis nula

No existe diferencia de la rugosidad (R_a/R_{ms}) y morfología de la superficie de la zirconia al ser preparada con dos métodos de corte y pulido con papel abrasivo de diferente granulometría.

Fase II

Hipótesis de trabajo

Existe diferencia significativa en la resistencia al descementado de tres técnicas de tratamiento de superficie para adherir zirconia; arenado (Al_2O_3 50 μ m), arenado más ácido fluorhídrico (HF 9%) y arenado más hidróxido de sodio (NaOH)

Hipótesis nula

No existe diferencia significativa en la resistencia al descementado de tres técnicas de tratamiento de superficie para adherir zirconia; arenado (Al_2O_3 50 μ m), arenado más ácido fluorhídrico (HF 9%) y arenado más hidróxido de sodio (NaOH)

5. Objetivos

General

Evaluar la resistencia al descementado en zirconia de uso dental con tres técnicas de tratamiento de superficie; arenado (Al_2O_3 50 μm), arenado más ácido fluorhídrico (HF 9%) y arenado más hidróxido de sodio (NaOH)

Específicos

Fase I

- Determinar la rugosidad (R_a/R_{ms}) y morfología de la superficie de la zirconia al ser preparada con dos métodos de corte y pulido con papel abrasivo de diferente granulometría a través de microscopio de fuerza atómica (AFM) por sus siglas en inglés.

Fase II

- Evaluar la morfología de la zirconia sinterizada con y sin tratamientos de la superficie; arenado (Al_2O_3 50 μm), arenado más ácido fluorhídrico (HF 9%) y arenado más hidróxido de sodio (NaOH) con microscopía electrónica de barrido (SEM) por sus siglas en inglés.
- Medir y comparar la rugosidad promedio (R_a) de la zirconia sinterizada antes y después de recibir tratamientos de la superficie; arenado (Al_2O_3 50 μm), arenado más ácido fluorhídrico (HF 9%) y arenado más hidróxido de sodio (NaOH) a través de microscopio de fuerza atómica (AFM) por sus siglas en inglés.

Adhesión en zirconia

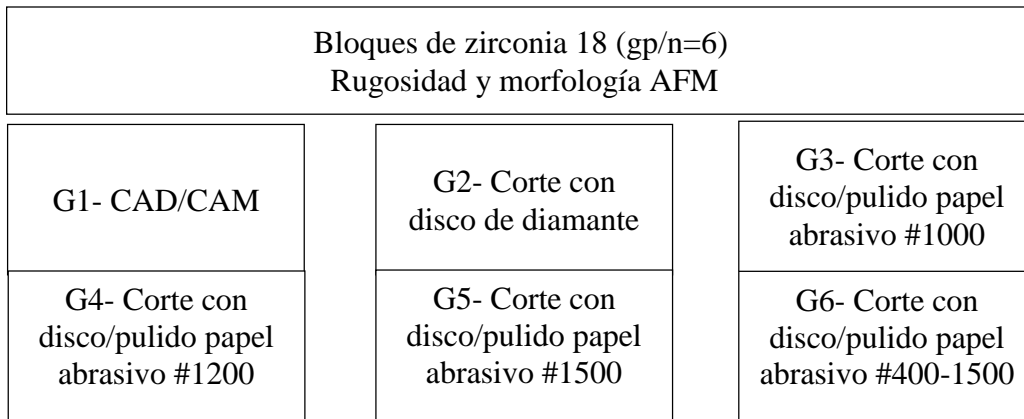
- Medir y comparar la resistencia al descementado de zirconia adherida con tres diferentes tratamientos de superficie; arenado (Al_2O_3 50 μm), arenado más ácido fluorhídrico (HF 9%) y arenado más hidróxido de sodio (NaOH).
- Determinar y comparar entre grupos el tipo de fractura de la interface resina-zirconia al momento del descementado a través de microscopio estereoscópico.

6. Diseño metodológico

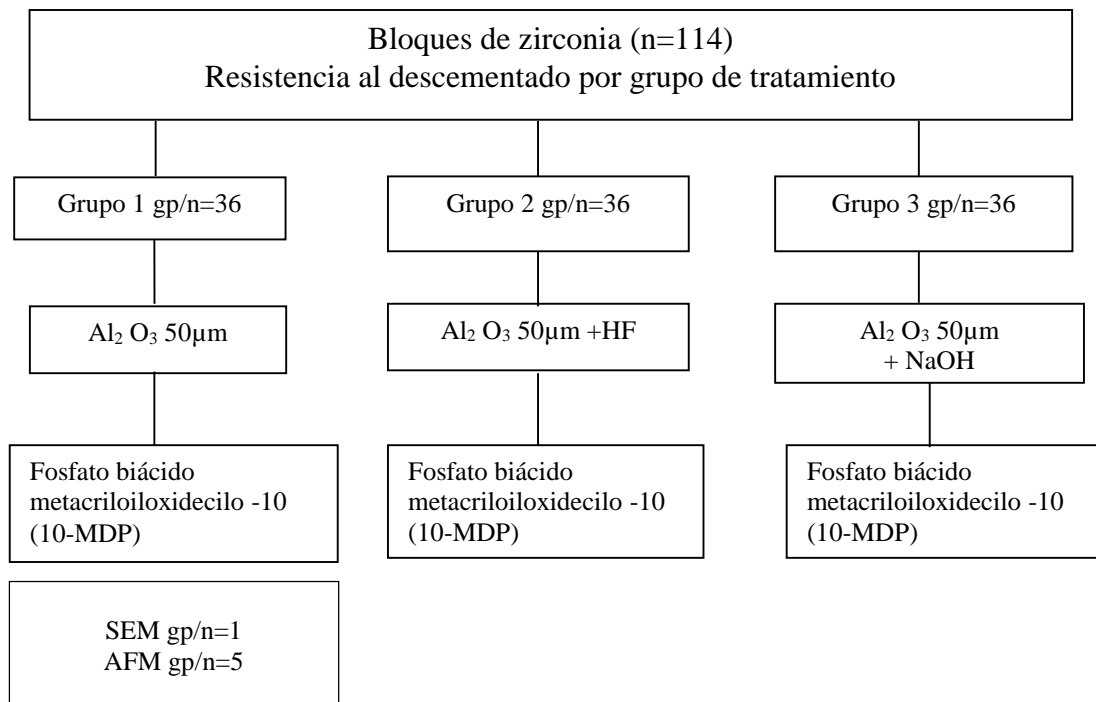
6.1. Diseño del estudio

Experimental *in vitro*, transversal analítico

Fase I



Fase II



6.2. Universo y muestra

Este estudio fue realizado en el Centro de Investigación y Estudios Avanzados en Odontología, de la Facultad de Odontología de la Universidad Autónoma del Estado de México, en colaboración con la Escuela Nacional de Estudios Superiores (ENES) Unidad León de la Universidad Nacional Autónoma de México.

Los materiales que se utilizaron para el estudio son materiales que se encuentran disponibles en México y están aprobados por las normas internacionales para su uso en pacientes.

Para la segunda fase el muestreo consistió en seleccionar el material que fuera factible ser maquinado y sinterizado en un mismo sistema comercial. Una vez que se obtuvieron los bloques de zirconia sinterizada se realizó una aleatorización simple para la conformación de grupos por medio del software Randomize.

Variables de interés

Independientes

Fase I

- Técnica de corte y pulido

Fase II

- Tratamiento de la superficie con arenado de Al_2O_3 de $50\mu\text{m}$
- Tratamiento de la superficie con arenado de Al_2O_3 de $50\mu\text{m}$ y HF al 9%
- Tratamiento de la superficie con arenado de Al_2O_3 de $50\mu\text{m}$ y solución de NaOH

Dependientes

Fase I

- Rugosidad promedio (R_a y R_{ms})
- Morfología

Fase II

- Rugosidad Promedio (R_a)
- Resistencia al descementado
- Tipo de fractura

Las variables confusoras se controlaron por diseño

Definición conceptual y operacional (Anexo 1)

6.3. Procedimientos

Fase I

Preparación de especímenes

Un total de 18 bloques fueron cortados a partir de discos de zirconia presinterizada (Zenostar Wieland Dental + Technik GmbH & Co. KG, Pforzheim, Alemania) 3 bloques fueron cortados en sistema CAD/CAM (Zenotec Mini, Wieland Dental + Technik GmbH & Co. KG Pforzheim, Alemania) con fresa de carburo sinterizado de 1 mm de diámetro y 15 bloques en cortadora de baja velocidad (Slow Saw 650, South Bay Technology, CA, EUA) con abundante irrigación y disco de diamante (Extec Corp., CT, EUA) todos los bloques fueron cortados con las mismas dimensiones independientemente del instrumento de corte (12.5x12.5x5mm) una vez cortadas se lavaron en sistema ultrasónico con agua desionizada durante 2 minutos y se dividieron en forma aleatoria simple en 6 grupos de acuerdo al instrumento de corte y/o a la granulometría del

papel abrasivo (n/gp=3), quedando de la siguiente manera G1-Corte con CAD/CAM; G2-Corte con disco diamante, G3-Pulido con papel abrasivo #1000, G4-Papel abrasivo #1200, G5-Papel abrasivo #1500 y G6-Papeles abrasivos usados en forma gradual #400, 600, 1000, 1200 y 1500.

Pulido y sinterizado

Los grupos G1 y G2, no fueron sometidos a procedimiento de pulido. Para los grupos G3, G4 y G5 se procedió a pulir los especímenes de forma manual después de haber sido cortados con disco de diamante, el pulido se llevó a cabo sobre una superficie lisa, fija y plana. Cada espécimen se pulió por un mismo operador, durante 90 segundos de forma cronometrada en un medio húmedo y hacia una misma dirección teniendo cuidado de mantener la forma plana para permitir la futura medición en microscopio de fuerza atómica (AFM). El G6 se pulió durante 90 segundos por cada papel abrasivo, bajo las mismas condiciones antes mencionadas. Se procedió a lavar los especímenes en sistema ultrasónico durante 5 minutos en agua desionizada y se dejaron secar temperatura ambiente ($23\pm 2^{\circ}\text{C}$) durante 24 horas antes sinterizar. Los bloques fueron sinterizados en horno para zirconia (Zenotec Fire Cube, Wieland Dental + Technik GmbH & Co. KG Pforzheim, Alemania) a 1500°C con una temperatura inicial de 20°C , seguida de una fase de 900°C con un tiempo de espera de 30 minutos seguida de una fase de 1500°C durante dos horas, una fase de enfriamiento a 900°C de acuerdo a las instrucciones del fabricante. Todos los especímenes fueron sinterizados en el mismo ciclo de horneado. Una vez sinterizado el tamaño final de los bloques fue de $10\times 10\times 4\text{mm}$ lo que corresponde al 25% de contracción esperada.

Medición de la rugosidad

Las muestras fueron lavadas en ultrasonido durante 2 minutos con etanol al 96%, se dejaron secar a temperatura ambiente y se procedió a realizar la medición en AFM (Nanosurf FlexAFM, Liestal, Suiza) Se tomaron 5 mediciones de 80 μ m x 80 μ m en modo de tapping para obtener los parámetros R_a y R_{ms} de acuerdo a las recomendaciones ISO 4287:1997: Geometrical products specifications-surface texture: Profile method.⁵²

Fase II

Bloques de Zirconia.

Se cortaron 114 bloques de zirconia (Zenostar MT, Wieland Dental + Technik GmbH & Co. KG Pforzheim, Alemania) de 12.5mmx12.5mmx5mm, en sistema CAD/CAM (Zenotec Mini, Wieland, Dental + Technik GmbH & Co. KF Pforzheim, Alemania) en seco con fresas de carburo para CAD/CAM No. 1.0mm, una vez fresadas, se separaron del disco a través de fresas de carburo de baja velocidad y fueron sinterizadas a 1500°C, en el programa estándar Zenostar MT, del horno de sinterizado Zenotec Fire Cube (Wieland Dental + Technik GmbH & Co. KG Pforzheim, Alemania) durante 8 horas que consiste en una temperatura inicial de 20°C, con una fase de 900 °C durante 30 minutos, seguida de una fase de 1500°C durante 2 horas y una fase de enfriamiento a 900 °C, de acuerdo con las instrucciones del fabricante. Las muestras se asignaron de manera aleatoria simple a tres grupos (gp/n=36) de las cuales gp/n=30 fueron para el experimento de resistencia al descementado, gp/n=5 para medir la rugosidad a través de Microscopia de Fuerza Atómica (AFM) por sus siglas en inglés y gp/n=1 para observar la morfología de la superficie a través de Microscopio Electrónico de Barrido (SEM) por sus siglas en inglés.

Bloques de resina.

Se fabricaron 90 cilindros de resina fotocurable de 5mm de diámetro por 2mm de espesor (Clearfil AP-XEsthetics, Kuraray Noritake Dental Inc., Okayama Japón) en matriz de teflón, en seguida se fotopolimerizaron con lámpara de luz de 800 mW/cm² (Bluephase MC N, Ivoclar-Vivadent, Schaan Liechtenstei) durante 20s por cada superficie de acuerdo a las instrucciones del fabricante. La luz fue aplicada, cubriendo la superficie en su totalidad, lo más próxima posible a la superficie, de manera perpendicular y sin tocarla, manteniendo la luz estable y constante durante el procedimiento.⁵³

Montaje de las muestras sobre resina.

Las muestras de zirconia fueron montadas en resina acrílica autopolimerizable (Nic Tone MDC Dental, Guadalajara México) en moldes cúbicos de 2cmx2cmx1cm. Los moldes fueron inmersos en agua fría durante la polimerización de la resina acrílica para evitar sobrecalentamiento de los especímenes. Una vez recuperados, se pulió la superficie con lija de óxido de aluminio para remover cualquier excedente de acrílico que pudiera interferir en el montaje de la máquina de ensayos universales.

Tratamiento de la superficie.

Grupo 1. Se llevó a cabo arenado con partículas de óxido de aluminio (Al₂O₃) de 50µm, (Zeta Sand, Zhermack, RO, Italia) a 10mm de distancia, 90°, 30 seg/cm² a 1 bar de presión en arenadora (Eco Basic Renfert, GmbH, Hilzingen Alemania) se procedió a lavar el espécimen en limpiador ultrasónico con solución de etanol al 96% durante 2 minutos y fue secado con aire libre de aceite.

Adhesión en zirconia

Grupo 2. Arenado con partículas de óxido de aluminio (Al_2O_3) de $50\mu\text{m}$, (Zeta Sand, Zhermack, RO, Italia) a 10mm de distancia, 90° , $30\text{seg}/\text{cm}^2$ a 1 bar de presión en arenadora (Eco Basic Renfert, GmbH, Hilzingen Alemania). Se procedió a lavar el espécimen en limpiador ultrasónico durante 2 minutos con solución de etanol al 96% y fue secado con aire libre de aceite. Sobre la superficie limpia se aplicó una capa de HF al 9% (Porcelain Etch, Ultradent Products Inc., UT, EUA) que se dejó actuar durante 2 min y posteriormente se procedió a retirar el ácido con agua para su posterior limpieza ultrasónica bajo las condiciones descritas previamente, se secó y se aplicó silano (Ultradent Products Inc., UT, EUA) durante 2 minutos de acuerdo a las instrucciones del fabricante.

Grupo 3. Se llevó a cabo arenado con partículas de óxido de aluminio (Al_2O_3) de $50\mu\text{m}$, (Zeta Sand, Zhermack, RO, Italia) a 10mm de distancia, 90° , $30\text{seg}/\text{cm}^2$ a 1 bar de presión en arenadora (Eco Basic Renfert, GmbH, Hilzingen Alemania), se procedió a lavar el espécimen en limpiador ultrasónico con solución de etanol al 96% durante 2 minutos y fue secado con aire libre de aceite, sobre la superficie limpia se aplicó una solución de NaOH, 0.01 M, (pH 13.5) (Fermont NL, México) y se permitió secar durante 10 minutos a temperatura ambiente.

Medición de la rugosidad después de tratamiento de la superficie.

Después del tratamiento de superficie 5 muestras fueron seleccionadas de manera aleatoria de cada grupo de tratamiento, adicionalmente un grupo control (gp/n=5) fue utilizado para esta variable. La medición se llevó a cabo a través de AFM (Naio, Nanosurf, Liestal, Suiza) se determinó la rugosidad promedio (R_a) de un área de $50 \times 50\mu\text{m}$, se midieron 6 áreas de cada muestra, por medio de técnica de tapping a una velocidad de una línea por segundo, de esta manera se obtuvieron 30 mediciones por grupo.

Morfología de la superficie.

Para la morfología, una muestra representativa de cada grupo experimental y adicionalmente una muestra sin tratamiento fueron observadas en SEM (JOEL, JSM-6510LV, Tokio Japón) para determinar los cambios morfológicos después de los tratamientos de superficie. Las muestras fueron recubiertas de oro y la observación fue realizada a una aceleración de 20kV y una magnificación de x2000.

Procedimiento de adhesión.

Para todos los grupos, sobre la superficie limpia de la zirconia se aplicó una capa delgada de primer para cerámica con monómero funcional 10-MDP (Ceramic Primer, Kuraray Noritake Dental Inc., Okayama Japón), se frotó durante 5 segundos y se dejó actuar durante 40 segundos, en seguida se mezcló y aplicó el agente cementante con monómero funcional 10-MDP (Panavia F 2.0, Kuraray Noritake Dental Inc., Okayama Japón) sobre la superficie de la zirconia, teniendo cuidado de seguir todas las instrucciones del fabricante, se acondicionó y colocó el cilindro de resina previamente conformado de 5mm de diámetro de acuerdo a las instrucciones del fabricante, se colocó mediante el uso de pinzas de algodón, aplicando una ligera presión durante 10 segundos, posteriormente se procedió a remover los excedentes y aplicar el agente bloqueador de oxígeno (Oxiguard Kuraray Noritake Dental Inc., Okayama Japón) y se permitió que el cemento de resina polimerizara. Posteriormente se retiró el Oxiguard y se procedió a incubar las muestras.

Almacenamiento de las muestras.

Las muestras se prepararon en un ambiente de (23 ± 2) °C y almacenaron en agua desionizada a (37 ± 2) °C en incubadora RKJ (Ikemoto Scientific Technology Co., LTD Tokio Japón) durante

24 horas, antes de ser sometidos a la prueba de resistencia al descementado. Las muestras fueron probadas inmediatamente después de removerse del agua.⁴¹

Prueba de resistencia al descementado.

La prueba se llevó a cabo de acuerdo a la norma ISO 11405,²⁹ en una máquina de ensayos universales (Autograph AGS-X, Shimadzu Corp., Kioto Japón) en un ambiente de (23 ± 2) °C y (50 ± 10) % de humedad relativa. Se montó la muestra en el aparato de prueba teniendo cuidado de no aplicar ninguna fuerza de flexión o rotación al material adhesivo durante el montaje, la velocidad que se aplicó fue de 1 mm/min o a una carga de 50 ± 2 N/min. Se procedió a registrar la carga que produjo la fractura en MPa.

$$\text{MPa} = P/A$$

P= carga total en Newtons

A= área de superficie

Determinación del tipo de fractura.

Una vez realizada la prueba de fractura, se observaron los especímenes en microscopio estereoscópico (Velab, Microscopes) a una magnificación x40 para clasificar el tipo de fractura al momento del descementado de acuerdo con el Índice de Adhesivo Remanente (ARI) por sus siglas en inglés. La falla se clasificará como tipo 0= ningún adhesivo remanente sobre la superficie de zirconia, 1= Menos de la mitad de adhesivo remanente sobre la superficie de zirconia, 2= Más de la mitad de adhesivo remanente sobre la superficie de zirconia, 3= La totalidad del adhesivo sobre la superficie de la zirconia.⁵⁴

6.4. Criterios de inclusión

Fase I y II

- Bloques de zirconia de 10x10x4mm
- Íntegros
- Sinterizados
- Mismo fabricante
- Mismo lote
- Con superficies planas

6.5. Criterios de exclusión

- Bloques que se fracturen
- Bloques que no se logren maquinar adecuadamente
- Bloques que no tengan un registro exacto de la técnica aplicada
- Bloques que se descementen durante la manipulación inmediata a la cementación

6.6. Instrumentos

Sistema CAD/CAM Zenotec Mini, Wieland Dental + Technik GmbH & Co. KG Pforzheim,

Alemania

Cortadora de baja velocidad Slow Saw 650, South Bay Technology, CA EUA

Disco de diamante de 2 mm Extec Corp., CT, EUA

Horno para zirconia Zenotec Fire Cube, Wieland Dental + Technik GmbH & Co. Pforzheim,

Alemania

Microscopio de Fuerza Atómica Nanosurf FlexAFM, Liestal, Suiza

Adhesión en zirconia

Lámpara de luz visible Bluephase MC N, Ivoclar-Vivadent, Schaan Liechtenstei

Matriz de teflón fabricada a medida 5 mm de diámetro por 2 mm de espesor, México

Moldes cúbicos de 2cmx2cmx1cm fabricados a medida en acetato, México

Arenadora Eco Basic Renfert GmbH, Hilzingen Alemania

Microscopio de Fuerza Atómica Nao Nanosurf, Liestal, Suiza

Microscopio Electrónico de Barrido JOEL, JSM-6510LV, Tokio, Japón

Incubator RKJ, Ikemoto Scientific Technology Co., LTD Tokio, Japón

Máquina de ensayos universales, Autograph AGS-X, Shimadzu Corp., Kioto Japón

Microscopio estereoscópico Velab, Microscopes, EUA

Adhesión en zirconia

6.7. Recolección de datos

Se procedió a registrar en formatos específicos los datos de cada una de las muestras, asimismo se realizó el llenado de bitácora de investigación así como el vaciado de los datos en hojas de cálculo de Excel y el software SPSS.

Muestra no. _____ Grupo _____

Tratamiento _____ Fecha _____

Observador _____

Temperatura laboratorio _____ Humedad Relativa _____

Tratamiento	Rugosidad, R_a/R_{ms} antes de Tx superficie AFM	Rugosidad R_a/R_{ms} después de Tx superficie AFM	Resistencia al descementado N	MPa	Tipo de fractura	SEM antes de Tx superficie	SEM después de TX superficie	SEM Tipo de fractura
Al_2O_3								
Al_2O_3 , NaOH								
Al_2O_3 , HF								

6.8. Análisis de datos

Fase I

Los datos fueron analizados utilizando el programa estadístico SPSS 22.0 (IBM IL, USA). Se aplicó la prueba estadística Kruskal-Wallis y U-Mann Whitney para la comparación entre grupos.

Fase II

Los datos fueron analizados en el programa estadístico (SPSS 22.0 IBM, ChicagoUSA), se obtuvo la estadística descriptiva. Los resultados fueron sometidos a pruebas de distribución normal, con la prueba de Shapiro-Wilk por el tamaño de la muestra. Para las variables de rugosidad y resistencia al descementado se aplicó la prueba de Kruskal-Wallis y posteriormente se realizó una comparación entre grupos con U-Mann-Whitney. Para el tipo de fractura se aplicó la prueba de Chi cuadrada. El nivel de significancia fue predeterminado a 0.05.

6.9. Aspectos éticos

Para llevar a cabo la presente investigación se procedió a revisar lo estipulado por la Ley General de Salud en Materia de Investigación en Salud en México, con base en el Artículo 17, la presente investigación se considera dentro de los procedimientos “con riesgo mínimo”, aunado a eso se siguieron los protocolos de seguridad estipulados en la NOM-013-SSA2-15 en su apartado número 8. “Medidas básicas para la prevención de riesgos” para cuidar la integridad de los investigadores implementando las medidas adecuadas de seguridad en el laboratorio.

7. Resultados

7.1. Capítulo de libro aceptado

7.1.1. Título del capítulo de libro aceptado

"Rugosidad y morfología de la superficie de zirconia con diferentes técnicas de corte y pulido"

7.1.2. Página frontal del capítulo de libro aceptado

Rugosidad y morfología de la superficie de zirconia con diferentes técnica de corte y pulido.

M.C.O. Blanca I. Flores-Ferreyra,¹ Dr. en O. Rogelio J. Scougall-Vilchis,^{1,*} Dr. en C.S. Ulises Velázquez-Enríquez,¹ Dr. en C.S. René García-Contreras,² C.D. Lizzeth Aguillón-Sol,¹ Dr. en Ing. Omar Martínez-Alvarez.³

¹Centro de Investigación y Estudios Avanzados en Odontología "Dr. Keisaburo Miyata." Facultad de Odontología. Universidad Autónoma del Estado de México. Av. Paseo Tollocan/Jesús Carranza, Col. Universidad, C.P. 50130, Toluca Estado de México.

² Laboratorio de Investigación Interdisciplinario; Nanoestructuras y Biomateriales. Escuela Nacional de Estudios Superiores (ENES) Unidad León. Universidad Nacional Autónoma de México. Blvd. UNAM 2011, Los Tepetates, C.P.37684, León Gto., México.

³ Universidad Politécnica de Guanajuato, Av. Universidad Sur 1001, Juan Alonso Cortázar, C.P.38438 Guanajuato Gto., México.

M.C.O. Blanca Irma Flores Ferreyra, estudiante del 6º semestre de Doctorado en Ciencias de la Salud, <http://orcid.org/0000-0002-1962-7132>

Dr. en O. Rogelio José Scougall Vilchis, Coordinador del Centro de Investigación y Estudios Avanzados en Odontología "Dr. Keisaburo Miyata"

<http://orcid.org/0000-0003-4671-0748>

Dr. en C.S. Ulises Velázquez Enríquez, Profesor Investigador

<http://orcid.org/0000-0002-8796-7809>

Dr. en C.S. René García Contreras, Profesor Investigador

<http://orcid.org/0000-0003-3504-5519>

C.D. Lizzeth Aguillón Sol, estudiante del 4º semestre de la Maestría en Ciencias Odontológicas

<http://orcid.org/0000-0002-4715-116X>

Dr. en Ing. Omar Martínez Álvarez Profesor Investigador

<http://orcid.org/0000-0001-5314-1745>

*Autor de correspondencia:

Dr. en O. Rogelio J. Scougall-Vilchis

Francisco Carbajal Bahena 241,

Col. Morelos, C.P. 50120,

Toluca México

Teléfono: +521 722 471 0119

E-mail: rogelio_scougall@hotmail.com

7.1.3. Carta de aceptación



Universidad Autónoma del Estado de México
Facultad de Enfermería y Obstetricia

La Comisión Académica del Doctorado en Ciencias de
la Salud a través de la Coordinación de Estudios
Avanzados de la Facultad de Enfermería y Obstetricia

Otorga la presente:

CARTA DE ACEPTACIÓN

A: Mtra. Blanca Irma Flores Ferreyra

Por haber realizado el Capítulo de Libro *"Rugosidad y morfología de la superficie de zirconia con diferentes técnicas de corte y pulido"* el cual se insertará en la edición del libro "Temas Selectos en Biomedicina en Ciencias de la Salud Vol. II".

ATENTAMENTE

PATRIA, CIENCIA Y TRABAJO

"2018, Año del 190 Aniversario de la Universidad Autónoma del Estado de México"

FACULTAD DE ENFERMERÍA
Y OBSTETRICIA
DRA. EN C.S. PATRICIA CRUZ BELLO
COORDINADORA DE ESTUDIOS AVANZADOS

Facultad de Enfermería UAEM,
Paseo Tollocan s/n esq. Jesús Carranza col.
Moderna de la Cruz. C.P. 50180.
Toluca, Estado de México
Tel. (722) 2706270 / 2702357
feyo@uaemex.mx



7.1.4. Resumen

Introducción. La zirconia es una cerámica dental que por sus características mecánicas, físicas y estéticas sigue siendo ampliamente estudiada, sin embargo no existe una estandarización en los procesos de laboratorio. **Objetivo.** Fue determinar la rugosidad y evaluar la morfología de la superficie de la zirconia al ser preparada con dos métodos de corte y/o pulido por papel abrasivo con diferentes granulometrías. **Materiales y métodos.** Un total de 18 muestras de zirconia fueron preparadas para este estudio, 3 fueron cortadas en sistema CAD/CAM y 15 por medio de cortadora de precisión de baja velocidad y se dividieron en forma aleatoria simple en 6 grupos de acuerdo al instrumento de corte y/o a la granulometría del papel abrasivo ($n/gp=3$), quedando de la siguiente manera G1-Corte con CAD/CAM; G2-Corte con disco de diamante, G3-Pulido con papel abrasivo #1000, G4-Papel abrasivo #1200, G5-Papel abrasivo #1500 y G6-Papeles abrasivos usados en forma gradual # 400, 600, 1000, 1200 y 1500. Una vez sinterizados se obtuvieron los parámetros de rugosidad R_a y R_{ms} los datos fueron analizados a través de Kruskal Wallis y U-Mann Whitney. **Resultados.** Para R_a no se encontró diferencia significativa entre grupos ($p=0.98$), mientras que para el parámetro R_{ms} se encontró diferencia significativa con el grupo cortado por CAD/CAM con respecto a todos los demás grupos experimentales ($p<0.05$), la morfología fue notablemente diferente para cada grupo a excepción del G1 y G3. **Conclusiones.** Los resultados obtenidos muestran diferencia significativa para R_{ms} y variación morfológica con los diferentes métodos de preparación de los especímenes.

7.1.5. Apartados del capítulo

Introducción

La zirconia es una cerámica obtenida del elemento químico zirconio de número atómico 40, masa atómica de 91.22 y símbolo Zr, es un metal del grupo de los elementos de transición que existe en forma cristalina. Es un material relativamente común en la corteza terrestre.¹ El químico alemán Martin Heinrich Klaproth en 1789 aisló el bióxido de zirconio, al calentar gemas de Jacinto en un medio alcalino y fue hasta 1824 que el metal zirconio fue aislado por Jon Jacob Berzelious.² El término óxido de zirconio es erróneamente utilizado para indicar la cerámica técnica a base de óxidos de zirconio. El bióxido de zirconio estabilizado en forma tetragonal es la cerámica técnica y está disponible como zirconio tetragonal policristalino estabilizado con Itrio Y-TZP por sus siglas en inglés.³ Se trata de una biocerámica bioinerte utilizada para reparar y reconstruir partes enfermas o dañadas del sistema musculo esquelético.⁴ La introducción de la zirconia en la odontología fue como recubrimiento de implantes, con el objetivo de protegerlos de la corrosión y mejorar la biocompatibilidad⁵ así como por la búsqueda de opciones alternativas a la alúmina que permitiera la fabricación de implantes totalmente cerámicos,⁶ lo cual fue alentado por el aumento de fenómenos de hipersensibilidad al níquel y el paladio^{7,8} aunado a los resultados de éxito del uso de coronas totalmente cerámicas, lo cual propició la introducción de sistemas para prótesis parciales totalmente cerámicas en el segmento anterior,⁹ siendo la zirconia el único material capaz de ser utilizado en prótesis parciales fijas en el segmento posterior.¹⁰⁻¹² Lo anterior es posible por sus excelentes propiedades mecánicas que son conferidas por su retículo policristalino estabilizado en fase tetragonal a temperatura ambiente y su tenacidad por transición de fase¹³ con resistencia a la fractura de 5 a 10 MPa m^{1/2}

resistencia a la flexión reportada de 900-1200 MPa^{14,15} lo que permite espesores menores de estructuras y conectores permitiendo así una conservación de estructura dental.¹²

La resistencia a la corrosión, su conductividad térmica reducida respecto a la alúmina la cual disminuye la sensibilidad y riesgos de irritación pulpar, la potencialidad estética,¹ además de la biocompatibilidad similar a la del titanio,^{16,17} la baja adherencia bacteriana^{18,19} y la radiopacidad similar a las aleaciones metálicas²⁰ aunado a que puede ser utilizada para la restauración de dientes tratados endodónticamente,^{21,22} en implantología; en donde ha mostrado ser inerte, biocompatible y estable,²³ en ortodoncia y en prótesis fija,¹¹ la convierten en un material ideal en odontología. Por otra parte el incremento de la demanda estética, el aumento de la longevidad de los dientes en las personas, el mayor entendimiento de los sistemas cerámicos y adhesivos, ha permitido el avance de los biomateriales para restauraciones libres de metal.²⁴ En consecuencia es un material del cual sus propiedades mecánicas, estéticas, estructurales y de manipulación siguen siendo ampliamente estudiadas, en la búsqueda de mejorar el desempeño en la práctica clínica.²⁵

Una de sus principales limitaciones en la odontología es la dificultad para la adhesión a los cementos de resina, los cuales son necesarios para cementación bajo ciertas circunstancias de ausencia de retención mecánica y se vuelve imprescindible la adhesión química. Las características físicas y químicas que hacen de la zirconia un material difícil de adherir aún en implantología, son sus características de superficie; tales como la porosidad cercana a 0, ángulo de contacto mayor a 70° y una superficie no polar.^{26,27} Numerosos estudios se han realizado al respecto con la finalidad de modificar las características de la superficie que favorezcan la retención mecánica y la adhesión química. Lo anterior genera la necesidad de preparar especímenes de zirconia para su estudio en el laboratorio de ciencia básica. Estos especímenes

pueden ser cortados idealmente para odontología mediante el sistema de diseño asistido por computadora y manufactura CAD/CAM²⁸ por sus siglas en inglés, que es el sistema utilizado en los laboratorios dentales o en la práctica clínica dental para la elaboración de restauraciones. Sin embargo los estudios utilizan especímenes que son cortados mediante cortadoras de precisión con disco de diamante y posteriormente pulidas con papel abrasivo de óxido de sílice en diferentes granulometrías, sin existir un proceso estándar bien definido. Algunos de los protocolos reportados utilizan bloques de zirconia totalmente sinterizados donde las superficies son pulidas con papel de carburo de sílice de granulometría #600 a través de un sistema rotatorio con irrigación constante,²⁹ otros utilizan máquinas de corte de precisión y baja velocidad, embeben las muestras cortadas en resina epóxica y proceden a pulirlas con papel de carburo de sílice de granulometría #1200 bajo irrigación de agua,³⁰ también se reporta la utilización de zirconia presinterizada, en donde después del corte utilizan series de papel abrasivo de carburo de sílice de diferentes granulometrías, iniciando con una granulometría #500 bajo chorro de agua durante 30s, seguido por papel abrasivo #1000 por otros 30s adicionales, posteriormente es sinterizada.³¹ Este proceso, generalmente es seguido de algún tratamiento adicional mecánico o químico para modificar las características de la superficie, sin embargo el utilizar diferentes métodos de preparación puede alterar en consecuencia los resultados. En resumen, si se utiliza cualquiera de las tres técnicas de preparación antes mencionadas y posteriormente las muestras son tratadas por una misma sustancia química o un mismo tratamiento mecánico los resultados podrían ser sustancialmente diferentes debido a rugosidades y morfologías variables entre cada sistema de preparación. Por lo tanto, el objetivo de este estudio fue determinar la rugosidad y evaluar la morfología de la superficie de la zirconia al ser cortada con CAD/CAM, con disco de diamante y pulido por papel abrasivo con diferentes granulometrías.

Materiales y métodos

Preparación de especímenes

Un total de 18 bloques fueron cortados a partir de discos de zirconia presinterizada (Zenostar Wieland Dental + Technik GmbH & Co. KG, Pforzheim Germany) 3 bloques fueron cortados en sistema CAD/CAM (Zenotec Mini, Wieland Dental + Technik GmbH & Co.) con fresa de carburo sinterizado de 1 mm de diámetro y 15 bloques en cortadora de baja velocidad (Slow Saw 650, South Bay Technology, CA, USA) con abundante irrigación y disco de diamante (Extec Corp., CT USA) todos los bloques fueron cortados con las mismas dimensiones independientemente del instrumento de corte (12.5x12.5x5mm) una vez cortadas se lavaron en sistema ultrasónico con agua desionizada durante 2 minutos y se dividieron en forma aleatoria simple en 6 grupos de acuerdo al instrumento de corte y/o a la granulometría del papel abrasivo (n/gp=3), quedando de la siguiente manera G1-Corte con CAD/CAM; G2-Corte con disco diamante, G3-Pulido con papel abrasivo #1000, G4-Papel abrasivo #1200, G5-Papel abrasivo #1500 y G6-Papeles abrasivos usados en forma gradual #400, 600, 1000, 1200 y 1500.

Pulido y sinterizado

Los grupos G1 y G2, no fueron sometidos a procedimiento de pulido. Para los grupos G3, G4 y G5 se procedió a pulir los especímenes de forma manual después de haber sido cortados con disco de diamante, el pulido se llevó a cabo sobre una superficie lisa, fija y plana. Cada espécimen se pulió por un mismo operador, durante 90 segundos de forma cronometrada en un medio húmedo y hacia una misma dirección teniendo cuidado de mantener la forma plana para permitir la futura medición en microscopio de fuerza atómica (AFM). El G6 se pulió durante 90 segundos por cada papel abrasivo, bajo las mismas condiciones antes mencionadas. Se procedió a lavar los especímenes en sistema ultrasónico durante 5 minutos en agua desionizada y se

Adhesión en zirconia

dejaron secar temperatura ambiente ($23\pm 2^{\circ}\text{C}$) durante 24 horas antes sinterizar. Los bloques fueron sinterizados en horno para zirconia (Zenotec Fire Cube, Wieland Dental + Technik GmbH & Co.) a 1500°C con una temperatura inicial de 20°C , seguida de una fase de 900°C con un tiempo de espera de 30 minutos seguida de una fase de 1500°C durante dos horas, una fase de enfriamiento a 900°C de acuerdo a las instrucciones del fabricante. Todos los especímenes fueron sinterizados en el mismo ciclo de horneado. Una vez sinterizado el tamaño final de los bloques fue de $10\times 10\times 4\text{mm}$ lo que corresponde al 25% de contracción esperada.

Medición de la rugosidad

Las muestras fueron lavadas en ultrasonido durante 2 minutos con etanol al 96%, se dejaron secar a temperatura ambiente y se procedió a realizar la medición en AFM (Nanosurf FlexAFM, Liestal, Switzerland) Se tomaron 5 mediciones de $80\mu\text{m} \times 80\mu\text{m}$ en modo de tapping para obtener los parámetros R_a y R_{ms} de acuerdo a las recomendaciones ISO 4287:1997: Geometrical products specifications-surface texture: Profile method.

Análisis estadístico.

Los datos fueron analizados utilizando el programa estadístico SPSS 22.0 (IBM IL, USA). Se aplicó la prueba estadística Kruskal-Wallis y U-Mann Whitney para la comparación entre grupos.

Resultados

Los datos estadísticos descriptivos se muestran en las Tablas I y II para R_a y R_{ms} respectivamente.

La prueba Kruskal Wallis no mostró diferencia significativa entre grupos para la variable R_a ($p=0.098$). En la Figura 1 se puede apreciar claramente la similitud de valores entre el G1 y G4. Los grupos G2 y G3 son los que presentaron valores más altos de rugosidad y los grupos G5 y G6, presentaron los valores de rugosidad menores en comparación con G1 que corresponde al sistema de corte CAD/CAM. Los resultados son congruentes de acuerdo a la granulometría del papel abrasivo por grupo. Por otra parte para R_{ms} se encontró diferencia significativa entre el G1 con respecto a todos los grupos experimentales ($p<0.05$) Figura 2. La rugosidad máxima obtuvo los mayores valores para el grupo de CAD/CAM.

En la Figura 3 se pueden observar las micrografías obtenidas por medio de AFM en donde se aprecia la morfología de la superficie de la zirconia en cada uno de los grupos de estudio. Para el G1 cortado con CAD/CAM, se puede observar que presenta un patrón morfológico similar a las muestras del grupo G3 y G6. La micrografía del G3 es la que presenta una mayor similitud al relieve de la superficie del G1, independiente a los resultados de rugosidad. La morfología del G2, difiere notablemente del resto de las muestras, mientras que para los grupos G4 y G5 es muy evidente la huella del proceso de pulido, se pueden observar surcos profundos, regulares y en una sola dirección. Como se mencionó anteriormente también el G6 presenta un patrón de relieve similar al grupo tratado con CAD/CAM, sin embargo en una escala de rugosidad menor tanto para R_a y R_{ms} , por lo tanto puede observarse una superficie muy homogénea.

Discusión

Se puede decir que la investigación básica, es la primera fase del desarrollo de la ciencia y la tecnología, es en los laboratorios en donde se enfrentan retos, limitaciones y por lo tanto la resolución de problemas para poder llevar a cabo técnicas de preparación de muestras y simulaciones experimentales que puedan lograr las características de los contextos reales del problema en estudio. Si bien es cierto que es en la fase clínica de los tratamientos odontológicos donde surgen las necesidades de mejora, también es cierto que no es factible estudiar cada variable necesaria de forma clínica, es aquí en donde emerge la necesidad del estudio *in vitro* con técnicas de preparación de muestras en el laboratorio que sean reproducibles.

Como se mencionó previamente, la zirconia es una cerámica de uso odontológico, con excelentes propiedades mecánicas, estéticas y biológicas por lo cual está siendo ampliamente estudiada para mejorar el desempeño clínico²⁵ sin embargo se ha reportado la necesidad de la estandarización de los procesos de estudio.³² Por lo tanto como primer paso el objetivo de este estudio fue determinar la rugosidad y morfología de las superficie de zirconia con base en la técnica de corte y pulido.

A lo largo de los años del uso de zirconia en el área de la salud, ha sido documentado que el tratamiento superficial de las muestras de zirconio, presinterizado o totalmente sinterizado puede dar origen a defectos y alterar las propiedades mecánicas y en consecuencia los resultados de vida útil del material.^{33,34} Es necesario comprender que la naturaleza policristalina de la zirconia le confiere propiedades de transformación cristalina ante estímulos físicos y químicos, como un mecanismo de tenacidad, estas fases cristalinas son; monoclinica (*m*) a temperatura ambiente y hasta 1170°C, tetragonal (*t*) alrededor de los 1173°C y cubica (*c*) cercano a los 2370°C, las cuales son reversibles e implican un cambio de volumen de *c* a *t* 2.5% aproximadamente y de *t* a *m* 4%.^{1,13} Actualmente es posible mantener la fase tetragonal a

temperatura ambiente, gracias a la estabilización con Itrio.³ Los procesos de corte y pulido generan tensiones residuales de intensidad variable dependiendo del material, promoviendo la transformación de fase tetragonal a monoclinica y pueden dar origen al inicio de la degradación.³⁵ Se han reportado estudios en zirconia totalmente sinterizada que muestran que la resistencia a la flexión puede ser alterada después del trabajo de corte y el pulido³⁶ también han sido objeto de estudio la rugosidad superficial y tenacidad de muestras cortadas en CAD/CAM variando la velocidad y profundidad, lo cual ha mostrado que el tallado reduce de forma significativa la resistencia y confiabilidad de la zirconia³³ por lo tanto, el intento de contrarrestar el estrés compresivo por medio de la transformación de fase, puede introducir fracturas a la zirconia al momento del corte. Por otra parte ha sido reportado que el calor es capaz de revertir la transformación de fase superficial, sin quedar claro que es lo que sucede en la estructura subsuperficial.³⁴ Partiendo de este punto, estos factores deben ser considerados en el laboratorio al realizar la investigación de las propiedades mecánicas y características físicas de la zirconia, de otra manera los resultados pueden ser alterados por la manipulación de los especímenes previo al experimento. Con base en lo anterior es importante el uso de zirconia presinterizada para la preparación de muestras de laboratorio que sean capaces de mantener sus propiedades de estudio lo más integrales posibles una vez que el proceso de sinterizado revierta las tensiones residuales acumuladas por el corte.

Respecto al instrumento de preparación de las muestras, el sistema CAD/CAM, ofrece la ventaja de asegurar un proceso más estricto y control de calidad que en otras situaciones en donde interviene la mano del operador.³³ En el presente estudio se llevó a cabo la preparación de un grupo experimental con este sistema, con la finalidad de conocer la morfología y rugosidad generada por medio de este proceso, lo cual es de especial importancia debido a que en la

práctica clínica es el método de fabricación de las restauraciones dentales. Los resultados nos permiten observar una rugosidad media (R_a) similar en todos los grupos, independientemente del instrumento de corte y del proceso adicional de pulido para las muestras, sin embargo a pesar de no encontrar diferencias significativas, los valores obtenidos mostraron un rango amplio, el valor de media más alto fue para el grupo de corte con disco de diamante, seguido del grupo de sistema CAD/CAM y G4-pulido con papel abrasivo #1200, y por último los grupos G3, G5 y G6, respectivamente, lo cual tiene congruencia con respecto a la granulometría utilizada. Cabe destacar que para el parámetro de rugosidad máxima (R_{ms}) que es el que reporta los puntos más altos del relieve medido, se encontraron diferencias significativas de los grupos experimentales con respecto al grupo CAD/CAM, en este caso se puede observar un panorama completamente diferente respecto a los resultados de R_a lo que indica, que la superficie obtenida por medio de este proceso en el presente estudio muestra un relieve con picos y valles de un rango amplio al conjuntar los valores de ambos parámetros para G1 (0.0350-1.1383 μm). Las micrografías de los grupos de estudio muestran un patrón único de los procesos de corte y pulido utilizados en el presente estudio, se puede observar que existe una similitud en la morfología entre G1 y G3 sin embargo los valores medios de rugosidad en estos dos grupos difieren más que los valores encontrados entre el G1 y G4, donde por el contrario la morfología difiere sustancialmente. Tomando en cuenta la morfología y la falta de una diferencia estadística significativa para R_a entre grupos experimentales y una diferencia significativa para el parámetro R_{ms} , se puede concluir que la rugosidad es un valor independiente de la morfología lo que coincide con lo reportado en un estudio previo,³⁵ en el que evalúan la morfología y rugosidad, reportando además que la rugosidad no es un indicador del proceso de degradación de una muestra de zirconia. La morfología proporciona características específicas del proceso de fabricación, se

puede observar en la variedad morfológica encontrada en cada uno de los grupos. Mientras que para el corte con disco de diamante se encuentra un relieve con amplios valles, para los grupos G4 y G5 se observan surcos bien definidos hacia una misma dirección los cuales responden a la técnica de pulido. En éstos surcos es donde Deville et al,³⁵ reportan el inicio de transición de fase en muestras envejecidas por calor, al mismo tiempo reporta que una superficie de mayor rugosidad produce una línea de estrés compresivo benéfica para la resistencia a la degradación, mientras que los procedimientos de pulido más fino producen transición de fase en las áreas rayadas (surcos) debido al estrés residual por el daño plástico y elástico de la superficie del material. Con base en esos resultados podemos sugerir que la superficie fabricada por el sistema CAD/CAM es menos riesgosa para la estructura de zirconia, en comparación con un pulido a través de papel abrasivo.

Con respecto a la rugosidad es importante mencionar que se debe tomar en cuenta el sistema de fabricación para determinar los parámetros de medición como la longitud de medición, la rugosidad esperada y la dirección de medición en las muestras de acuerdo a las recomendaciones de la norma ISO 4287:1997 que son dirigidas al uso de perfilómetro, en éste estudio la medición fue realizada con AFM el cual a diferencia del perfilómetro mide un área en lugar de una línea, en este caso el área medida fue de $80\mu\text{m} \times 80\mu\text{m}$ en 5 puntos diferentes, lo cual puede darnos un panorama más completo de la rugosidad sin que la morfología sea un factor que altere los resultados, además de que ha sido reportado que el AFM es el instrumento adecuado porque tiene una mayor sensibilidad ya que es capaz de detectar valores de rugosidad a nivel nanométrico,³⁶ sin embargo es importante conocer los valores del perfil secundario de las superficies a estudiar para asegurar el entendimiento del comportamiento de los materiales en el laboratorio ante las diferentes variables de estudio por lo cual es recomendable utilizar más

de un instrumento de medición de la rugosidad.³⁷ Con base en lo encontrado en este y otros estudios se muestra la importancia de la estandarización de fabricación de las muestras en los procesos de investigación, el sistema CAD/CAM no fue la técnica que presentó los valores de rugosidad más bajos, ni la forma más homogénea, sin embargo es el proceso utilizado en la práctica clínica y que junto con el uso de zirconia presinterizada de acuerdo a lo mencionado a lo largo de este trabajo podría disminuir la introducción de defectos que inicien la transición de fase que además tendría como resultado una recuperación de las tensiones acumuladas durante el proceso de sinterización, obteniendo de esta manera muestras con características físicas y mecánicas ideales para las variables de interés. Así mismo los estudios de rugosidad por tratamientos químicos o mecánicos después del sinterizado pueden ser analizados en un contexto cercano al real. El presente estudio se limitó a conocer la rugosidad y morfología de la superficie de la zirconia con diferentes técnicas de tratamiento, por lo que son necesarios estudios que puedan comparar otras variables de interés. Se sugiere la validación de un sistema estándar para la preparación de muestras experimentales de zirconia.

Conclusiones

Con las limitaciones de este estudio las siguientes conclusiones fueron realizadas; no se encontró diferencia significativa para R_a , con los métodos de corte y pulido utilizados en el presente estudio a pesar que la morfología fue diferente para cada grupo. El grupo preparado con CAD/CAM fue significativamente diferente para el parámetro R_{ms} con respecto a todos los grupos experimentales. La rugosidad es independiente de la morfología.

Bibliografía

1. Montagna F, Barvesi M. Cerámicas, zirconio y CAD/CAM. Venezuela: AMOLCA; 2013.
2. Piconi C. Propiedades del zirconio En: Piconi C, Rimondini L, Cerroni L, editores. El zirconio en Odontología. Venezuela, AMOLCA, 2011; p.15-44.
3. Gupta TK, Bechtold JH, Kuznickie RC, Cadoff LH, Rossing BR. Stabilization of tetragonal phase in polycrystalline zirconia. *J Mater Sci.* 1977;12:2421-6.
4. Hench L. Bioceramics: from concept to clinic. *J Am Ceram Soc.* 1991; 74:1487-510.
5. Cranin AN, Schnitman PA, Rabkin M, Dennison T, Onesto EJ. Alumina and zirconia coated vitallium oral endosteal implants in beagles. *J Biomed Mater Res.* 1975;9:257-62.
6. Minamizato T. Slip-cast zirconia dental roots with tunnels drilled by laser process. *J Prosthet Dent.* 1990;63:677-84.
7. Moffa JP. Biological effects of nickel-containing dental alloys. Council on Dental Materials instruments and equipment. *J Am Dent Assoc.* 1982;104:501-5.
8. Hasen PA, West LA. Allergic reaction following the insertion of a Pd-Cu Au fixed partial denture: a clinical report. *J Prosthodont.* 1997;6:144-8.
9. Raigrodski AJ, Chiche GJ. The safety and efficacy of anterior ceramic fixed partial dentures: A review of the literature. *J Prosthodont.* 2001;86:520-5.
10. Att W, Grigoriadou M, Strub JR. ZrO₂ three-unit fixed partial dentures: comparison of failure load before and after exposure to mastication simulator. *J Oral Rehabil.* 2007;34:282-90.

11. Raigrodski AJ, Hillstead MB, Meng GK, Chung KH. Survival and complications of zirconia-based fixed dental prostheses: a systematic review. *J Prosthet Dent.* 2012;107:170-7.
12. Studart AR, Filser F, Kocher P, Gauckler LJ. Fatigue of zirconia under cyclic loading in water and its implications for the design of dental bridges. *Dent Mater.* 2007;23:106-4.
13. Garvie RC, Hannink RH, Pascoe RT. Ceramic Steel? *Nature.* 1976;258:703-4.
14. Christel P, Meunier A, Heller M, Torre JP, Peille CN. Mechanical properties and short-term in vivo evaluation of yttrium-oxide partially-stabilized zirconia. *J Biomed Mater Res.* 1989;23:45-61.
15. Guazzato M, Albakry M, Ringer SP, Swain MV. Strength, fracture toughness, and microstructure of a selection of all-ceramic materials. Part II. Zirconia-based dental ceramics. *Dent Mater.* 2004;20:449-56.
16. Gong SH, Lee H, Pae A, Noh K, Shin YM, Lee JH *et al.* Gene expression of MC3T3-E1 osteoblastic cells on titanium and zirconia surface. *J Adv Prosthodont.* 2013;5:416-22.
17. Covacci V, Bruzzese N, Maccauro G, Andreassi C, Ricci GA, Piconi C, *et al.* In vitro evaluation of mutagenic and carcinogenic power of high purity zirconia ceramic. *Biomaterials.* 1999;20:371-6.
18. Rimondini L, Cerroni L, Carrassi A, Torricelli P. Bacterial colonization of zirconia ceramic surfaces: an in vitro and in vivo study. *Int J Oral Maxillofac Implants.* 2002;17:793-8.

19. Scarano A, Piattell M, Caputi S, Faver O GA, Piattelli A. Bacterial adhesion on commercially pure titanium and zirconium oxide disk: an in vivo human study. *J Periodontol.* 2004;75:292-6.
20. Martinez-Rus F, Garcia AM, de Aza AH, Pradies G. Radiopacity of zirconia-based all-ceramic crown system. *Int J Prosthodont.* 2011;24:144-6.
21. Li R, Zhou H, Wei W, Wang C, Sun YC, Gao P (2015) Effects of mechanical and chemical pretreatments of zirconia or fiber post on resin cement bonding. *PLoS ONE.* 2015; 10(6): e0129690. doi: 10.1371/journal.pone.0129690.
22. Chen D Wang N, Gao, Shao L Deng B. A 3-dimensional finite element analysis of the restoration of the maxillary canine with a complex zirconia post system. *J Prosthet Dent.* 2014;112:1406-15.
23. Ananth H, Kundapur V, Mohammed HS, Anand M, Amarnath GS, Mankar S. A review on biomaterials in dental implantology. *Int J Biomed Sci* 2015;11:113-20.
24. Nicholson John W. Adhesive dentistry. In: Lucas F.M da Silva, Andreas Öchsner, Robert D. Adams editors. *Handbook of adhesion technology.* . Berlin Hidelberg:Springer-Verlag;2011p.1462-81.
25. Miyazaki T, Nakamura T, Matsumura H, Ban Seiji, Kobayashi. Current status of zirconia restoration. *J Prosthodont Res.* 2013;57:236-61.
26. Rosengren A, Pavlovic E, Oscarsson S, Krajewski A, Ravaglioli A, Piancastelli A. Plasma protein adsorption pattern on characterized ceramic biomaterials. *Biomaterials.* 2002;23:1237-47.
27. Hao L, Lawrence J, Chian KS. Osteoblast cell adhesion on a laser modified zirconia based bioceramic. *J Mater Sci Mater Med.* 2005;16:719-26.

28. Erdman, A. G. and Riley D.R. Computer-aided design and manufacturing- CAD/CAM. In: H.A. Rothbart editor. Mechanical design and systems handbook. New York: Mc Graw-Hill; 1985. p.1-44.
29. Gomes AL, Castillo-Oyagüe R, Christopher DL, Montero J, Albaladejo A. Influence of sandblasting granulometry and resin cement composition, on microtensil bond strength to zirconia ceramic for dental prosthetic frameworks. *J of Dent.* 2013;41:31-41.
30. Nishigawa G, Mauro Y, Irie M, Maeda N, Yoshihara K, Nagaoka N, et al. (2016) Various effects of sandblasting of dental restorative materials. *PLoS One* 11(1):e0147077.doi:10.1371/journal.pone.0147077.
31. Ho BJ, Tsoi JK, Liu D, Lung CY, Wong HM, Mantinlinna JP. Effects of sandblasting distance and angles on resin cement bonding to zirconia and titanium. *Int J of Adhes and Adhes.* 2015;62:25-31.
32. Öscan M, Bernasconi M. Adhesion to zirconia used for dental restorations: A systematic review and meta-analysis *J Adhes Dent.* 2015;17:7-26.
33. Rekow D, Thompson VP. Near surface damage- a persistent problem in crowns obtained by computer aided design and manufacturing. *Proc IMechE Part H. J Eng Med.* 2005;219:233-43.
34. Denry IL, Holloway JA. Microstructural and crystallographic surface changes after grinding zirconia based dental ceramics. *J Biomed Mater Res.* 2006;76B:440-8.
35. Deville S, Chevalier J, Gremillard L. Influence of surface finish and residual stress on the ageing sensitivity of biomedical grade zirconia. *Biomaterials.* 2006;27:2186-92
36. Poon Chin Y, Bhushan B. Comparison of surface roughness measurements by stylus profiler. AFM and non-contact optical profiler. *Wear.* 1995;190:76-88.

37. Whitehead SA, Shearer AC, Watts DC, Wilson NHF. Comparison of methods for measuring surface roughness of ceramic. *J Oral Rehabil.* 1995;22:421-7.

Leyendas de figuras

Figura 1. Comparación de R_a por grupo. G1; CAD/CAM, G2; disco de diamante, G3; papel abrasivo #1000, G4; papel abrasivo #1200, G5; papel abrasivo #1500 y G6; papel abrasivo #400, 600; 1000, 1200,1500. A pesar de que no existe diferencia significativa entre grupos, puede apreciarse la diferencia de valores.

Figura 2. Comparación de R_{ms} por grupo, G1; CAD/CAM, G2; disco de diamante, G3; papel abrasivo #1000, G4; papel abrasivo #1200, G5; papel abrasivo #1500 y G6; papel abrasivo #400, 600; 1000, 1200,1500. Kruskal Wallis $(p<0.05)$.

Figura 3. Micrografías con AFM. Se muestra la morfología de la superficie de zirconia con diferente instrumento de corte y pulido con papel abrasivo de diferente granulometría. A; CAD/CAM, B; disco de diamante, C; papel abrasivo #1000, D; papel abrasivo #1200, E; papel abrasivo #1500 y F; papel abrasivo #400, 600; 1000, 1200,1500. Obsérvese la variación en la morfología entre grupos, sin embargo no existe diferencia significativa para R_a .

Adhesión en zirconia

Tablas y figuras

Tabla I. Análisis descriptivo por grupos, R_a (μm)

Grupo	N	Media	Desviación Estándar	Intervalo de confianza 95%	
		R_a (μm)		Límite inferior	Límite superior
G1	3	0.2448	0.0844	0.0350	0.4546
G2	3	0.5114	0.1640	0.1039	0.9188
G3	3	0.3920	0.4355	-0.6898	1.4739
G4	3	0.2227	0.0881	0.0037	0.4417
G5	3	0.1913	0.0250	0.1290	0.2535
G6	3	0.1044	0.0023	0.0985	0.1103

Tabla II. Análisis descriptivo por grupos, R_{ms} (μm)

Grupo	N	Media	Desviación Estándar	Intervalo de confianza 95%	
		R_{ms} (μm)		Límite inferior	Límite superior
G1	3	0.6391	0.2009	0.1399	1.1383
G2	3	0.3128	0.1118	0.0349	0.5906
G3	3	0.1621	0.0791	-0.0345	0.3587
G4	3	0.2924	0.1098	0.0195	0.5652
G5	3	0.2455	0.0304	0.1699	0.3211
G6	3	0.1366	0.0064	0.1205	0.1527

Figura 1

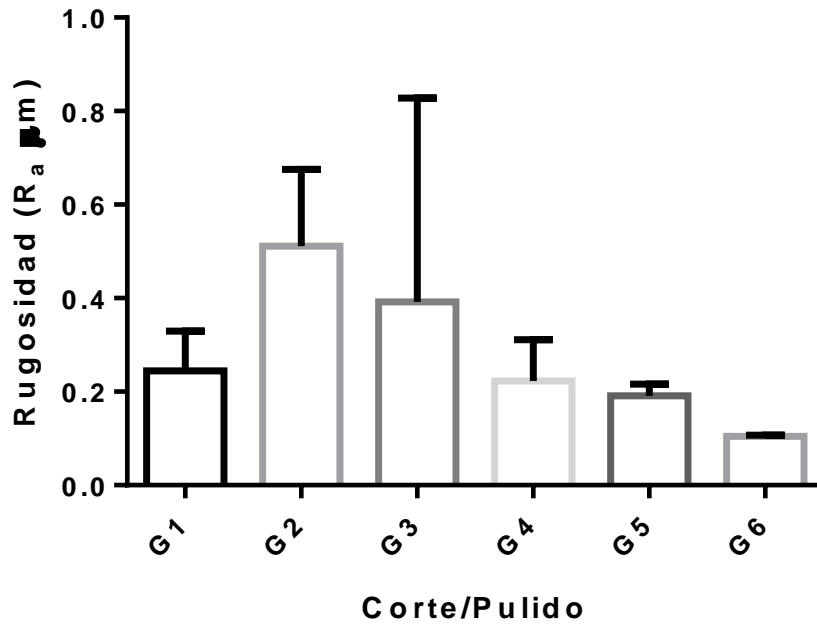


Figura 2

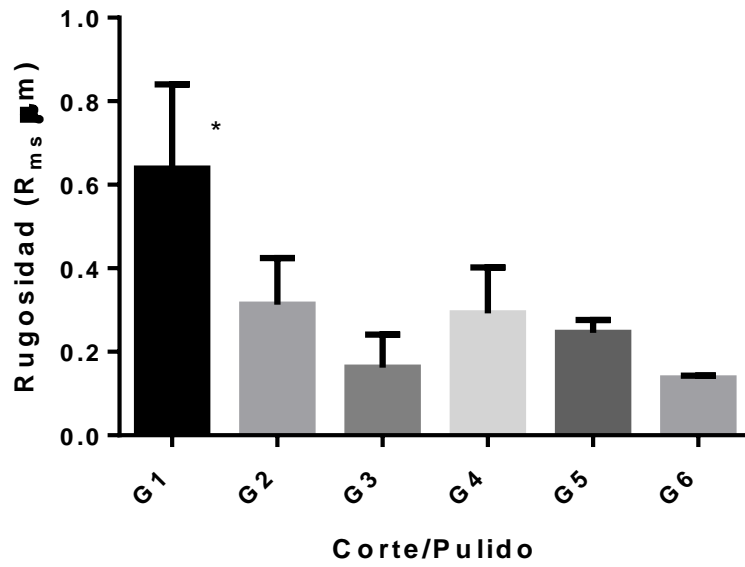
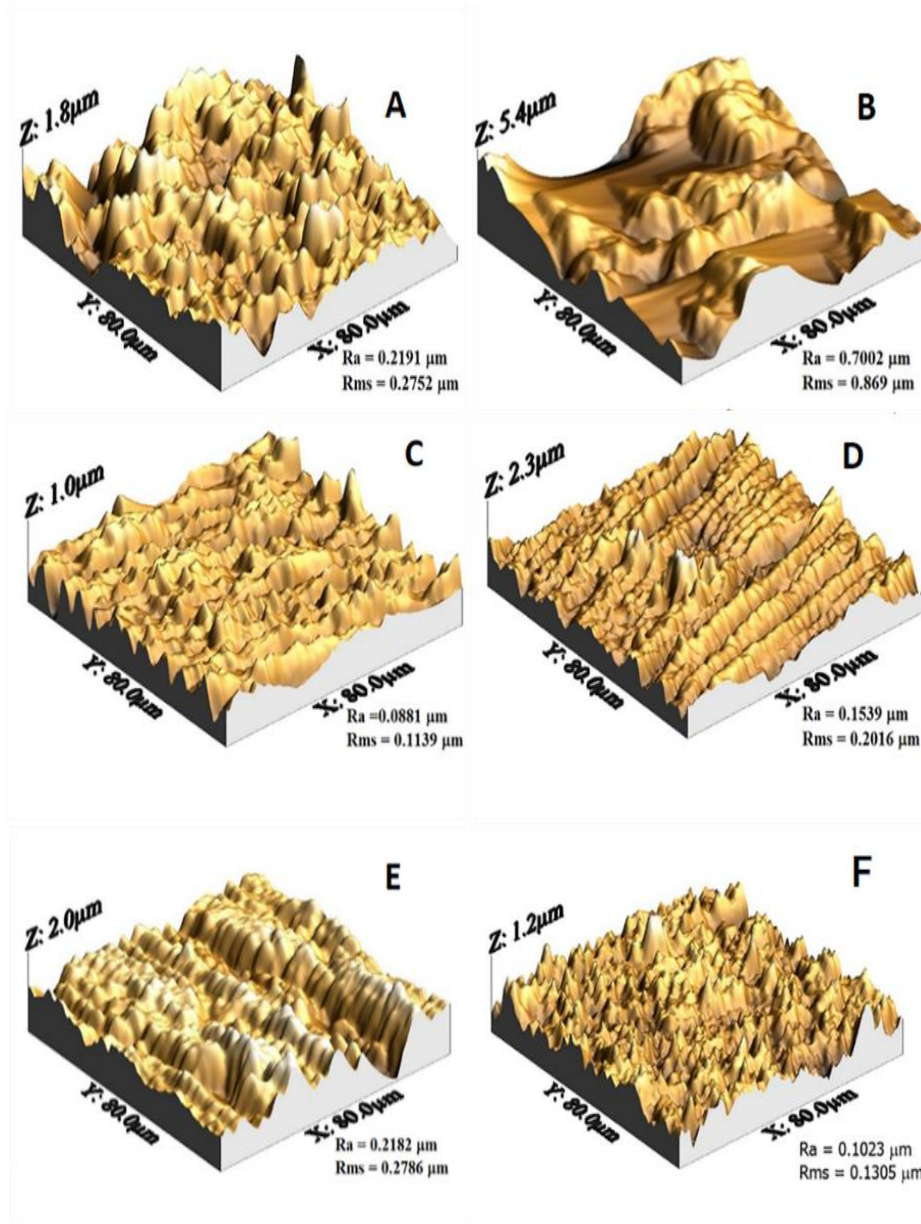


Figura 3



7.2. Artículo aceptado

7.2.1. Título del artículo aceptado

“Effect of airborne-particle abrasion and, acid and alkaline treatments on shear bond strength of dental zirconia”

7.2.2. Página frontal del artículo aceptado

Original Paper

Effect of airborne-particle abrasion and, acid and alkaline treatments on shear bond strength of dental zirconia.

Blanca I. FLORES-FERREYRA¹, Rogelio J. SCOUGALL-VILCHIS^{1,*}, Ulises VELAZQUEZ-ENRIQUEZ¹, Rene GARCIA-CONTRERAS², Lizzeth AGUILLON-SOL¹, and Oscar F. OLEA-MEJIA³

¹Dental Research Center “Dr. Keisaburo Miyata”, School of Dentistry, Autonomous University of Mexico State. Av. Paseo Tollocan, Universidad, 50130, Toluca City, State of Mexico, Mexico

²Interdisciplinary Research Laboratory Nanostructures and Biomaterials National School of Higher Education (ENES) Leon Unit, National Autonomous University of Mexico. Mexico Blvd. UNAM 2011, Los Tepetates, 37684, Leon Guanajuato, Mexico

³Research Center for Sustainable Chemistry Autonomus University of Mexico State. Km 14.5, Unidad San Cayetano, Toluca-Atlacomulco, 50200, Toluca City, State of Mexico, Mexico.

Key words: Zirconia, adhesion, surface treatment, alkaline treatment, acid treatment

Numbers of reprints: None

7.2.3. Carta de aceptación

From: Dental Materials Journal <onbehalf@manuscriptcentral.com> Sent: Thursday, May 24, 2018 11:26 PM To: rogelio_scougall@hotmail.com Subject: Dental Materials Journal - Decision on Manuscript ID DMJ2018-078.R1

25-May-2018

Dear Dr. SCOUGALL-VILCHIS:

It is a pleasure to accept your manuscript entitled "Effect of airborne-particle abrasion and, acid and alkaline treatments on shear bond strength of dental zirconia." in its current form for publication in the Dental Materials Journal. The comments of the reviewer(s) who reviewed your manuscript are included at the foot of this letter.

Thank you for your fine contribution. On behalf of the Editors of the Dental Materials Journal, we look forward to your continued contributions to the Journal.

Sincerely, Prof. Osamu Suzuki Editor in Chief, Dental Materials Journal chiefdmj@gmail.com

[Editor's Comments] Associate Editor Comments to the Author: (There are no comments.)

7.2.4. Resumen

Objetivo: Evaluar la resistencia al descementado (SBS) en zirconia de uso dental con tres técnicas de tratamiento de superficie combinando tratamiento mecánico, ácido y alcalino.

Metodología: Un total de 114 bloques de zirconia (Zenostar) fueron cortados, sinterizados, y asignados de manera aleatoria en tres grupos (gp/n=36) de acuerdo con el tratamiento de superficie: Grupo 1(G1): arenado Al_2O_3 -50- μm , Grupo 2(G2) arenado Al_2O_3 -50- μm y ácido fluorhídrico (HF) 9%, Grupo 3(G3) arenado Al_2O_3 -50- μm e hidróxido de sodio (pH13.5). Los grupos fueron subdivididos para SBS (gp/n=30), rugosidad (R_a) a través de Microscopio de Fuerza Atómica, (AFM)(gp/n=5), y morfología a través de Microscopio Electrónico de Barrido (SEM)(gp/n=1). Un grupo control (GC) fue medido para (R_a) y morfología. Para las pruebas de SBS, fueron adheridos cilindros de composite con cemento de resina Panavia F2.0, las muestras fueron almacenadas durante 24h/37°C en agua desionizada, posteriormente sometidas a prueba de SBS en una máquina de ensayos (AGX-S, Shimadzu). El modo de fractura fue evaluado en microscopio estereoscópico (40x) y clasificado a través del Índice de Adhesivo Remanente (ARI), los datos fueron analizados con la prueba de Kruskal-Wallis, U-Mann-Whitney y Chi cuadrada ($p=0.05$). **Resultados:** Para la variable rugosidad hubo diferencia significativa entre el GC y todos los grupos experimentales, ($p<0.05$); sin embargo no se encontró diferencia entre grupos experimentales. Para SBS se encontró diferencia significativa entre los grupos $G1=8.41\pm 2.71\text{MPa}$ y $G2=3.37\pm 0.67\text{MPa}$ ($U=2.00$ $p<0.05$) y entre $G2$ y $G3=9.06\pm 3.02\text{MPa}$ ($U=0.001$ $p<0.05$). El tratamiento de superficie con HF mostró un efecto negativo para adherir zirconia **Conclusiones:** El tratamiento químico no mostró efecto en la rugosidad de la superficie de la zirconia. La SBS fue mejor con NaOH. El uso de HF, disminuyó significativamente la SBS.

Abstract

The surface roughness, morphology and shear bond strength (SBS) of dental zirconia using three different surface treatment techniques were evaluated. Three groups of sintered zirconia blocks were treated as follow, 1) Airborne-particle abrasion group (G1-APA), 50- μm Al_2O_3 ; 2) APA and 9% hydrofluoric acid etching (G2-HF); 3) APA and Sodium Hydroxide (G3-NaOH). The specimens were evaluated for roughness (AFM), morphology (SEM) and for SBS in the universal testing machine. The AFM, revealed changes in the roughness after the surface treatments, however there was not R_a difference between groups, SEM analysis revealed changes in surface morphology for all surface treated specimens.

For SBS, significant difference was found between G1-APA= 8.4 ± 2.7 MPa and G2-HF= 3.3 ± 0.6 MPa ($p<0.05$) and G2-HF and G3-NaOH= 9.0 ± 3.0 MPa ($p<0.05$). The main fracture mode was mixed failure (63%) for G1-APA and G3-NaOH groups. G2-HF showed 100% adhesive failure. SBS was improved with NaOH, however application of HF significantly decreased SBS.

Key words

Zirconia, adhesion, surface treatment, alkaline treatment, acid treatment

7.2.5 Apartados del artículo

Introduction

Due to non-silica based structure of zirconia, conventional techniques for adhesion of porcelains are not useful for this non silicate ceramics¹⁾. Therefore, the first attempts to improve resin and zirconia adhesion were directed in creating a silica cover on the surface of zirconia and then using the traditional adhesive system of silanation²⁾. Silica coating of zirconia has been attempted through, silica tribochemical coating, silicon nitride hydrolysis³⁾, glazing porcelain on full sintered zirconia, use of silica slurry before sintering⁴⁾, *in situ* silica nanoparticle surface deposition⁵⁾, and glass bead cover before sintering⁶⁾. Airborne-particle abrasion (APA) with Al₂O₃ and silica-coated aluminum of different granulometry are used as mechanical treatment⁷⁻¹⁰⁾. Chemical surface treatment includes acid treatments, hydroxylation and monomers use. As hydrofluoric acid (HF) is not effective on zirconia degradation at conventional clinical concentrations at room temperature, different concentrations, temperature and/or exposure time have been tested, namely 40% concentration for 210 seconds¹¹⁾, 48% concentration at 100 °C for 25 minutes¹²⁾, 9.5% concentration at 25 °C for 1, 2, 3 or 24 hours or at 80 °C for 1, 3, 5 or 30 minutes, and 48% HF concentration at 25 °C for 30 to 60 minutes¹³⁾. Another chemical approach is through surface treatment using monomers. It has been reported the effectiveness of luting agents containing a hydrophobic phosphate monomer such as 10-methacryloyloxydecyl dihydrogen phosphate¹⁴⁾ (MDP) after that report, the aim was to determinate whether or not it was consistent, leading to formulate, hypothesis regarding a chemical adhesion. In recent years chemical bonding evidence between zirconia surface and MDP monomer has been reported, because the presence of a chemical group of phosphate monomer (P)-O-Zr identified by time-of-flight secondary ion mass spectrometry after MDP

surface treatment on zirconia¹⁵⁾, while other research explained the chemical coupling mechanism between MDP and zirconia surface using a computational model, which showed that the coupling mechanism occurs in double-coordinate and single-coordinate configurations and that in the coupling process there are the possibility of an acid environment. Furthermore, they concluded that application of MDP in alkaline conditions improves SBS¹⁶⁾. Regarding pH it has been reported that the use of MDP-based primers and alkaline solution contributed in increasing zirconia bond strength¹⁷⁾. Hydroxylation of bioinert zirconia surface was also proposed to increase the OH^- groups so as to improve wettability and the reaction between surface and MDP resin cement monomers¹⁸⁾. However, few studies had been conducted regarding zirconia surface treatment using different pH solutions, for what the objective of this research was to evaluate the effect of three different surface treatments, namely mechanical and acid and alkaline solutions, on dental zirconia SBS, since the dual cured luting agents to adhere zirconia could be affected by the pH environment. The null hypothesis states that there are not SBS differences between three surface treatments to adhere zirconia.

Materials and methods

The brand, batch number and the composition of the materials used in this study are summarized in Table 1.

Specimen preparation

One-hundred fourteen zirconia square blocks, (12.5x12.5x5 mm) were cut from five presintered commercial dental zirconia discs (Zenostar Wieland Dental + Technik GmbH & Co. KG, Pforzheim Germany) in a CAD-CAM system (Zenotec Mini, Wieland Dental + Technik GmbH & Co.) using 1.0 mm carbide drills. Once manufactured, the blocks were sintered in a furnace

(Zenotec Fire Cube, Wieland Dental + Technik GmbH & Co.) in standard set following the manufacturer instructions. The expected contraction was approximately 25%, and the final zirconia block size was 10x10x4 mm. The zirconia blocks were individually mounted in an autopolymerizing acrylic resin (Nic Tone, MDC Dental, Guadalajara Mexico) in a custom-made tray with square-shaped molds (2x2x1 cm). Polymerizing was done while immersed in water to counter the exothermic effect. Ninety composite cylinders (Clearfil AP-X Esthetics, Kuraray Noritake Dental Inc., Tokyo Japan), with a 5-mm diameter and 2-mm thickness, were made in a nonstick matrix. Then, each side of the cylinder was light-cured with Bluephase N MC 800 mW/cm² (Ivoclar-Vivadent, Schaan Liechtenstein) for 20 seconds as per manufacturer instructions— at 1 mm distance without touching the composite surface according to the light-curing guideline¹⁹). Before adhesion process, composite cylinders were ultrasonically cleaned in 96% ethanol for 2 minutes and were dried at room temperature (22-23±2°C). Zirconia samples were randomly assigned in three groups; 1) Airborne-particle abrasion (G1-APA), 2) Airborne-particle abrasion and hydrofluoric acid (G2-HF), 3) Airborne-particle abrasion and sodium hydroxide (G3-NaOH)(gp/n=36) wherein gp/n=30 were for bond strength test, gp/n=5 for roughness measurement using Atomic Force Microscope (AFM) and gp/n=1 for morphologic examination using Scanning Electron Microscope (SEM). For the SBS, power value for the sample size in this study was calculated as *post hoc* using the highest and lowest mean value found for SBS and their respective standard deviations, and $\alpha=0.05$, on the basis of these values the power was >0.80.

Surface treatment and adhesion procedure

Zirconia blocks were treated by use of airborne-particleabrasion in a blaster (Eco Basic, Renfert GmbH, Hilzingen Germany) with 50- μ m Al₂O₃ (Zeta Sand, Zhermack, RO Italy) at a 90° angle

10-mm distance, 1 bar of pressure, 30 seg/cm², and with a 1-mm diameter blaster tip. To standardize the procedure, a custom-made appliance was used to keep the distance, angle, and free movement across the samples, which were ultrasonically cleaned in 96% ethanol for 2 minutes and were dried with gentle oil-free air for 10 seconds. For G1-APA, only airborne-particle abrasion treatment was applied. For G2-HF, after airborne-particle abrasion the surface was treated with 9% HF acid, (Porcelain Etch, Ultradent Products Inc., UT USA) for 2 minutes, the HF was removed with water spray and was then ultrasonically cleaned as mentioned above. Before adhesion, a generous quantity of silane was applied in the surface and was left to dry for 2 minutes (Silane, Ultradent Products Inc). For G3-NaOH, after the airborne particle abrasion procedure, a 0.01-M NaOH solution (Sodium Hydroxide, CAS-1310-73-2 Fermont, NL Mexico) with a pH of 13.5 was generously applied and was left to dry for 10 minutes prior to adhesion as previously reported¹⁶). For all groups, a ceramic primer containing MDP-10 was applied generously (Clearfil Ceramic Primer, Kuraray Noritake Dental Inc.) for 5 seconds and left to dry for 40 seconds. Composite cylinders were also conditioned as per manufacturer instruction. Dual curing cement (Panavia F 2.0, Kuraray Noritake Dental Inc.) was mixed and applied at zirconia surface. The composite cylinder was positioned on the zirconia surface using cotton pliers, and afterwards, a light finger pressure was applied for 10 seconds. The excess cement was removed with a microbrush, and the oxygen-blocking agent was applied (Oxyguard, Kuraray Noritake Dental Inc). After 5 minutes, it was removed with gentle water spray. All the specimens were prepared by the same operator at room temperature (22-23±2°C). The samples were stored in deionized water (37±2°C) immediately after completion of the bonding procedure for 24 hours and before SBS testing.

Surface roughness and morphology

After the surface treatment, five randomly selected samples from each experimental group and one control group (G0/n=5) were evaluated through AFM (NaioAFM, Nanosurf AG, Liestal Switzerland). A 50 μm x 50 μm area was measured in tapping mode to determine the average roughness (R_a). Six measurements were taken from each sample, thus giving a total of 30 measurements per group. For morphologic examination, the representative samples in each group and one control sample (n=1) were observed with an SEM (JEOL, JSM-6510LV, Tokyo Japan) and after gold sputtering, the examination was conducted at 20-kV acceleration and 2,000x magnification. For surface roughness the data were analyzed using a statistical program (SPSS 22.0 IBM, Chicago USA). Thereafter, descriptive statistics was obtained, the results were tested for normal distribution using the Shapiro-Wilk method. Kruskal-Wallis test, was carried out, and U-Mann-Whitney, as pairwise post hoc analysis, was performed after the data failed the test for normal distribution.

SBS test and fracture mode

The samples were immediately tested for SBS after being removed from water, in a universal testing machine (Autograph AGS-X, Shimadzu Corporation, Kyoto Japan), and great caution was enforced so as not to apply any force to the adhesive area during mounting in the apparatus. The test was performed at 1 mm/min crosshead speed, and the debonding load was registered in MPa. After SBS test, all specimens were examined in a stereoscopic microscope at 40x magnification by a single observer to determine the failure mode, which was classified with the modified Adhesive Remnant Index (ARI) criteria in which: Score 0=No adhesive left on zirconia bonding surface (adhesive failure); Score 1=Less than half of the adhesive is left on zirconia bonding surface; Score 2=More than half of the adhesive is left on zirconia bonding

surface; and Score 3=All adhesive is left on zirconia bonding surface²⁰). Mixed failure for 1-2 scores and cohesive failure for score 3. Thereafter, descriptive statistics was obtained, the Shapiro-Wilk, Kruskal-Wallis test, and U-Mann-Whitney was applied for SBS. Moreover, statistical differences were investigated for ARI score by Chi-square test.

Results

Roughness values (R_a) measured with AFM (in μm) and group comparison are shown in Figure 1. Mean values per group are as follows: G0=0.20±0.07 μm , G1-APA=0.29±0.01 μm , G2-HF=0.27±0.09 μm , and G3-NaOH=0.28 ±0.11 μm . The values of experimental groups are comparable, with APA having the highest mean value. Kruskal-Wallis test revealed that the surface treatment had significant effect on surface roughness ($p<0.05$). U-Mann-Whitney test revealed significant differences between control group and all experimental groups ($p<0.05$) However, no significant difference was observed between airborne-particle abrasion group and chemical treatment groups G1-APA; G2-HF ($p=0.779$); G1-APA; G3-NaOH ($p=0.824$); and G2-HF; G3-NaOH ($p=0.842$), which suggests that the chemical treatment has no significant effect on surface roughness.

The surface morphology micrographs are presented in Figure 2, AFM surface micrographs show peaks and valleys that can be observed in experimental groups, whereas the crests and valleys observed in control group are lower and more homogeneous. SEM micrographs exhibited similar morphology for experimental groups; however, G1-APA showed more surface irregularities than the other groups. GC exhibited a regular surface, and neither scratches nor cracks were observed in any group. AFM and SEM micrographs are congruent with R_a values. SBS values and the comparison between groups are shown in Table 2. The highest mean value belongs to the G3-NaOH surface treatment, followed by G1-APA and the lowest mean value

belongs to G2-HF. Nonparametric test Kruskal-Wallis revealed the effect of surface treatments on SBS of zirconia ($p<0.05$) and U-Mann-Whitney test showed differences between experimental groups.

The distribution frequency and percentages score for failure mode after debonding are shown in Table 3. The Chi-Square comparison for ARI scores between groups indicated that the groups were not all the same (Chi-square=22.46, $p<0.001$). The predominant for G1-APA and G3-NaOH reveals mixed failure. For G2-HF treatment, all the samples have an adhesive failure. The score of 3 was not found for any group, Table 4.

Discussion

The main objective of this study was to investigate the effect of three different surface treatments on SBS of dental zirconia resin cement interface, based on pH differences in each technique, and the null hypothesis states that there are not SBS differences between three surface treatments to adhere zirconia. The null hypothesis was rejected in this study, since there were found significant differences between groups.

Even several techniques for zirconia adhesion has been investigated, after a meta-analysis report that focused on zirconia adhesion, the authors stated that data reporting on zirconia treatments requires more standardization as it is of great importance to scientists gathering evidences regarding this matter²¹). Most of reported studies *in vitro* used slow-cut blade instruments followed by polishing zirconia surface before the adhesion procedure^{3-6, 8-10}). The common process of zirconia restorations in clinical practice is through Computer-Aided Design–Computer-Aided Manufacture (CAD-CAM), and the zirconia specimens used in this study were manufactured using the mentioned technology, which let us have a real approach regarding the

roughness effect of the surface treatments in zirconia, as we measured the roughness on zirconia surface as it has been manufactured using CAD/CAM and after undergo to surface treatment. An important predicting variable to improve the SBS is the surface roughness. In previous studies some authors concluded that the airborne-particle abrasion of zirconia surface before the bonding procedure could be a key in success regardless of the particle granulometry¹⁰⁾. On the other hand, it has been published that there is a significant difference in surface roughness with respect to distance, and that there is significant difference as well in adhesive strength when the zirconia surface is treated by airborne-particle abrasion in different angles regardless of the distance⁸⁾. In this study, all experimental groups were treated by airborne-particle abrasion, and the findings of the previous researches, which specified the respective angles and distances for airborne-particle abrasion, and the instructions of the manufacturer regarding pressure and granulometry were all taken into account. In our research, the zirconia surface roughness of the control group, after it was designed and cut using the CAD/CAM system, was reported, which could be a very important fact since the clinicians are getting zirconia inside surface restorations in similar conditions, so that the surface modification after surface treatment in this research was carried out close to the real dental practice. This study shows the roughness parameter R_a through AFM measurement after different surface treatments namely combined mechanical and chemical treatment with an acid solution (HF 9%) and an alkaline solution (NaOH 0.01M, pH 13.5). Statistical analysis revealed that all experimental groups are significantly different with respect the control group, which is in line with the results from previous studies wherein researchers found that all airborne-particle abrasion specimens have shown a higher surface roughness than the control group after airborne particle abrasion of the zirconia surface^{3,4,8)}.

On the other hand, no difference was found between the experimental groups, and this can be due to the same mechanical surface treatment for all of them. Additional chemical treatments used in the study appear to have no effect on surface zirconia crystals degradation under the used protocol, and it consequently have no effect on surface roughness. There are some evidences that 9.5% HF acid was able to modify the zirconia surface. However, the exposition time is at least 1 hour immersion at 25°C or 1 minute immersion at 80°C¹³). In a similar study that is in line with our findings, for sodium hydroxide solution, no morphologic differences were found after the comparison of SEM micrographs of airborne-particle abrasion and acid and alkaline surface treatment¹⁶). In this study observations of the surface with SEM showed that additional chemical treatment with acid or alkaline solution after airborne-particle abrasion did not alter substantially the surface morphology of all experimental groups, which is consistent with the computed R_a values. As roughness is an important factor that promotes the mechanical interlocking between adhesive luting agent and zirconia surface, the nonexistence of difference between groups can be a good indicator that our results with respect to SBS are satisfactory. Is roughness a determinant of SBS or is it the chemical treatment in our study? For SBS, the lower value was computed for acid solution surface treatment, which have significant difference with those of airborne-particle abrasion and alkaline solution groups. The bond strength is greatly influenced by 50 μ m sized airborne-particle abrasion and in combination with MDP based product SBS achieved the highest mean, due to the airborne-particle abrasion treatment enhance the wettability and the MDP promotes the bond strength²²). Then if we have the same surface interlocking possibilities, and the chemical bonding by the MDP containing adhesive and resin cement we could suggest that under the same surface conditions in all groups, the results on SBS could be attributed to the effect of the chemical treatments acid and alkaline instead of the

mechanical treatment. It can also be concluded that HF treatment have a negative effect on SBS under the conditions of our study, and these findings agree with a similar research in which the lowest mean value on their study was computed for the acid pH treatment group as compared with the neutral treatment group and alkaline surface treatment group¹⁶⁾.

This can be attributed to formed P-O-Zr complex as the adhesive MDP-10 reacts with the zirconia surface¹⁵⁾, H⁺ ion dissociation is necessary to give place to the P-O-Zr complex; and as a consequence, it has been suggested that high levels of H⁺ could weaken the bond strength¹⁶⁾. The pH of adhesive systems influence bond strength of chemically cured resin materials, thus resulting in lower bond strength value for lower pH monomers, and this can be explained by the existing competition between residual acidic monomers and benzoyl peroxide for tertiary amine²³⁾. In the other hand, even some evidences of chemical bonding between MDP monomer and zirconia surface has been reported^{15,16)}, the mechanism is not fully explained. There are reported three possible mechanisms of MDP interaction with zirconia; hydrogen bonding, ionic bonding and both mechanisms in the same phosphate monomer²⁴⁾, the authors propose that the MDP-zirconia interaction could occur in a neutral pH environment, as result only one P-OH group can interact with either zirconia or neighboring phosphate group. In the current study a negative effect on SBS was found in the group with the acid surface treatment as mentioned previously. In this context, the mechanisms of acid environment in the MDP-zirconia reaction needs to be further researched, since the affinity to form hydrogen bonding of some acids with ZrO₂ powder has been previously reported²⁵⁾. A study proposed that an alkaline surface treatment can improve the SBS, in addition, found statistical significance while comparing neutral acid and alkaline pH groups, in which the alkaline surface treatment group (pH 11-12) had the highest SBS even after 30 days of water storage¹⁶⁾. In our study the higher MPa value was computed for

alkaline surface treatment group, but there was no significant difference in the SBS value when compared with airborne-particle abrasion group, and it is consistent with the results of a different study, where consisted in surface chemical treatment with primers containing MDP-10 monomer and 0.5 M NaOH in single or combined treatments, and they found an improved SBS for groups that combined NaOH and MDP-10-containing primer. However, no significant differences were found in that study¹⁷⁾. Differences in the results of alkaline surface treatment between this researches can be attributed to the difference in the pH or M concentration in each of the studies, hence supporting the idea that SBS improvement could be pH value-dependent. However other research compared four different alkaline coatings with distinct pH values, and they concluded that higher alkaline pH values used before MDP conditioning would not necessarily improve bonding²⁶⁾. Further studies should be made to determine a specific pH range to concisely improve the SBS as alkaline surface treatment could be a promising alternative to improve adhesion systems even in biological applications.

For ARI evaluation, we found that 63.3% of the fracture mode in airborne-particle abrasion and alkaline groups, belong to score 1, which means that there is a cohesive failure within the resin cement material in some segment, suggesting that SBS between resin cement and zirconia is higher than the material itself. We also found a score of 0 for acid group that is equal to adhesive failure mode in all the samples, which means that there is no mechanical interlocking or chemical adhesion between zirconia and the luting agent.

In accordance with the results of this study, we can suggest that roughness and MDP monomers are not the only success key in zirconia adhesion, chemical surface treatment different to adhesive monomers also plays an important role in the process; we found that alkaline solution improves shear bond strength values, while acid solutions have a negative effect. Meanwhile,

acid solutions for surface treatments had been suggested for zirconia surface modification prior adhesion, it must be taken in account that zirconia luting agents are usually dual cure materials due to zirconia opacity and they have an initial chemical polymerizing process which could be affected by pH.

Conclusions

Within the limitations of this in vitro study, the following conclusions can be drawn:

1. The surface treatment increased the roughness of zirconia and changed its morphology due to treatment with airborne-particle abrasion, hydrofluoric acid, and sodium hydroxide.
2. The differences between treated surfaces do not have significant effects on surface roughness.
3. Shear bond strength was significantly affected by surface treatments with acid solution, whereas alkaline treatment with NaOH slightly improved shear bond strength values.
4. The adhesive failure mode for HF group confirmed the negative effect of acid treatment on zirconia adhesion with dual cured resin cement.

Acknowledgments

The authors thank to the Dental Technician Ana Maria Zavala Ruiz for her kind support in designing and manufacturing the zirconia specimens used in the present study in her dental laboratory facilities *Vimars Soluciones Dentales*®.

Conflict of interest

Authors declare that they have no conflict of interest.

References

- 1) Thompsom JY, Stoner BR, Piascik JR, Smith R. Adhesion/cementation to zirconia and other non-silicate ceramics: Where are we now? *Dent Mater* 2011; 27: 71-82.
- 2) Piascik JR, Swift EJ. Critical appraisal. Resin bonding to zirconia. *J Esthet Restor Dent* 2012; 23: 417-420.
- 3) Lung CY, Liu D, Matinlinna JP, Silica coating of zirconia by silicon nitride hydrolysis on adhesion promotion of resin to zirconia. *Mater Sci Eng C Mater Biol Appl* 2015; 46: 103-110.
- 4) Liu D, Pow EH, Tsoi JK, Matinlinna JP. Evaluation of four surface coating treatments for resin to zirconia bonding. *J Mech Behav Biomed Mater* 2014; 32: 300-309.
- 5) Oliveira-Ogliari A, Collares FM, Feitosa VP, Sauro S, Ogliari FA, Moraes RR. Methacrylate bonding to zirconia by in situ silica nanoparticle surface deposition. *Dent Mater* 2015; 31: 68-76.
- 6) Martins AR, Gotti VB, Shimano MM, Borges GA, Gonçalves L de S. Improving adhesion between luting cement and zirconia-based ceramic with an alternative surface treatment. *Braz Oral Res* 2015; 29: <http://dx.doi.org/10.1590/1807-3107BOR-2015.vol29.0054>.
- 7) Li R, Zhou H, Wei W, Wang C, Sun YC, Gao P. Effects of mechanical and chemical pretreatments of zirconia or fiber posts on resin cement bonding. *PLoS ONE*. 2015; 10(6): e0129690. doi: 10.1371/journal.pone.0129690.
- 8) Ho BJ, Tsoi JK, Liu D, Lung CY, Wong HM, Matinlinna JP. Effects of sandblasting distance and angles on resin cement bonding to zirconia and titanium. *Int J Adhes Adhes* 2015; 62: 25-31.

- 9) Sciasci P, Abi-Rached FO, Adabo GL, Baldissara P, Fonseca RG. Effect of surface treatments on the shear bond strength of luting cements to Y-TZP ceramic. *J Prosthet Dent* 2015; 113: 212-219.
- 10) Gomes AL, Castillo-Oyagüe R, Lynch CD, Montero J, Albaladejo A. Influence of sandblasting granulometry and resin cement composition on microtensile bond strength to zirconia ceramic for dental prosthetic frameworks. *J Dent* 2013; 41: 31-41.
- 11) Menani LR, Farhat IA, Tiozzi R, Ribeiro RF, Guastaldi AC. Effect of surface treatment on the bond strength between yttria partially stabilized zirconia ceramics and resin cement. *J Prosthet Dent* 2014; 122: 357-364.
- 12) Liu D, Tsoi JK, Mantinlinna JP, Wong HM. Effect of some chemical surface modifications on resin zirconia adhesion. *J Mech Behav Biomed Mater* 2015; 46: 23-30.
- 13) 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: 79-85.
- 14) Kern M, Wegner SM. Bonding to zirconia ceramic: adhesion methods and their durability. *Dent Mater* 1998; 14: 64-71.
- 15) Chen L, Suh BI, Brown D, Chen X. Bonding of primed zirconia ceramics: evidence of chemical bonding and improved bond strengths. *Am J Dent* 2012; 25: 103-108.
- 16) Xie H, Tray F, Zhang F, Lu Y, Shen S, Chen C. Coupling of 10-methacryloyloxydecyl dihydrogen phosphate to tetragonal zirconia: Effect of pH reaction conditions on coordinated bonding. *Dent Mater* 2015; 31: 218-225.
- 17) Lorenzoni FC, Leme VP, Santos LA, de Oliveira PC, Martins LM, Bonfante G. Evaluation of chemical treatment on zirconia surface with two primer agents and an alkaline solution on bond strength. *Oper Dent* 2012; 37: 625-633.

- 18) Lohbauer U, Zipperle M, Rischka R, Petschelf A, Fuller FA. Hydroxylation of dental zirconia surface characterization and bonding potential. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater* 2008; 87B: 461-467.
- 19) Roulet JF, Price R. Light curing-guidelines for practitioners. A consensus statement from the 2014 symposium on light curing in dentistry held at Dalhousie University, Halifax, Canada. *J Adhes Dent* 2014; 16: 303-304.
- 20) Artun J, Bergland S. Clinical trials with crystal growth conditioning as an alternative to acid-etch enamel pretreatment. *Am J Orthod* 1984; 85: 333-340.
- 21) Öscan M, Bernasconi M. Adhesion to zirconia used for dental restorations: a systematic review and meta-analysis. *J Adhes Dent* 2015; 17: 7-26.
- 22) 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 doi:10.1155/2015/389234.
- 23) Franco EB, Lopes LG, D'Alpino PH, Pereira JC. Influence of pH of different adhesive systems on the polymerization of chemically cured composite resin. *Braz Dent J* 2005; 16: 107-111.
- 24) 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; 7: 45563 doi:10.1038/srep45563
- 25) Pawsey S, McCormick M, De Paul S, Graf R, Lee YS, Reven L, et al. 1H Fast MAS NMR Studies of Hydrogen-Bonding Interactions in Self-Assembled Monolayers. *J Am Chem Soc* 2003; 125: 4174-4184.

- 26) Qian M, Lu Z, Chen C, Zhang H, Xie H. Alkaline nanoparticle coatings improve resin bonding of 10-methacryloyloxydecylidihydrogenphosphate-conditioned zirconia. *Int J Nanomedicine* 2016; 11: 5057-5066.

Figure captions

Fig. 1 Roughness comparison between groups; G0: control; G1-APA: Airborne-particle abrasion; G2-HF; Airborne-particle abrasion/9% HF and G3-NaOH: Airborne-particle abrasion/NaOH through AFM. U-Mann-Whitney's test ($p < 0.05$) different letters are significantly different groups.

Fig. 2 Surface morphology after surface treatment, SEM x 2000 magnification, 10 μ m bar (left) and AFM (right) micrographs. (A1- A2: control; B1-B2: Airborne-particle abrasion; C1-C2: Airborne-particle abrasion/Hydrofluoric Acid; D1-D2: Airborne-particle abrasion/Sodium Hydroxide).

Adhesión en zirconia

Table 1 Comoposition, batch number, and manufacturers of materials used in the present study

Material	Composition	Batch no.	Manufacturer
Zeta Sand	99.80% Al ₂ O ₃	U112682/A	Zhermack Technical
Zenostar MT	Zirconium oxide (ZrO ₂ + HfO ₂ + Y ₂ O ₃) ≥99.0%, Ytrium oxide (Y ₂ O ₃) >6.5-≤ 8.0% Hafnium oxide (HfO ₂) ≤5%, Aluminium oxide ≤ 1.0%	U35562	Wieland Dental
Panavia F 2.0	A paste: 10-Methacryloyloxydecyl dihydrogen phosphate (MDP), dl-Camphoroquinone, catalyst and initiators; paste B: hydrophobic aromatic dimethacrylate, barium glass treated sodium fluoride, catalyst, accelerators and pigments	7D0107	Kuraray Noritake
		7D0010	
ED Primer II	Liquid A: 2-Hydroxyethyl methacrylate (HEMA), MDP monomer, B: N-Methacryloyl-5-aminosalicylic acid, accelerators and water.	7A0024 7A0144102 023	
Clearfil Ceramic Primer	3-Methacryloxypropyl trimethoxy silane, MDP monomer and ethanol	720011	Kuraray Noritake
Clearfil AP-X Esthetics	Bisphenol A diglycidylmethacrylate (Bis-GMA) Hydrophobic aromatic dimethacrylate, dl-Camphorquinone, silanated barium glass filler and pre-polymerized organic filler	5CD143	Kuraray Noritake
Porcelain Etch	9% Hydrofluoric Acid	BCG4P	Ultradent
Silane	Silane	BBY3G	Ultradent
Sodium Hydroxide	NaOH 99%	144102	Fermont

Table 2 Mean and standard deviation (SD) for SBS (MPa) after 24h water storage and Kruskal-Wallis analysis

Surface treatment	SBS
G1-APA	8.4 ^A (2.7)
G2-HF	3.3 ^B (0.6)
G3-NaOH	9.0 ^A (3.0)

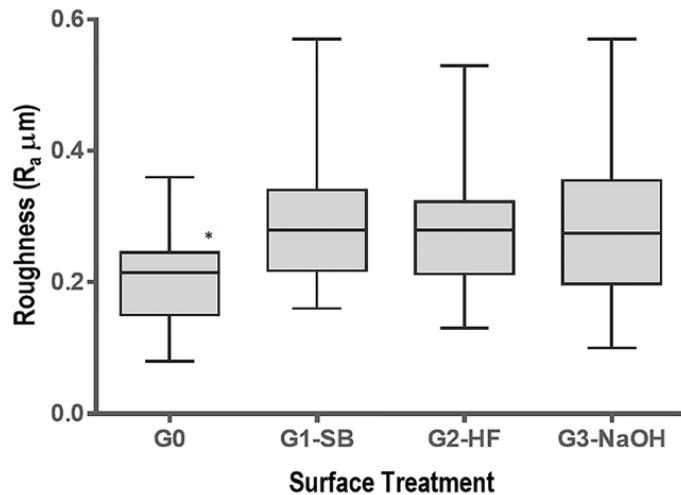
Adhesión en zirconia

Table 3 Distribution, frequency and percentage of modified ARI scores

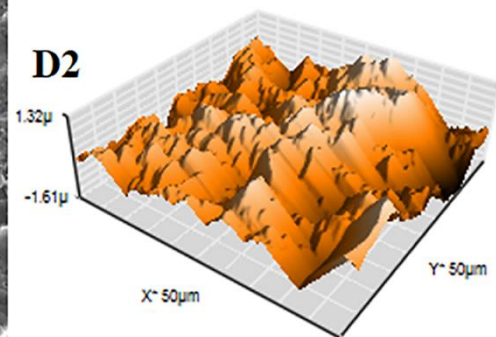
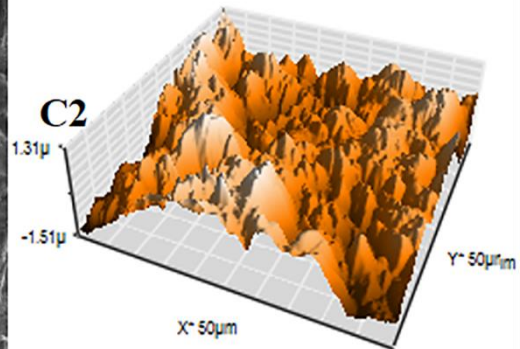
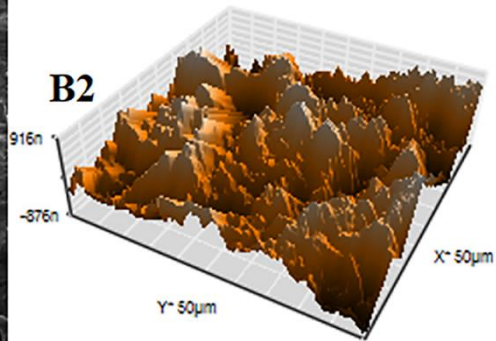
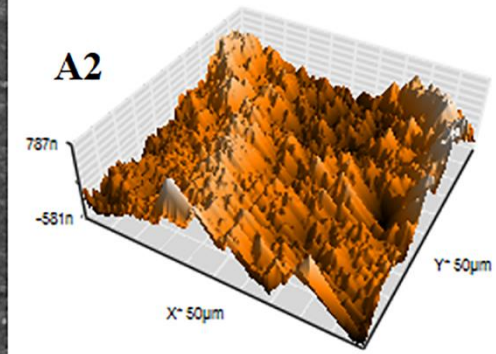
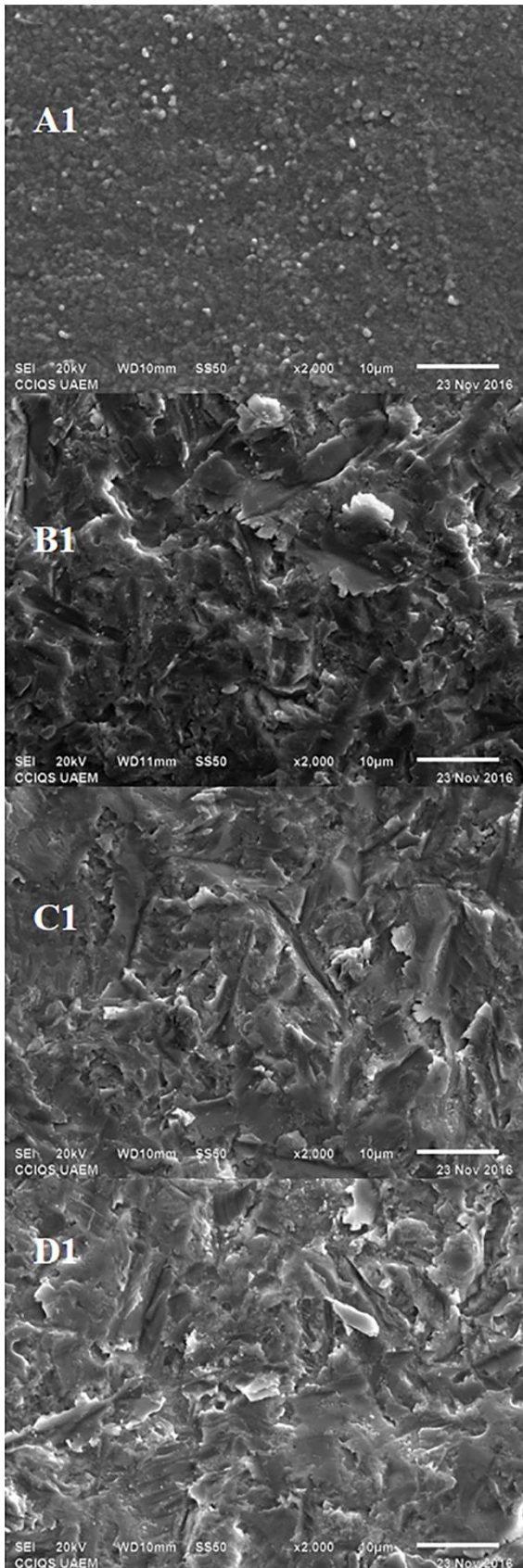
Surface treatment	0 (%)	1 (%)	2 (%)	Total
G1-APA	4 (13.3)	19 (63.3)	7 (23.3)	30
G2-HF	30 (100)	0 (0)	0 (0)	30
G3-NaOH	9 (30)	19 (63.3)	2 (6.6)	30
Total	43 (47.7)	38 (42.2)	9 (10)	90

Table 4 Failure mode by surface treatment group

Group	Adhesive	Cohesive	Mixed
G1-APA	4	0	26
G2-HF	30	0	0
G3-NaOH	9	0	21
Total	43	0	47



Adhesión en zirconia



8. Resultados adicionales

En adición se realizaron mediciones de la rugosidad en muestras de zirconia con los tres tratamientos de superficie y un grupo control utilizando un perfilometro (Perthometer M2, Mahr Göttingen Alemania) siguiendo las recomendaciones de la norma ISO-4287.

Resultados

Se analizaron los resultados con la prueba estadística de Kruskal Wallis la cual mostró que no existió diferencia significativa entre grupos con los valores obtenidos con el perfilometro.

Por otra parte también se procedió a evaluar la citotoxicidad de las técnicas de tratamiento propuestas en este trabajo de investigación, sobre líneas de fibroblastos gingivales humanos, de acuerdo a la norma ISO 10993-5.

Resultados

Los resultados mostraron que existe una viabilidad celular del 60 al 80% dependiendo de la técnica de estudio; por extractos y de forma directa respectivamente, lo cual indica que las técnicas de tratamiento utilizadas en este estudio muestran un nivel de citotoxicidad baja.

9. Discusión general

El objetivo general de este trabajo de investigación fue evaluar la resistencia al descementado de la zirconia con tres técnicas de tratamiento de la superficie; mecánico y combinado con un componente ácido y un componente alcalino. Las variables que influyen en la adhesión son las características de las superficies adherentes y los adhesivos.²⁷ Dentro de las características de interés para promover la adhesión se encuentra la rugosidad de la superficie adherente y ha sido considerada la llave del éxito para llevar a cabo la adhesión en zirconia.³⁸ Por lo tanto como primer paso fue necesario evaluar las técnicas de elaboración de muestras en el laboratorio de investigación para medir la rugosidad y morfología obtenida con las diferentes técnicas de corte y pulido reportadas en la literatura.^{36,38,55}

Se ha documentado que el tratamiento superficial de las muestras de zirconia presinterizada o totalmente sinterizada puede alterar las propiedades mecánicas y en consecuencia la vida útil del material,^{56,57} para el manejo adecuado de las muestras de zirconia es necesario tener en consideración la naturaleza policristalina metaestable que le permite tener una transformación de fase ante estímulos físicos y químicos como mecanismo de tenacidad.^{8,10}

Los procesos de corte y pulido introducen tensiones residuales de diferente grado dependiendo del material, promoviendo la transformación de fase y pueden dar origen al inicio de la degradación.⁵⁸ La rugosidad superficial y tenacidad de muestras cortadas en CAD/CAM variando la velocidad y profundidad, muestran que el tallado reduce de forma significativa la resistencia y confiabilidad de la zirconia,⁵⁶ por lo tanto, el intento de contrarrestar el estrés compresivo por medio de la transformación de fase, puede introducir fracturas a la zirconia al momento del corte. Por otra parte ha sido reportado que el calor es capaz de revertir la transformación de fase superficial.⁵⁷ Con base en lo anterior los factores técnica de corte y

estado de sinterizado deben ser considerados en el laboratorio al realizar investigación en zirconia, de otra manera los resultados pueden ser alterados por la manipulación de los especímenes previo al experimento. Es importante el uso de zirconia presinterizada para la preparación de muestras de laboratorio que sean capaces de mantener las propiedades de estudio una vez que el proceso de sinterizado revierta las tensiones residuales acumuladas por el corte.

El sistema CAD/CAM, ofrece la ventaja de asegurar un proceso más estricto y control de calidad que en otras situaciones en donde interviene la mano del operador⁵⁶ lo cual es de especial importancia debido a que en la práctica clínica es el método de fabricación de las restauraciones dentales.

Los resultados de la comparación de los diferentes métodos de fabricación de los especímenes de este estudio mostraron que no existe diferencia significativa para la variable (R_a) independientemente del instrumento de corte y del proceso adicional de pulido para las muestras. El valor de media más alto fue para el grupo de corte con disco de diamante, seguido por el de sistema CAD/CAM y G4 (pulido con papel abrasivo #1200), y por último los grupos G3, G5 y G6, lo que es congruente respecto a la granulometría utilizada. Para el parámetro de rugosidad máxima (R_{ms}) que es el que reporta los puntos más altos del relieve medido, se encontraron diferencias significativas entre los grupos de disco y pulido con respecto al grupo CAD/CAM, lo que indica, que la superficie obtenida por medio de este proceso en el presente estudio muestra un relieve con picos y valles de un rango amplio al conjuntar los valores de ambos parámetros para G1 (0.0350-1.1383 μm). Las micrografías de los grupos de estudio muestran un patrón único de los procesos de corte y pulido utilizados en el presente estudio, se puede observar que existe una similitud en la morfología entre G1 y G3 sin embargo los valores medios de rugosidad en estos dos grupos difieren más que los valores encontrados entre el G1

y G4, donde por el contrario la morfología difiere sustancialmente. Tomando en cuenta la morfología y la falta de una diferencia estadística significativa para R_a entre grupos experimentales y una diferencia significativa para el parámetro R_{ms} , se puede concluir que la rugosidad es un valor independiente de la morfología lo que coincide con lo reportado en otro estudio en donde además se reporta que una superficie de mayor rugosidad produce una línea de estrés compresivo benéfica para la resistencia a la degradación, mientras que los procedimientos de pulido más fino producen transición de fase en las áreas rayadas (surcos) debido al estrés residual por el daño plástico y elástico de la superficie del material.³⁵ Con base en esos resultados podemos sugerir que la superficie fabricada por el sistema CAD/CAM es menos riesgosa para la estructura de zirconia, en comparación con un pulido a través de papel abrasivo.

Cabe destacar que la medición de la rugosidad se realizó con AFM el cual a diferencia del perfilometro mide un área cuadrada en lugar de una línea, en este caso el área medida fue de $80\mu\text{m} \times 80\mu\text{m}$ en 5 puntos diferentes de cada muestra, lo cual puede darnos un panorama más completo de la rugosidad sin que la morfología sea un factor que altere los resultados, además de que ha sido reportado que el AFM es el instrumento adecuado porque tiene una mayor sensibilidad ya que es capaz de detectar valores de rugosidad a nivel nanométrico,⁵⁹ sin embargo es importante conocer los valores del perfil secundario de las superficies a estudiar para asegurar el entendimiento del comportamiento de los materiales en el laboratorio ante las diferentes variables de estudio por lo cual es recomendable utilizar más de un instrumento de medición de la rugosidad.⁶⁰ Con base en lo encontrado en este y otros estudios se muestra la importancia de la estandarización de fabricación de las muestras en los procesos de investigación, el sistema CAD/CAM no fue la técnica que presentó los valores de rugosidad

más bajos, ni la forma más homogénea, sin embargo es el proceso utilizado en la práctica clínica y que junto con el uso de zirconia presinterizada podría disminuir la introducción de defectos que inicien la transición de fase que además tendría como resultado una recuperación de las tensiones acumuladas durante el proceso de sinterización, obteniendo de esta manera muestras con características físicas y mecánicas ideales para las variables de interés.

Como se mencionó previamente el objetivo principal de este estudio fue investigar el efecto de tres tratamientos de superficie sobre la resistencia al descementado de zirconia. A pesar de las numerosas investigaciones respecto a la adhesión en zirconia, la falta de estandarización en los reportes mantiene la necesidad de seguir generando evidencia.³⁴

La técnica más utilizada para la preparación de las muestras de los estudios reportados utilizan la técnica de corte con máquina de baja velocidad seguido de un pulido,^{33,36,37,61-63} mientras que el procedimiento común en la práctica clínica es a través del sistema CAD/CAM, en este estudio las muestras fueron diseñadas y maquinadas por dicha tecnología por lo tanto pudimos tener un abordaje cercano a la realidad respecto al efecto de los tratamientos de superficie sobre la rugosidad, lo cual es relevante ya que es considerada como una variable predictora importante independientemente del tamaño de grano que se utilice.³⁸ Al respecto también ha sido reportado que se puede encontrar diferencia significativa de la rugosidad dependiendo de la distancia y diferencia significativa de la resistencia al descementado a diferentes ángulos de arenado independientemente de la distancia.³⁶ En esta investigación todos los grupos experimentales fueron arenados y fueron tomadas en cuenta las recomendaciones de estudios previos respecto al ángulo, distancia y se siguieron con estricto apego las instrucciones del fabricante respecto a la presión y granulometría del óxido de aluminio. En esta investigación se midió la rugosidad de un grupo control, es decir una vez que la muestra fue diseñada y cortada por el sistema

CAD/CAM la rugosidad fue reportada, lo cual es relevante desde el punto de vista que los odontólogos reciben restauraciones con condiciones similares en la parte interior de las mismas, por lo tanto la modificación que se presentó después del tratamiento de la superficie en esta investigación está cercana a la realidad de la práctica clínica. En esta fase de la investigación se midió y reportó la rugosidad media (R_a) la cual fue obtenida a través de AFM después de los diferentes tratamientos de superficie combinados; mecánico, y combinado con una solución ácida (HF 9%) y con una solución alcalina (NaOH 0.01M, pH 13.5). Los resultados del análisis estadístico mostraron que existe diferencia significativa entre los grupos experimentales con el control, lo cual coincide con otros estudios en donde los investigadores reportan que las muestras sometida a arenado presentan una superficie con mayor rugosidad en comparación con las del grupo control.^{33,36,61}

Por otra parte no se encontró diferencia entre los grupos experimentales, lo cual puede ser explicado debido a que los tres grupos recibieron el mismo tratamiento mecánico y el tratamiento químico adicional parece no tener efecto en la degradación de los cristales de zirconia bajo el protocolo utilizado en esta investigación, por lo tanto no hubo efecto en la rugosidad de la superficie. Existen evidencias de que el HF a una concentración del 9.5% (similar a la de nuestro estudio) es capaz de modificar la superficie de la zirconia, sin embargo el tiempo de exposición es prolongado, por lo menos 1 hora en inmersión a 25°C o un minuto a inmersión a 80 °C.⁶⁴ En cuanto a la morfología en esta investigación las observaciones realizadas a través de SEM, no mostraron una diferencia substancial entre las superficies con los diferentes tratamientos utilizados, lo cual coincide con lo reportado por Xie *et al.*,⁴⁶ en el que se comparan tres grupos similares a los de la presente investigación; arenado, ácido y una

solución alcalina sin reportar diferencias importantes entre grupos, por lo tanto los resultados de morfología son congruentes con los valores de rugosidad reportados en este estudio.

Debido a que la rugosidad es un factor importante que promueve la retención mecánica entre el adhesivo y la superficie de zirconia la ausencia de diferencia estadística entre grupos es un factor favorable para determinar la influencia del tratamiento químico adicional; ácido o alcalino. Para la resistencia al descementado el valor más bajo obtenido fue para el grupo de tratamiento con solución ácida, el cual muestra diferencia significativa respecto al grupo de arenado y al de arenado con acondicionamiento alcalino. La resistencia al descementado es altamente influenciada por los tratamientos de superficie por medio del arenado con partículas de óxido de aluminio de 50 μ m en combinación con los adhesivos y cementos de resina que contengan el monómero MDP debido a que el arenado promueve la humectancia y el 10-MDP promueve la adhesión.⁶⁵ Por lo tanto, si se tienen las mismas posibilidades de retención mecánica y de la adhesión química a través del monómero 10-MDP se puede sugerir que bajo las mismas condiciones en todos los grupos, los resultados pueden ser atribuidos al efecto de los tratamientos químicos. Entonces puede concluirse que el tratamiento con HF tiene un efecto negativo sobre la resistencia al descementado con el protocolo utilizado en esta investigación, lo cual es congruente con otros estudios.⁴⁶ Lo anterior puede ser explicado por el proceso de formación del complejo P-O-Zr al reaccionar el 10-MDP con la superficie de la zirconia⁴⁵ es necesaria la disociación de iones H⁺ para dar lugar a la formación de dicho complejo y como consecuencia se ha sugerido que altos niveles de iones hidrógeno pueden debilitar la adhesión.⁴⁶ El pH influye en la reacción química de los sistemas de adhesión de autopolimerizado por lo que un monómero de pH bajo da como resultado un valor bajo de resistencia al descementado y esto puede explicarse por la existencia de una competencia por la amina terciaria entre los

monómeros residuales ácidos y el peróxido de benzoilo.⁶⁶ Por otra parte, a pesar de que existen algunas evidencias de la unión química entre el monómero 10-MDP y la superficie de zirconia,^{45,46} el mecanismo no ha sido completamente explicado. Existen tres posibles mecanismos de interacción del monómero 10-MDP con la zirconia; puentes de hidrogeno, enlaces iónicos y ambos mecanismos en el mismo monómero los autores proponen que la interacción del monómero MDP con la zirconia puede ocurrir en un medio neutro, en el que solo un grupo P-OH puede interactuar ya sea con la superficie de la zirconia o un grupo fosfato cercano.⁶⁷ En el presente estudio se encontró un efecto negativo sobre la resistencia al descementado en el grupo de tratamiento de la superficie con una solución ácida como se mencionó previamente, por lo que es necesario mayor investigación respecto al mecanismo de interacción de la superficie de zirconia con el monómero 10-MDP bajo condiciones ácidas, debido a que ha sido reportado que existe afinidad de algunos ácidos a formar puentes de hidrógeno con polvos de ZrO_2 ,⁶⁸ mientras que el tratamiento con una solución alcalina antes de la adhesión puede mejorar los valores de la resistencia al descementado, encontrando diferencia significativa cuando se comparó con superficies de pH neutro, ácido después de 30 días de almacenamiento en agua.⁴⁶ En nuestro estudio el valor más alto de la resistencia al descementado fue para el grupo tratado con una solución alcalina, sin embargo no se encontró diferencia estadística significativa cuando se comparó con el grupo con solo arenado y es consistente con los resultados de otro estudio en el cual se utilizaron acondicionadores de superficie que contienen 10-MDP y un tratamiento previo con una solución de NaOH 0.5M en donde se reporta el valor más alto para el grupo tratado con esta solución sin embargo no se encontraron diferencias significativas.⁴⁷ Las diferencias de resultados en estos estudios pueden ser explicadas por la diferencia de pH o en la molaridad de cada una de las soluciones de estudio.

Adhesión en zirconia

Por lo anterior podría sugerirse que la resistencia al descementado es dependiente del valor de pH alcalino, sin embargo al comparar superficies de zirconia con cuatro tratamientos alcalinos con diferente pH se concluye que los valores de pH alcalino más altos utilizados antes de la aplicación de 10-MDP no necesariamente mejoran la adhesión.⁶⁹ Es necesario realizar nuevos estudios para determinar si existe un rango específico de pH alcalino que mejore de forma consistente la adhesión sobre zirconia.

Respecto al tipo de fractura, se determinó de acuerdo al ARI que el 63% del modo de fractura para los grupos de arenado y arenado/solución NaOH corresponde al criterio 1 lo que significa que hubo una falla cohesiva sobre alguna área del material de adhesión lo cual sugiere que la adhesión entre la zirconia y el material de cementado fue mayor que el de cohesión.

Para el grupo tratado con la solución de HF se encontró el criterio 0 en el 100% de las muestras lo que significa que no hay una adhesión química ni retención mecánica entre la zirconia y el agente adhesivo.

De acuerdo a los resultados de este estudio, podemos sugerir que la rugosidad y el uso de adhesivos y agentes cementantes a base de resina que contienen el monómero 10-MDP no son los únicos factores que influyen para el éxito de la adhesión sobre zirconia, las condiciones químicas de los adherentes también juegan un papel importante en el proceso, en conclusión; este estudio reveló que la solución alcalina mejora los valores de la resistencia al descementado mientras que la solución ácida tiene un efecto negativo, sin embargo actualmente se ha sugerido el uso de soluciones ácidas para modificar o limpiar la superficie de la zirconia previo al proceso de adhesión, sin tener en cuenta que los agentes cementantes de zirconia generalmente son de curado dual debido a la opacidad de la zirconia por lo tanto tienen una reacción de polimerización inicial química que podría ser afectada por un pH ácido.

10. Conclusiones generales

Con las limitaciones de este estudio las siguientes conclusiones fueron realizadas;

Fase I

- No se encontró diferencia significativa para R_a , con los métodos de corte y pulido utilizados en el presente estudio a pesar que la morfología fue diferente para cada grupo.
- El grupo preparado con CAD/CAM fue significativamente diferente para el parámetro R_{ms} con respecto a todos los grupos experimentales.
- La rugosidad es independiente de la morfología.

Fase II

- Los tratamientos de superficie utilizados en esta investigación; arenado ácido fluorhídrico e hidróxido de sodio modificaron la morfología de la superficie de zirconia y aumentaron la rugosidad.
- Las diferencias de los tratamientos de superficie no tienen efecto significativo sobre la rugosidad de superficie.
- La resistencia al descementado fue afectada significativamente por el tratamiento con la solución de HF, mientras que la solución de NaOH mejoró los valores sin ser significativos.
- La falla adhesiva del grupo tratado con HF confirma el efecto negativo sobre la adhesión del cemento de curado dual utilizado en este estudio.

11. Bibliohemerografía

1. Farias-Neto A, Gomes EM da CF, Sánchez-Ayala A, Sánchez-Ayala A, Vilanova LSR. Esthetic Rehabilitation of the Smile with No-Prep Porcelain Laminates and Partial Veneers. *Case Reports in Dentistry*. 2015;452765. doi:10.1155/2015/452765.
2. Salud Buco dental, Organización mundial de la salud [Internet] [Updated 2018; cited 15 de julio 2015] disponible en <http://www.who.int/mediacentre/factsheets/fs318/en>
3. Isabelle L. Denry. Restauraciones totalmente cerámicas. En: Rosenstiel SF, Land MF, Fujimoto J. *Prótesis fija contemporánea*. 4ª. ed. Barcelona España: Elsevier; 2009. p.774-803.
4. Kenneth J. Anusavice. Porcelanas dentales. En: Anusavice. Phillips, *Ciencia de los materiales dentales*. 11ª. ed. Barcelona Espana: Elservier; 2008. p.655-719.
5. Materiales Cerámicos. En: Montagna F, Barbesi M. *Cerámicas, Zirconio y CAD/CAM*. AMOLCA; 2013. p.31.
6. Christel P, Meunier A, Heller M, Torre JP, Peill CN. Mechanical properties and short-term in vivo evaluation of yttrium-oxide partially-stabilized zirconia. *J Biomed Mater Res* 1989;23:45-61.
7. Guazzato M, Albakry M, Ringer Sp, Swain MV. Strength, fracture toughness, and microstructure of a selection of all-ceramic materials. Part II. Zirconia-based dental ceramics. *Dent Mater* 2004;20:449-56.
8. Montagna F, Barbesi M. *Cerámicas, Zirconio y CAD/CAM*. AMOLCA;2013. p.151-78.
9. Piconi C, Maccauro G. Review. Zirconia as a ceramic biomaterial. *Biomaterials* 1999;20:1-25.
10. Garvie RC, Hannink RH, Pascoe RT. Ceramic Steel? *Nature* 1975;258:703-4.

11. Garvie RC. A personal history of the development of transformation toughened PSZ Cermics. *J. Aus. Ceramic Soc* 2014;50:15-22.
12. Gong SH, Lee H, Pae A, Noh K, Shin YM, Lee JH *et al.* Gene expression of MC3T3-E1 osteoblastic cells on titanium and zirconia surface. *J Adv Prosthodont* 2013;5:416-22.
13. Covacci V, Bruzzese N, Maccauro G, Andreassi C, Ricci GA, Piconi C, *et al.* In vitro evaluation of mutagenic and carcinogenic power of high purity zirconia ceramic. *Biomaterials* 1999;20:371-6.
14. Zárate J, Contreras ME, Juárez H, Pérez R. Relación microestructura-propiedades mecánicas y térmicas de compositos de circonia-alúmina. *Rev Mex Fís* 2004;50:54-6.
15. Gökçen- Röhlig B, Saruhanoglu A, Cifter ED, Evlioglu G. Applicability of zirconia dental prostheses for metal allergy patients. *Int J Prosthodont* 2010;23:562-5.
16. Rimondini L, Cerroni L, Carrassi A, Torricelli P. Bacterial colonization of zirconia ceramic surfaces: an in vitro and in vivo study. *Int J Oral Maxillofac Implants* 2002;17:793-8.
17. Scarano A, Piattell M, Caputi S, Faver O GA, Piattelli A. Bacterial adhesion on commercially pure titanium and zirconium oxide disk: an in vivo human study. *J Periodontol* 2004;75:292-6.
18. Martinez-Rus F, Garcia AM, DE Aza AH, Pradies G. Radiopacity of zirconia-based all-ceramic crown system. *Int Jour Prosthodont* 2011;24:144-6.
19. Att W, Grigoriadou M, Strub JR. ZrO₂ three-unit fixed partial dentures: comparison of failure load before and after exposure to mastication simulator. *J Oral Reahabil* 2007;34:282-90.

20. Raigrodski AJ, Hillstead MB, Meng GK, Chung KH. Survival and complications of zirconia-based fixed dental prostheses: a systematic review. *J Prosthet Dent* 2012;107:170-7.
21. Manicone PF, Lommetti PR, Raffaelli L. An overview of zirconia ceramics: Basic properties and clinical applications. *J Dent* 2007;35:819-6.
22. Tinschert J, Natt G, Mautsch W, Augthon M, Spiekermann H. Fracture resistance of lithium disilicate-alumina and zirconia-based three-unit fixed partial dentures: a laboratory study. *Int J Prosthodont* 2001;14:231-8.
23. Hirata R, Viotti R, Reis AF, de Andrade OS. All ceramic inlay-retained fixed partial bridge using a CAD-CAM produce U-TZP framework and fluoroapatite veneering ceramic: a clinical report. *Gen Dent* 2007;55:657-62.
24. Li R, Zhou H, Wei W, Wang C, Sun YC, Gao P (2015) Effects of Mechanical and Chemical Pretreatments of Zirconia o Fiber Post on Resin Cement Bonding. *PLoS ONE* 10(6):e0129690.
25. Chen D, Wang N, Gao Y, Shao L, Deng B. A 3-dimensional finite element analysis of the restoration of the maxillary canine with a complex zirconia post system. *J Prosthet Dent* 2014;112:1406-15.
26. Ananth, H., Kundapur, V., Mohammed, H. S., Anand, M., Amarnath, G. S., & Mankar, S. A Review on Biomaterials in Dental Implantology. *Int. J Biom. Sci.* 2015, 11(3), 113–20.
27. Roulet JF, Vanherle G. Adhesive technology for restorative dentistry. 2004 Quintessence, Chicago.

28. Buonocore MG. A simple method of increasing the adhesion of acrylic filling materials to enamel surface. *J Dent Res* 1955;34:849-53.
29. International Standards Organization: Dentistry — Testing of adhesion to tooth structure. ISO 11405:2015.
30. Piascik JR, Swift EJ, Thompson JY, Grego S, & Stoner, BR. Surface modification for enhanced silanation of zirconia ceramics *Dent Mater.* 2009;25(9): 1116-21.
31. Hao L, Lawrence J, & Chian KS (2005) Osteoblast cell adhesion on a laser modified zirconia based bioceramic. *J Mater Sci: Mater Med* 2005;16(8):719-726.
32. Firas D, Geneviève G, Patrick S. Critical Surface Energy of Composite Cement Containing MDP (10-Methacryloyloxydecyl Dihydrogen Phosphate) and Chemical Bonding to Hydroxyapatite, *Journal of Biomaterials Science, Polymer Edition* 2012;23:543-4, DOI: 10.1163/092050611X554480.
33. Lung CY, Liu D, Matinlinna JP, Silica coating of zirconia by silicon nitride hydrolysis on adhesion promotion of resin to zirconia. *Mater Sci Eng C Mater Biol Appl* 2015;46:103-10.
34. Öscan M, Bernasconi M. Adhesion to Zirconia Used for Dental Restorations: A systematic Review and Meta-Analysis. *J Adhes Dent.* 2015;17(1):7-26, doi:10.3290/j.jad.a33525.
35. Murthy V, Balaji M, Livingstone D. Effect of Four Surface Treatment Methods on the Shear Bond Strength of Resin Cement to zirconia Ceramics-A Comparative *in vitro* study. *J of Clin and Diag Res* 2014;(8):9:65-68 Doi:10.7860/JCDR/2014.4872

36. Ho BJ, Tsoi JK, Liu D, Lung CY, Wong HM, Matinlinna JP. Effects of sandblasting distance and angles on resin cement bonding to zirconia and titanium. *Int J Adhes Adhes* 2015;62:25-31
37. Sciasci P, Oliveira- Abi-Rached F, Luis-Adabo G, Baldissara P, Garcia-Fonseca R. Effect of surface treatments on the shear bond strength of luting cements to Y-TZP ceramic. *J Prosthet Dent* 2015;113:212-219.
38. Gomes AL, Castillo-Oyague R, Lynch CD, Montero J, Albaladejo A. Influence of sandblasting granulometry and resin cement composition on microtensile bond strength to zirconia ceramic for dental prosthetic frameworks. *J Dent*. 2013;41;31-41.
39. Ying Kei Lung C, Liu D, Pekka Matinlinna J. Silica coating of zirconia by silicon nitride hydrolysis on adhesion promotion of resin to zirconia. *Mat Sci Eng C* 2015;46:103-10
40. Nishigawa G, Maruo Y, Irie M, Oka M, Yoshijara K, Minagi S, Nagaoka N, Yoshida Y, Suzuki K. Ultrasonic cleaning of silica-coated zirconia influences bond strength between zirconia and resin luting material. *Dent Mat J* 2008; 27(6):842-848
41. Menani L, Farhat I, Tiozzi R, Ribeiro R, Guastaldi A. Effect of surface treatment on the bond strength between yttria partially stabilized zirconia ceramics and resin cement. *J Prosthet Dent* 2014;112:367-4.
42. Liu D, Kit-Hon Tsoi J, Matinlinna JP, Wong HM. Effect of some chemical surface modifications on resin zirconia adhesion. *J Mechan Behav Biomed Mater* 2015;46:23-30.
43. Kern M, Wegner SM. Bonding to zirconia ceramic: adhesion methods and their durability, *Dent Mater*. 1998;14:(1):64-71.

44. Miyazaki T, Nakamura T, Matsumura H, Ban S, Kobayashi T. Current status of zirconia restoration. *Journal of Prosthodontic Research* 2013;57:236-61.
45. Chen L, Suh BL, Brown D, Chen X. Bonding of primed zirconia ceramics: evidence of chemical bonding and improved bond strengths. *Am J Dent*. 2012 25;(2):103-108.
46. Xie H, Tray F, Zhang F, Lu Y, Shen S, Chen C. Coupling of 10-methacryloyloxydecyl dihydrogenphosphate to tetragonal zirconia: Effect of pH reaction conditions on coordinated bonding. *Dent Mater* 2015;30:2585-93.
47. Lorenzoni FC, Leme VP, Santos LA, de Oliveira PCG, Martins LM, Bonfante G. Evaluation of chemical treatment on zirconia Surface with two primer agents and an alkaline solution on bond strength. *Oper Dent*. 2012;37:(6):625-33.
48. Echeverri DM, Garzón H. Cementación de estructuras para prótesis parcia fija en zirconia. *Rev Fac Odontol Univ Antioq* 2013;24:321-35.
49. Ortorp A, Kihl ML, Carlsson ge. A 3- year retrospective and clinical follow-up study of zirconia single crowns performed in a private practice. *J Dent* 2009;37:731-36.
50. Pjetursson BE, Sailer I, Zwahlen M, Hammerle CH. A systematic review of the survival and complication rates of all-ceramic and metal-ceramic reconstructions after an observation period of at least 3 years. Part I Single crowns. *Clin Or Imp Res* 2007;18su ppl.3):73-85.
51. Walton TR. A 10-year longitudinal study of fixed prosthodontics: Clinical characteristics and outcome of single-unit metal-ceramic crowns. *Int J Prosth* 1999;12(6)519-26
52. International Standards Organization: geometrical product specifications (GPS). Surface texture: Profile method; measurement standard. ISO 4287:1997:

53. Light curing-Guidelines for practitioners a consensus statement from the 2014 Symposium on light curing in dentistry held at Dalhousie University, Halyfax Canada. *J Adhes Dent* 2014;16(4):303-4.
54. Artun J, Berglands S. Clinical trials with crystal growth conditioning as an alternative to acid-etch enamel pretreatment. *Am J Orthod* 1984;85:333-40
55. Nishigawa G, Mauro Y, Irie M, Meada N, Yoshihara K, Nagaoka N, et al. (2016) Various effects of sandblasting of dental restorative materials. *PLoS One* 11(1):e0147077.doi:10.1371/journal.pone.0147077
56. Rekow D, Thompson VP. Near surface damage-a persistent problem in crowns obtained by computer aided design and manufacturing. *Proc IMechE Part H J Eng Med.* 2005;219:233-43
57. Denry IL, Holloway JA. Microstructural and crystallographic surface changes after grinding zirconia based dental ceramics. *J Biomed Mater Res.* 2006;76B:440-8
58. Deville S, Chevalier J, Gremillard L. Influence of surface finish and residual stress on the aging sensitivity of biomedical grade zirconia. *Biomaterials.* 2006;27:2186-92
59. Poon Chin Y, Bhushan B. Comparison of surface roughness measurements by stylus profiler. AFM and non-contac optical profiler. *Wear* 1995;190:76-88
60. Whitehead SA, Shearer AC, Watts DC, Wilson NHF. Comparison of methods for measuring surface roughness of ceramic. *J Oral Rehabi.* 1995;22:421-7
61. Liu D, Pow H.N.E, Kit-Hon Tsoi J, Matinlinna P. J. Evaluation of four surface coating treatments to zirconia bonding. *J of Mec Behav of Biomed Mater* 2014;32:3000-09

62. Oliveira-Ogliari A, Collares FM, Feitosa VP, Sauro S, Ogliari FA, Moraes RR. Methacrylate bonding to zirconia by in situ silica nanoparticle surface deposition. *Dent Mater* 2015;31:68-76,
63. Martins AR, Gotti VB, Shimano MM, Boges GA, Gonçalves L de S. Improving adhesion between luting cement and zirconia-based ceramic with an alternative surface treatment. *Braz Oral Res* 2011;29:<http://dx.doi.org/10.1590/1807-3107BOR-2015.vol29.0054>
64. Sriamporn T, Thamrongananskul N, Busabok C, Poolthong S, Uo , Tagami J. Dental zirconia can be etched by hydrofluoric acid. *Dent Mater J* 2014;33:79-85
65. 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 doi:10.1155/2015/389234
66. Franco EB, Lopes LG, D'Alpino PH, Pereira JC. Influence of pH of different adhesive systems on the polymerization of chemically cured composite resin. *Braz Dent J* 2005;16:107-11
67. Nagaoka N, Yoshihara K, Feitosa VP, Tamada Y, Irie Me, Yoshida Y, et al. Chemical interaction mechanism of 10-MDP with zirconia. *Sci Rep* 2017; 7:45563 doi:10.1038/srep45563
68. Pawsey S, McCormick M, De Paul S, Graf R, Lee YS, Reven L, et al. ¹H Fast MAS NMR studies of hydrogen-bonding interactions in self-assembled monolayers. *J Am Chem Soc* 2003;125:4174-84

69. Quian M, Lu Z, Chen C, Zhang H, Xie H. Alkaline nanoparticle coatings improve resin bonding of 10-methacryloyloxydecylidihydrogenphosphate-conditioned zirconia. *Int J Nanomedicine* 2016;11:5057-5066

Adhesión en zirconia

12. Anexos

12.1. Definición conceptual y operacional de las variables. (Anexo 1)

Independientes

Variable	Definición conceptual	Definición operacional	Tipo de variable	Escala de medición	Análisis estadístico
Arenado	Es la acción de propulsar con aire a alta presión un fluido, o material con fuerza abrasiva contra una superficie para alisarla o eliminar materia.	El arenado se realizó con partículas de óxido de aluminio (Al_2O_3) a un 1 Bar de presión a una distancia de 10mm, a un ángulo de 90° durante 30 segundos	Cualitativa	Nominal Se aplica No se aplica	
Hidróxido de Sodio (NaOH)	A temperatura ambiente, el hidróxido de sodio es un sólido blanco cristalino sin olor que absorbe humedad del aire, al mezclarse con agua forma una solución alcalina	Se hizo una solución en un radio de 0.01-0.001mol/L (0.98-0.098g/1L) dando como resultado un pH (13.5). Se aplicó sobre la superficie arenada y limpia de zirconia y se dejó actuar durante 10 min.	Cualitativa	Nominal No se aplica Se aplica	
Ácido Fluorhídrico (HF)	El ácido fluorhídrico es la solución acuosa de fluoruro de hidrógeno.	Se utilizó en una concentración de 9%, aplicándose sobre la superficie de zirconia arenada y limpia y dejándose actuar durante 2 minutos y se procedió a lavar y a secar la superficie.	Cualitativa	Nominal Se aplica No se aplica	ANOVA-de una vía

Adhesión en zirconia

Dependientes

Variable	Definición Conceptual	Definición Operacional	Tipo de variable	Escala de Medición	Análisis estadístico
Rugosidad promedio (R_a)	La rugosidad media Ra corresponde a la media aritmética de los valores absolutos de la desviación del perfil dentro de la longitud de base l.	Se determinó con AFM 80 x 80 μm y 50 x 50 μm	Cuantitativa	Continua Se reporta en μm	ANOVA de una vía ó Kruskal Wallis
Rugosidad Máxima (R_{ms})	La rugosidad máxima R _{ms} es el valor más alto de la rugosidad aislada Zi en la longitud de evaluación lm.	Se determinó con AFM 80 x 80 μm y 50 x 50 μm	Cuantitativa	Continua Se reporta en μm	ANOVA de una vía ó Kruskal Wallis
Resistencia al descementado	La fuerza necesaria por unidad de área requerida para fracturar una interface de unión.	Se realiza en una máquina de ensayos universales a una de 1 mm/min o a una carga de 50 ± 2 N/min. Se expresa en MPa.	Cuantitativa	Continua Se expresa en MPa.	ANOVA de una vía ó Kruskal Wallis
Tipo de fractura	Lugar en donde ocurre la falla al momento del descementado.	Adhesiva: interface zirconia-resina. Cohesiva: material de adhesión. Mixta: una combinación de ambas. Se determinará a través de microscopio estereoscópico y microscopía electrónica.	Cualitativa nominal	Nominal Adhesiva Cohesiva Mixta	X ²