



# **Universidad Autónoma de San Luis Potosí**

## **Maestría en Ciencias Odontológicas en el Área de Odontología Integral Avanzada**

**TESIS**

**Tratamiento de la superficie feldespática con ácido  
fluorhídrico al 9% y su eliminación con una  
solución de bicarbonato de sodio vs ultrasonido.  
Comparación de la adhesión**

**PRESENTA para obtener el grado de Maestro en Ciencias  
Odontológicas:**

**JESUS ENRIQUE MORENO ORTA**

**San Luis Potosí, S.L.P., México, 2020**



*Tratamiento de la superficie feldespática con ácido fluorhídrico al 9% y su eliminación con una solución de bicarbonato de sodio vs ultrasonido. Comparación de la adhesión por Jesús Enrique Moreno Orta se distribuye bajo una [licencia de Creative Commons Reconocimiento-NoComercial-SinObraDerivada 4.0 Internacional](https://creativecommons.org/licenses/by-nc-nd/4.0/).*



**Universidad Autónoma de San Luis Potosí**  
**Maestría en Ciencias Odontológicas en el Área**  
**de Odontología Integral Avanzada**

**TESIS**

**Tratamiento de la superficie feldespática con ácido fluorhídrico al 9% y su eliminación con una solución de bicarbonato de sodio vs ultrasonido. Comparación de la adhesión**

**PRESENTA**

**JESUS ENRIQUE MORENO ORTA**

**DIRECTOR DE TESIS**

**FRANCISCO JAVIER GUTIERREZ CANTÚ**

**CO - DIRECTOR**

**JAIRO MARIEL CARDENAS**

San Luis Potosí, S.L.P., México, 2020



**Universidad Autónoma de San Luis Potosí**  
**Maestría en Ciencias Odontológicas en el Área**  
**de Odontología Integral Avanzada**

**TESIS**

**Tratamiento de la superficie feldespática con ácido fluorhídrico al 9% y su eliminación con una solución de bicarbonato de sodio vs ultrasonido. Comparación de la adhesión**

**PRESENTA**

**JESUS ENRIQUE MORENO ORTA**

AUTORIDADES:

---

**E.C.M. Ricardo Martínez Rider**

Director de la Facultad

---

**Dra. Yolanda Hernández Molinar**  
Secretaria de Investigación y Posgrado de la  
Facultad

---

**Dr. Francisco Javier Gutiérrez Cantú**  
Coordinador de la MAESTRÍA EN CIENCIAS  
ODONTOLÓGICAS

San Luis Potosí, S. L. P., México, Agosto del 2020



**Universidad Autónoma de San Luis Potosí**  
**Maestría en Ciencias Odontológicas en el Área**  
**de Odontología Integral Avanzada**

**TESIS**

**Tratamiento de la superficie feldespática con ácido fluorhídrico al 9% y su eliminación con una solución de bicarbonato de sodio vs ultrasonido. Comparación de la adhesión**

**PRESENTA**

**JESUS ENRIQUE MORENO ORTA**

**Firmas**

**Director de Tesis**

Dr. Francisco Javier Gutiérrez Cantú

---

**Codirectores :**

Dr. Jairo Mariel Cárdenas

---

San Luis Potosí, S. L. P., México, Agosto del 2020



# INDICE

Resumen -----	1
Antecedentes-----	4
Justificación-----	15
Hipótesis Nula-----	16
Hipótesis Alterna-----	16
Preguntas de investigación-----	16
Objetivo General-----	17
Objetivos Específicos-----	17
Materiales y Métodos -----	18
Criterios de inclusión y exclusión-----	25
Criterios de Eliminación-----	26
Diseño de Estudio-----	26
Lugar de Realización-----	26
Grupo de Estudio-----	26
Análisis Estadístico-----	27
Consideraciones Éticas-----	28
Resultados-----	29
• Imágenes de Microscopio Electrónico de Barrido-----	29
• Espectrometría de Dispersión de Energía Rayos X-----	43
• Prueba de Cizallamiento-----	46
Discusión-----	49
Conclusiones-----	55
Referencias Bibliográficas-----	56





## RESUMEN

La cerámica feldespática es un material de restauración con propiedades estéticas óptimas que simulan mejor la apariencia de la dentición natural, reproducen características como translucidez, biocompatibilidad, resistencia a la compresión y coeficiente de expansión térmica similar al de la estructura dental. Las preparaciones se caracterizan por grosores que conservan mayor cantidad de tejido dental y requieren una serie de pasos para una fuerte adhesión entre la porcelana y el tejido dental, la penetración de los monómeros en la matriz dental desmineralizada, seguida de la polimerización, promueve el enlace micromecánico a través de la formación de capas híbridas. De manera similar, la superficie interna de la restauración cerámica debe estar preparada para optimizar la unión micromecánica entre la cerámica y la resina que se considera uno de los factores más importantes para lograr un desempeño clínico exitoso. El feldespato debe ser acondicionado en el laboratorio dental por medio de abrasión por partículas en aire y previo a la cementación debe grabarse con Ácido Fluorhídrico a diferentes concentraciones y tiempos de exposición. Un proceso de grabado apropiado en la superficie de porcelana combinada con la aplicación de un agente de acoplamiento de silano, se considera un tratamiento de rutina para las restauraciones libres de metal. El Ácido Fluorhídrico disuelve preferentemente la fase vítrea del feldespato y provoca una topografía similar a un panal que parecía más propicia para el desarrollo de altas fuerzas de unión en función del número de grandes porosidades logrando una mayor superficie de contacto para los agentes cementantes. Si bien, hay pasos que se describen con menos frecuencia en la optimización del grabado de porcelana se demostró que el grabado con ácido fluorhídrico genera una cantidad significativa de desechos cristalinos, productos de una reacción del fluorosilicato de sodio (Na), potasio (K), calcio (Ca) y aluminio (Al) contaminando la superficie con precipitados de flúor. Los análisis con microscopia muestran que los precipitados cristalinos sobre la superficie grabada no son fácilmente solubles en agua después de la eliminación con jeringa triple, es necesaria una limpieza adicional con agua destilada en una tina ultrasónica para separar los precipitados cristalinos de flúor y permeabilizar los canales obteniendo una mayor superficie de contacto para los cementos a base de resina. El uso de productos para neutralizar el pH después del grabado sigue siendo un tema muy discutible, las diferentes concentraciones de ácido fluorhídrico pueden cambiar tanto el pH

como la energía de la superficie lo que afecta el proceso de unión. Utilizar una solución de bicarbonato de sodio o ácido fosfórico al 37 % reporta una influencia significativa en la resistencia de unión de la interfaz cemento –cerámica.

Una falla en la restauración de la porcelana podría ser causada por algunos factores como: la degradación de la adhesión, sellado marginal, falla cohesiva de la estructura dental o cerámica, mala adaptación marginal y relación de oclusión inadecuada, muchos estudios han señalado que la compresión cíclica es el estrés más común que está activo en la boca , la mayoría de los estudios in vitro han utilizado pruebas monotónicas como la resistencia al cizallamiento que consiste en medir el límite de fatiga en 1 ciclo para estudiar las propiedades de material y protocolos de unión.

Para el presente estudio sesenta premolares maxilares y mandibulares fueron seleccionados, se incrustaron en un cilindro de plástico lleno de resina acrílica curada químicamente para su mejor manejo en las pruebas de cizallamiento. Se realizaron 120 pastillas de cerámica Feldespática (VITA VMK Master®) color A2 opaco con un diámetro de 7 mm y una altura de 2 mm, las pastillas fueron tratadas con abrasión por partículas de aire con óxido de aluminio 50 µm a una presión de 2 bar durante 1 minuto. Se dividieron aleatoriamente en 4 grupos con una N = 30 muestras con los siguientes tratamientos; Grupo control grabado con ácido fluorhídrico 9% (Ultradent® Porcelain Etch. Ultradent Products, Inc USA) más lavado y secado con jeringa triple. Grupo A grabado con ácido fluorhídrico 9%, neutralización con una solución de bicarbonato de sodio, lavado y secado con jeringa triple. Grupo B; grabado con ácido fluorhídrico 9% , neutralización con una solución de bicarbonato de sodio, lavado , ultrasonido en agua destilada por 5 minutos y secado con jeringa triple. Grupo C; grabado con ácido fluorhídrico 9%, lavado, ácido fosfórico 37% por 1 minutos cepillando la superficie con un aplicador de adhesivo , lavado , ultrasonido en agua destilada por 5 minutos y secado con jeringa triple. Los 4 grupos fueron divididos además en 3 subgrupos con una N= 10 muestras para exponerlas a diferentes tiempo de grabado con ácido fluorhídrico 9% durante ; 30 segundos, 1 minuto y 2 minutos. Se fabricaron 14 pastillas de cerámica adicionales que se dividieron en los grupos ya mencionados para observarlas al microscopio electrónico de barrido (JSM-6510 Series Scanning Electron Microscope JEOL Ltd) y espectrometría de dispersión de energía de rayos X para determinar la morfología y características químicas de la superficie.

Después las superficies tratadas para la adhesión se humectaron con silano (Ultradent® Silane) durante 1 minuto. La cementación de las restauraciones a las caras vestibulares y palatinas de los premolares se realizó con un sistema compuesto dual y de autograbado (3M ESPE Rely X™ U200) siguiendo las recomendaciones del fabricante se fotopolimerizó la superficie durante 40 segundos con una lámpara led a una intensidad de 395-480nm (VALO® Ultradent). Se utilizó una Máquina de prueba universal (SHIMADZU - AGS-X series software LITE X) para someter las muestra a una prueba de cizalla, fijando los premolares a una prensa dirigiendo la interfaz de unión paralela a la punta de cizallamiento. Se utilizó un modo de ensayo sencillo con una velocidad de 1mm/minuto en una fuerza máxima de 400 Newton hasta que se ocasiono separación de la pastilla o ruptura de la muestra.

Es importante que los protocolos de adhesión reduzcan el tiempo de trabajo a solo segundos, la serie de pasos que aumentan el tiempo del acondicionamiento de la superficie debe garantizar una mejor resistencia a la unión. Sea comprobado en este estudio que el lavado adicional con ultrasonido garantiza una mejor superficie de contacto, mayor porosidad y profundidad para los cementos a base de resina, sin embargo al comparar los valores de resistencia al cizallamiento de los protocolos en los cuales solo se grabó la superficie cerámica y se enjuagaba a chorro de agua con jeringa triple versus agregar 5 minutos de ultrasonicación, no contribuyeron a una fuerza de resistencia mayor al cizallamiento.

## ANTECEDENTES

La cerámica ha sido el pilar de la odontología estética durante más de 100 años se aprecia como un material restaurador con propiedades estéticas óptimas deseables que simulan mejor la apariencia de la dentición natural, reproducen características como fluorescencia, translucidez, estabilidad química, biocompatibilidad, resistencia a la compresión y coeficiente de expansión térmica similar al de la estructura dental y en algunos casos simula mejor la apariencia de la dentición natural (1)(2). Originalmente en la forma feldespática natural, las cerámicas se utilizaron principalmente para los dientes anteriores como coronas de porcelana de alta fusión, pónicos de prótesis fija y cobertura parcial(3). A pesar de la fragilidad inherente y la resistencia a la flexión limitada de las cerámicas a base de sílice, la cementación adhesiva final aumenta la resistencia a la fractura de la restauración cerámica y el diente de pilar (4).McLean y Hughes desarrollaron la primera cerámica reforzada en 1965 al cambiar la composición de la fase cristalina con la adición de cristales de aluminio(5). Posteriormente, la introducción de cerámicas con diferentes composiciones combinadas con el uso de nuevas técnicas de laboratorio ha dado como resultado mejores propiedades mecánicas y una mayor estética de estas restauraciones lo que ha resultado en docenas de productos (1). Se han propuesto diferentes sistemas de clasificación que se centran en indicaciones clínicas, composición, capacidad de grabado, métodos de procesamiento, temperaturas de cocción, microestructura, translucidez, resistencia a la fractura y desgaste del antagonista. A la luz de esta y otras consideraciones, Stefano Gracis y colaboradores propusieron un nuevo enfoque para clasificando los materiales de restauración de cerámica en tres familias, según la presencia de atributos específicos en su formulación, de la siguiente manera(3):

1. Cerámica de matriz de vidrio: materiales cerámicos inorgánicos no metálicos que contienen una fase de vítrea.
2. Cerámica policristalina: materiales cerámicos inorgánicos no metálicos que no contienen ninguna fase de vítrea.
3. Cerámica de matriz de resina: matrices de polímeros que contienen compuestos refractarios predominantemente inorgánicos que pueden incluir porcelanas, vidrios, cerámicas y cerámicas de vidrio.

La Cerámica de matriz de vidrio a su vez se subdividen en; Feldespáticas, sintética (Disilicato de litio) e infiltradas vítreas (alúmina). El feldespato se basa en un sistema de material ternario compuesto de arcilla / caolín (aluminosilicato hidratado) , cuarzo (sílice) y feldespato natural (una mezcla de aluminosilicatos de potasio y sodio)(3) .Su composición consiste principalmente en Silicio (Si): 19,6%; Aluminio (Al): 4,9%; Potasio (K): 4,0%; Sodio (Na) : 2,4%; Calcio (Ca) : 0,7%; Carbono (C) : 25,7%; y Oxígeno (O) : 42,2% (6) .El feldespato de potasio ( $K_2Al_2Si_6O_{16}$ ) forma cristales de leucita (fase cristalina) que, dependiendo de la cantidad, no solo aumentan la resistencia intrínseca de la restauración, sino que también hacen que esta porcelana sea adecuada para el recubrimiento de estructuras metálicas (coeficiente de expansión térmica de aproximadamente 10% o menos debajo del de la subestructura) .Estos materiales todavía se utilizan como material estético unido a la estructura del diente(3), sus indicaciones; inlay, onlay , restauraciones parciales, carillas laminadas y también como material de recubrimiento en algunos marcos cerámicos de alto rendimiento (6).

Una falla en la restauración de la porcelana podría ser causada por algunos factores como : la degradación de la adhesión de la porcelana, sellado marginal, falla cohesiva de la estructura dental y la porcelana, mala adaptación marginal y relación de oclusión inadecuada(7). La capacidad de grabado de los materiales cerámicos o similares a la cerámica también es una información importante para el clínico, la microestructura de esta cerámica cambia por disolución de una de las fases vítreas de la porcelana ,esta fase se disuelve preferentemente para crear una microestructura apropiada para la unión (8)(9). Indicará, al menos en parte, la forma en que puede cementarse, la unión del cemento de fijación de resina a la estructura del diente se mejora mediante el grabado ácido del esmalte o la dentina y mediante el uso de un adhesivo de dentina. La penetración de los monómeros en la matriz de dentina desmineralizada, seguida de la polimerización, promueve el enlace micromecánico a través de la formación de capas híbridas. De manera similar, la superficie interna de la restauración cerámica debe estar preparada para optimizar la unión micromecánica entre la cerámica y la resina(9). Una fuerte unión de resina se basa en el enclavamiento micromecánico y la unión química a la superficie de cerámica, lo que requiere rugosidad y limpieza para una activación adecuada de la superficie.

Las opciones de tratamiento comunes son, abrasión con instrumentos rotatorios de diamante, abrasión de partículas en el aire con aluminio. óxido, grabado ácido, y combinaciones de cualquiera de estos métodos(4). Los ejemplos de agentes de ataque ácido incluyen ácido fluorhídrico, fluoruro de fosfato acidulado y difluoruro de hidrógeno y amonio. Se ha afirmado que el grabado es el factor más importante para mejorar las fuerzas de unión en odontología(10). El grabado ácido con soluciones de ácido fluorhídrico o difluoruro de amonio puede lograr una textura superficial adecuada y rugosidad. La matriz vítrea se elimina selectivamente y las estructuras cristalinas quedan expuestas. Las soluciones de ácido fluorhídrico entre 2.5% y 10% aplicadas durante 2 a 3 minutos parecen ser las más exitosas. El número, el tamaño y la distribución de los cristales de leucita influyen en la formación de microporosidades que crea el grabado ácido .Algunas cerámicas de baja fusión y cerámicas de vidrio contienen solo cantidades mínimas de cristales de leucita, lo que puede inhibir la formación de microporosidades altamente retentivas con grabado ácido(4).

Una función secundaria del grabado es la limpieza de la superficie cerámica al eliminar los desechos y los óxidos no deseados y, por lo tanto, mejorar la humectabilidad del sustrato cerámico(11) Otro tratamiento de unión previa recomendado para superficies cerámicas es la abrasión de partículas de óxido de aluminio en el aire y la aplicación de un agente de acoplamiento de silano (12)(3). Los agentes de acoplamiento de órgano silano son bifuncionales, con un extremo de la molécula capaz de reaccionar con una superficie inorgánica como la porcelana y el otro con una superficie orgánica como una resina (13).

El grabado de cerámica con ácido fluorhídrico o gel de fluoruro de fosfato acidulado es un procedimiento común para lograr una superficie microretentiva limpia antes de unir restauraciones cerámicas (14), crea la estructura porosa en la superficie de cerámica al reaccionar con la matriz de sílice de la cerámica para formar tetrafluoruro de silicio volátil(15). Sin embargo el grabado de cerámica a base de feldespato con Fluoruro de fosfato acidulado al 23 % es insuficiente para generar la cantidad de enclavamiento micromecánico en comparación con el 9,5% de ácido fluorhídrico grabado durante 4 minutos. Fotografías con microscopio electrónico de barrido mostró una superficie homogénea poco profunda y lisa con fluoruro de fosfato acidulado en contraste con una red

profunda tridimensional y canales uniformemente porosos con ácido fluorhídrico(14,16). Los patrones de superficie altamente irregulares produjeron la mayor fuerza de unión porque la resina adhesiva penetra en las microretenciones de la superficie cerámica grabada con ácido(6).

En 1983, Horn sugirió usar ácido fluorhídrico para grabar carillas de laminado de porcelana y el examen posterior de las superficies de porcelana grabadas demostró que las diferentes fases de porcelana se disuelven preferentemente dependiendo de la composición de porcelana creando así una superficie más propicia para la unión(17). Simonsen y Calamia, Calamia y colaboradores. Lacy y colaboradores. Establecieron que aunque otros ácidos podrían usarse como grabadores de porcelana feldespática, el mejor resultado podría obtenerse con el menor tiempo de grabado usando ácido fluorhídrico. En sus estudios, Simonsen y Calamia, Calamia y colaboradores concluyeron que las concentraciones de grabado y los tiempos de grabado utilizados para diferentes porcelanas fueron críticos para obtener las fuerzas de unión máximas(7,18). El ácido fluorhídrico, en concentraciones de 20% a 40% ha sido utilizado rutinariamente por laboratorios dentales para eliminar la lámina de platino residual dentro de las coronas de porcelana(19). Las diferencias notables en la microestructura observadas con cada una de las concentraciones de ácido fluorhídrico sugieren una disolución preferencial asociada de una de las fases de la porcelana. La fase vítrea parecería estar disuelta preferentemente con la concentración del 52%, mientras que la forma del 20% parecería disolver la fase cristalina preferentemente(10). Aunque numerosos estudios in vitro han establecido firmemente el aumento en la resistencia de la unión lograda por el grabado, hay poca investigación para establecer cómo esto afectará las propiedades mecánicas de las restauraciones cerámicas. Parecería que a bajas concentraciones de ácido (5% y 10%) los defectos superficiales se corroen preferentemente, lo que explica el aumento de las asimetrías observadas a bajos niveles de estrés en las distribuciones de probabilidad de supervivencia. Con una concentración de ácido fluorhídrico de 20%, parecen introducirse nuevos defectos en el perfil de la superficie, lo que sugiere la disolución de la superficie de porcelana. Cuando se utilizó ácido fluorhídrico al 10% y 20% con un tiempo de grabado de 90 segundos se produjo una normalización de los datos de resistencia a la fractura, un aumento en el tiempo de 180 segundos causo defectos estructurales. El aumento del tiempo de grabado de 45 segundos a 90 segundos

dio como resultado un aumento en la rugosidad de la superficie, sin embargo un aumento adicional en el tiempo de grabado a 180 segundos resultó en una reducción en el tamaño y la frecuencia de los defectos de mayor amplitud. La disminución de la asimetría después del grabado de 90 segundos sugiere que los defectos más críticos dentro de la distribución se han estabilizado posiblemente por un mecanismo de reducción de grietas, pero aumentar aún más el tiempo de grabado a 180 segundos puede actuar para desestabilizar los mismos defectos o introducir nuevos defectos. Además el tiempo de acción del ácido fluorhídrico en la superficie cerámica mayor a 180 segundos muestra en imágenes de Microscopia electrónica la fase cristalina de la cerámica, lo que se explica por la degradación de la fase vítrea, esto podría eliminar gran cantidad del contenido de sílice en la superficie, lo cual es indispensable para la adhesión de la superficie cerámica grabada y las resina de cementación con enlace químico entre la superficie cerámica revestida de sílice y el agente silano (20).

En cuanto a la resistencia de unión Chen y colaboradores en su estudio exhiben que la mayor resistencia media al cizallamiento se logró cuando la superficie de porcelana se grabó durante 120 segundos y disminuyó a los 180 segundos, pero los resultados más bajos fueron de 0 a 5 segundos, con resultados muy significativos entre los grupos de 0 a 5 segundos. Se encontró que dentro del rango de 0-120 segundos, cuanto mayor es el tiempo de grabado, mayor es la resistencia de la unión. Sin embargo, a los 180 segundos, el grabado resultó en una disminución de la fuerza de unión, aunque no fue significativamente diferente de la del grupo de grabado de 120 segundos(13)

En otro estudio se evaluó la resistencia entre cinco tratamientos de acondicionamiento de superficies cerámica reforzada con leucita. Se utilizó ácido fluorhídrico al 9.5%, ácido fosfórico al 50%, ácido fosfórico al 60%, 50  $\mu\text{m}$  y 250  $\mu\text{m}$  de abrasión por partículas en el aire con óxido de aluminio, se observó que el 9,5% de ácido fluorhídrico produjo la mayor resistencia al cizallamiento cuando se unió con un cemento resinoso al esmalte registrando valores de  $14.7 \pm 0.6$  MPa, y unido a la dentina,  $8.2 \pm 1.5$  MPa.(21). Análisis similares observaron una mejora significativa en la resistencia de la unión para el compuesto de resina unido a cerámica basada en leucita que se grabó con ácido fluorhídrico al 20% y se silanizó. La resistencia al cizallamiento mejoró de  $5.31 \pm 3.29$  MPa (sin tratamientos) a



24.62 ± 5.70 MPa (grabado más silanización) (22) Además la mayor resistencia al cizallamiento en comparación con otros estudios se atribuyó al cemento compuesto de resina con un mayor contenido de relleno que proporcionó resistencia. Un mayor contenido de relleno reduce la absorción de agua en los estudios in-vitro(4)

Si bien, hay pasos que se describen con menos frecuencia en la optimización del grabado de porcelana y la silanización. Se demostró que el grabado con ácido fluorhídrico genera una cantidad significativa de desechos cristalinos, contaminando la superficie de porcelana, y que la limpieza posterior al grabado usando ácido fosfórico al 37.5 % cepillando la superficie con un aplicador de adhesivo seguido de un baño ultrasónico demostró ser esencial para agrandar y mejorar el acceso a las porosidades eliminando los residuos generados por el grabado. Otro hallazgo significativo en los estudios de Pascal y colaboradores en el 2005 señalan que la ausencia de limpieza posterior al grabado resultó en una reducción de la resistencia de la unión (cerámica / cemento) de aproximadamente 50%. La microscopía óptica mostró que la mayoría de estos depósitos también pueden eliminarse cepillando con ácido fosfórico solo. Sin embargo, el residuo permaneció, contaminando la estructura retentiva y que esto solo puede eliminarse colocando la restauración en agua destilada o alcohol al 95% (o acetona) en un baño ultrasónico durante 4 a 5 minutos(23). Esto corrobora los estudios previos de Canay en el 2001, la espectroscopia de energía dispersa reveló una disminución de la concentración de Si, Al, Ca y Na en la zona grabada. La disminución es más prominente en las muestras tratadas con ácido fluorhídrico al 9.5% durante 4 min. Los perfiles de composición de las muestras enjuagadas solo con agua destilada después del ataque ácido indican picos de flúor, mientras que los que se limpian por ultrasonido no muestran ningún pico de flúor. Los picos de flúor en las muestras tratadas con ácido fluorhídrico al 9.5% durante 4 minutos son más numerosos que los tratados durante 1 minuto, mientras tanto, los picos de Si, Al, K, Ca y Na se han reducido notablemente. Además aumentando los productos de reacción del fluorosilicato de Na, K, Ca y Al. De acuerdo con los resultados de este estudio, se puede concluir que el tratamiento de la superficie con ultrasonido después de grabado ácido en la superficie será efectivo para eliminar estos precipitados, mientras que solo enjuagar con agua destilada dará como resultado que los precipitados que contienen flúor

permanezcan en la superficie. Además no afectó notablemente la resistencia de la unión. Aunque no se probó la resistencia de la unión en este estudio, el análisis de los resultados señala que la mejor superficie se obtendría por inmersión de las muestras en un baño ultrasónico porque este procedimiento produciría una superficie más penetrante eliminando los precipitados de flúor (14)

El uso de productos para neutralizar el pH de la superficie cerámica después del grabado sigue siendo un tema muy discutible. Las diferentes concentraciones de ácido fluorhídrico pueden cambiar tanto el pH como la energía de la superficie cerámica, lo que afecta el proceso de unión. Bottino y colaboradores en el 2015 reportaron una influencia significativa en la resistencia de la unión resina / cerámica en diferentes protocolos de grabado con distintas concentración de ácido fluorhídrico y agentes neutralizantes (bicarbonato de sodio) en la superficie cerámica. En base a los resultados, los grupos no envejecidos tratados con 4% ácido fluorhídrico, 5% ácido fluorhídrico y 9% ácido fluorhídrico mostraron valores de fuerza de unión más altos que los grupos sin tratamiento y 5% de ácido fluorhídrico más neutralizado con una solución de bicarbonato de sodio y ultrasonido en agua destilada por 5 min. Mientras tanto, después del envejecimiento, esos grupos fueron estadísticamente similares: en otras palabras, el procedimiento de neutralización no mejoró la fuerza de unión cerámico/ resina. El uso de productos neutralizantes disminuye la energía de la superficie cerámica y crea precipitados dentro de la región grabada, dañando la capacidad de unión entre el cemento de resina y la cerámica(24,25)

En un estudio realizado por Lacy y colaboradores, la cerámica a base de sílice desgastada por partículas en el aire no era retentiva a menos que se aplicara un agente de acoplamiento de silano. Algunos agentes de silano que contenían ácido carboxílico proporcionaron fuerzas de unión suficientes incluso sin grabado ácido de HF, y otros fueron exitosos después del grabado ácido con ácido fosfórico. Sorensen y colaboradores demostraron que el grabado cerámico y la silanización disminuyeron significativamente la microfiltración, que no se logró con el tratamiento exclusivo de silano.(26–28)

El uso del silano como acoplador órgano funcional entre polímeros y sustancias inorgánicas es bien conocido. El aumento en la resistencia de la unión de la resina compuesta resultante del uso de silano con porcelana no grabada y grabada no es sorprendente. El aumento

adicional de la resistencia de la unión en la porcelana sin grabar puede atribuirse al aumento de la humectación en la interfaz, promoviendo así la condensación de silano en el material compuesto. (10)

El acondicionamiento con silano puede aumentar la energía superficial crítica de una superficie. Se desea una energía superficial crítica alta en la superficie del sustrato y una tensión superficial baja de un líquido porque los líquidos se extenderán uniformemente sobre la superficie. La aplicación de un agente de acoplamiento de silano a la superficie cerámica pretratada proporciona un enlace químico covalente y de hidrógeno y es un factor importante para un enlace de resina suficiente a las cerámicas basadas en sílice. Otra característica importante es que cuenta con monómeros de doble función que consisten en grupos alcoxi que se hidrolizan para reaccionar con la superficie cerámica y grupos metacrilato que contienen enlaces  $C = C$  que se polimerizan con los monómeros de la matriz compuesta de resina. También tienen un grupo funcional degradable que polimeriza con la matriz orgánica de la resina (29) El espesor óptimo para una fuerte unión entre silano y sílice en la superficie cerámica se estima en 10 a 20  $\mu\text{m}$ , además elimina los contaminantes (como el agua y el alcohol) que disminuyen los sitios de unión en la superficie de la cerámica y mejoran la resistencia de la unión al cizallamiento entre la resina y la cerámica. Se ha sugerido un tiempo mínimo de secado (es decir, reacción) de 3 minutos para la aplicación de un agente de acoplamiento de silano a la superficie cerámica en odontología, incluso solo 1 minuto, como se sugiere en estudios in vitro (30)

Para uso dental, los monómeros de 3-metacriloxipropiltrimetoxisilano se diluyen con un disolvente acidificado, generalmente etanol, para producir aprox. 1-2% de imprimaciones de silano que luego humedecen la superficie del sustrato y reducen la tensión superficial de una cerámica grabada para que el cemento compuesto de resina pueda penetrar fácilmente en los poros y adherirse a la superficie cerámica, este proceso es llamado silanización. (31)

Los cementos a base de resina son el material de elección para la fijación adhesiva de restauraciones cerámicas. Los cementos resinosos tienen composiciones y características similares a las resinas convencionales, consisten en rellenos inorgánicos incrustados en una matriz orgánica (por ejemplo: Bis-GMA, TEGDMA, UDMA), pueden clasificarse según su modo de iniciación como materiales de autopolimerización (activados químicamente), fotoactivados o de doble activación. Los compuestos fotoactivados ofrecen una amplia

variedad de tonos, consistencias y composiciones. La aplicación clínica se simplifica a través de largos tiempos de manipulación antes y endurecimiento rápido después de la exposición a la luz. Blackman y colaboradores descubrieron que la polimerización debajo de las incrustaciones de cerámica es segura hasta una distancia de 3 mm de la punta de una luz de curado estándar. Los compuestos duales activados ofrecen tiempo de trabajo extendido y polimerización controlada, aunque los activadores químicos aseguran un alto grado de polimerización.

La mayoría de los cementos de resina de doble activación todavía requieren fotopolimerización y demostraron una dureza inferior cuando se omitió la polimerización ligera. Varios cementos de resina de doble activación no mostraron diferencias en las resistencias de unión de resina entre la cerámica de vidrio y el esmalte. Los cementos de resina de autopolimerización tienen tiempos de fraguado fijos y generalmente están indicados para unir resinas a base de metal o cerámica, restauraciones cerámicas de alta resistencia.

Los cementos de resina con contenidos reducidos de relleno ofrecen un flujo mejorado, una mayor humectabilidad de la superficie y un posicionamiento óptimo de la restauración. Sin embargo, los cementos compuestos que contienen relleno revelaron mayores fuerzas de unión que las resinas sin rellenos. Un estudio realizado en 1981 por Hahn y colaboradores reveló significativamente menos microfiltración en la interfaz dentina / cemento cuando se utilizaron cementos de resina de alta viscosidad en lugar de baja viscosidad para la cementación de incrustaciones de cerámica. Los cementos de resina altamente rellenos pueden mejorar la resistencia a la abrasión en el área marginal, al reducir la contracción de polimerización y facilitar la eliminación del exceso de cemento. Las diferentes viscosidades tienen ventajas y desventajas clínicas; Mientras que la eliminación del material en exceso de los compuestos de baja viscosidad puede ser difícil, los materiales de alta viscosidad pueden extraerse del espacio de fijación durante la limpieza. Una alternativa interesante a los compuestos a base de resina son los cementos de ionómero de vidrio modificados con resina que mostraron resistencias de unión a las cerámicas a base de sílice grabadas y silanizadas comparables a los cementos compuestos. (4,32)

Muchos estudios han señalado que la compresión cíclica es el estrés más común que está activo en la boca, sin embargo, la mayoría de los estudios in vitro han utilizado pruebas

monotónicas como la resistencia a la tracción, la compresión, el corte o la flexión para estudiar las propiedades de material, o para la clasificación comparativa de materiales. Dichas pruebas aplican una carga cada vez mayor a las muestras hasta que se rompen. Por lo tanto, no fallan a través del daño acumulado (fatiga) como el que ocurre en la boca. Normalmente, las pruebas monotónicas se consideran pruebas de un parámetro; pero, de hecho, son dos parámetros porque el segundo parámetro es la aplicación de la tasa de carga que está determinada por la velocidad de la cruceta en la prueba de cizallamiento. Las pruebas de fatiga tienen tres parámetros: la carga aplicada, el número de ciclos y la tasa de aplicación de la carga. Las pruebas de fatiga se pueden realizar de varias maneras, en algunas pruebas, las piezas de prueba se someten a un número fijo de ciclos y luego se prueban hasta la destrucción mediante una prueba de tracción, compresión o corte. Los protocolos de fatiga más estándar prueban la unión hasta la falla solo por fatiga, hay dos enfoques: el enfoque de límite de fatiga que establece un número predeterminado de ciclos y el enfoque de la vida de fatiga, aquí la carga se repara y la muestra se deja correr hasta el fallo. La variable independiente se convierte así en el número de ciclos. La resistencia al cizallamiento se puede considerar como el límite de fatiga en 1 ciclo, es evidente que la carga a la que una pieza de prueba sobreviviría a 1 millón de ciclos de fatiga es aproximadamente  $1/6$  del valor que sobreviviría a un ciclo (prueba monotónica). Otro hallazgo fue que no existe una correlación estadística entre los límites de fatiga y las pruebas de unión al corte. Hay muchas formas de preparar el sustrato para la unión. El enlace con metales arenosos se puede mejorar mediante la deposición de una capa de sílice; pero esto no es esencial si el metal está preparado. No obstante, la capa de sílice parece dar un resultado más predecible. Las cerámicas modernas con superficies heterogéneas no se pueden tratar con grabado o arenado solo; pero requieren tratamiento por deposición de sílice. El envejecimiento en agua generalmente disminuye la fuerza de unión; pero no a valores catastróficos. Del mismo modo, muchas piezas de prueba sobreviven al ciclo térmico, aunque con una resistencia de unión reducida.

La experiencia clínica indica que muchas restauraciones unidas con resina han estado en su lugar durante más de 5 años. Es importante recordar que muchas de las pruebas de laboratorio han reportado éxito en cargas que están dentro de los límites de la actividad

masticatoria normal; pero esto no predice el rendimiento de estos materiales en pacientes con alteraciones masticatorias. (33,34)

## JUSTIFICACIÓN

La introducción de cerámicas con diferentes composiciones combinadas con el uso de nuevas técnicas de laboratorio ha dado como resultado mejores propiedades mecánicas y estéticas en las restauraciones indirectas, además el uso de la adhesión indudablemente ha dado lugar a algunas ventajas, entre las que se incluyen ; la conservación de mayor estructura dental, el sellado, la función y la estética. Además de la demanda clínica para la elaboración de restauraciones libres de metal con preparaciones dental conservadoras exige protocolos de adhesión que puedan garantizar la durabilidad clínica de la restauración. Sin embargo no se puede suponer que las diferentes marcas o tipos de cerámica mostraran exactamente el mismo cambio de la superficie después grabado con ácido Fluorhídrico. También sea reportado que la disolución de la fase vítrea con el grabado acido genera precipitados cristalinos de flúor que no son fácilmente solubles en agua después de la eliminación con jeringa triple por lo cual es importante elaborar protocolos de grabado, neutralización y eliminación del ácido fluorhídrico junto con los precipitados cristalinos para mejorar la unión de los cementos a base de resina a la superficie cerámica garantizando la durabilidad de las restauraciones adhesivas reduciendo el tiempo de trabajo a solo segundos o que la serie de pasos que aumentan el tiempo del acondicionamiento de la superficie garantice una mejor unión.

## **HIPÓTESIS NULA**

El grabado con ácido fluorhídrico al 9 % durante 2 minutos, neutralización y eliminación del ácido así como de los precipitados cristalinos de flúor aumentara los valores de adhesión.

## **HIPOTESIS ALTERNA**

El grabado con ácido fluorhídrico al 9 % durante 2 minutos, neutralización y eliminación del ácido así como de los precipitados cristalinos de flúor no aumentara los valores de adhesión.

## **PREGUNTAS DE INVESTIGACIÓN**

- 1) ¿La exposición del grabado con ácido fluorhídrico al 9% durante 2 minutos aumentara los niveles de adhesión en comparación con el grabado acido durante 30 segundos?
- 2) ¿La eliminación con ultrasonido de los precipitados cristalinos de flúor en la superficie feldespática tendrá valores de adhesión mayores a comparación de la eliminación con jeringa triple?
- 3) ¿La neutralización del ácido fluorhídrico con una solución de bicarbonato de sodio tendrá valores de adhesión mayores a comparación de la eliminación con jeringa triple?



## **OBJETIVO GENERAL**

Evaluar los efectos y valores de adhesión del tratamiento de la superficie feldespática con ácido fluorhídrico al 9% durante diferentes tiempos de exposición y su eliminación con una solución de bicarbonato de sodio vs ultrasonido.

## **OBJETIVOS ESPECÍFICOS**

- Observar los efectos del grabado con ácido fluorhídrico al 9 % en diferentes tiempo de exposición , neutralización y eliminación en la superficie feldespática en un microscopio electrónico de barrido
- Evaluar las características químicas de la superficie feldespática con espectrometría de dispersión de energía de rayos X antes y después del grabado con ácido fluorhídrico al 9%, neutralización y lavado.
- Examinar con imágenes de microscopio electrónico de barrido y espectrometría de dispersión de energía de rayos X la eliminación de los precipitado cristalinos de flúor utilizado una solución de bicarbonato de sodio y ultrasonicación en agua destilada por 5 minutos
- Realizar pruebas de cizallamiento para determinar que protocolo de acondicionamiento de la superficie feldespática registra mayor valor de adhesión.

## MATERIALES Y METODOS

Sesenta premolares maxilares y mandibulares fueron seleccionados de acuerdo con los criterios de inclusión. Estos debían contar con las caras palatina y vestibular intactas, sin restauraciones, defectos estructurales y contar con anatomía coronaria completa aun que esta estuviera restaurada en su cara oclusal. Los dientes seleccionados fueron limpiados de cálculo dental, remanentes de resina ortodóntica y aparatología (brackets) con ultrasonido (DTE D5 LED Ultrasonic Piezo Scaler - 28kHz-30Khz) y gomas de pulido (Jiffy® Polishers copas, discos y puntas. Ultradent) de grano abrasivo para eliminar la resina sin afectar la superficie de esmalte. Además las raíces de los dientes seleccionados también fueron tratadas con ultrasonido y curetas gracey para garantizar el aseo de los premolares. Una vez limpiados los premolares las raíces de cada muestra se incrustaron en un cilindro de plástico lleno de resina acrílica curada químicamente (Nictone®, MDC Dental. México) mezclada en relación 3:1 polvo y líquido hasta 2 mm desde la línea cervical en la dirección apical. Las muestras fueron almacenadas a 4 °C inmersos en agua destilada por un periodo de 72 horas para garantizar su hidratación.

Se realizaron 120 pastillas de cerámica Feldespática (VITA VMK Master®) color A2 opaco con un diámetro de 7 mm y una altura de 2 mm . La cerámica se mezcló de acuerdo con las instrucciones del fabricante en una loseta de vidrio mezclando agua destilada y polvo hasta formar una consistencia espesa. Con ayuda de una jeringa de 3 ml se condensó la cerámica hasta formar las pastillas eliminando repetidamente cualquier líquido traído a la superficie con un papel absorbente. Se empleó una hoja de bisturí #11 para nivelar la muestra condensada mediante la eliminación gradual del material del molde sobrecargado. Las muestras en forma de disco se transfirieron luego a una losa plana de nitruro de silicio y se sinterizaron de acuerdo con el ciclo de cocción recomendado por el fabricante; precalentado a 600 ° C (tiempo de secado inicial) durante 6 min antes de que la temperatura aumentara a 60 ° C / min a 960° y se mantuvo durante 1 minuto en un horno de vacío. Después de la sinterización, se examinaron los discos en busca de defectos o grietas en la superficie, 120 muestras fueron aceptables y se almacenaron en agua destilada durante un período de 24 h. Se fabricaron 14 pastillas de cerámica adicionales para examinarlas al microscopio electrónico de barrido y espectroscopia de rayos x de energía dispersa. 133

pastillas fueron tratadas con abrasión por partículas de aire con oxido de aluminio 50 µm a una presión de 2 bar durante 1 minuto.

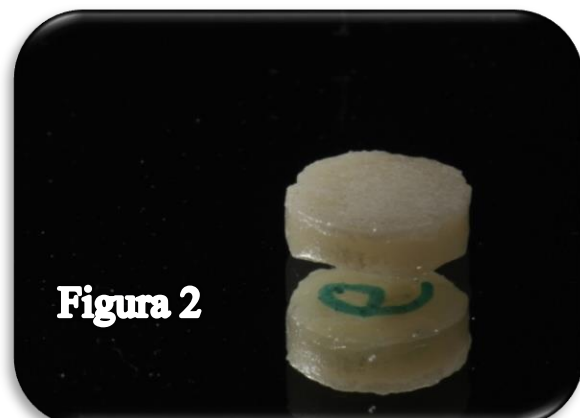
Ciento veinticuatro muestras se dividieron aleatoriamente en 4 grupos, y a su vez en 3 grupos adicionales para realizar distintos tiempos de grabado con Ácido Fluorhídrico al 9%, diferentes métodos de eliminación, neutralización de ácido y limpieza adicional con ultrasonido.

<b>Materiales Usados en el Estudio</b>	
<b>Tabla I</b>	
<i>Material</i>	<i>Marca</i>
<i>Cerámica Feldespática A2</i>	<i>VITA VMK Master .VITA Zahnfabrik, Bad Sa'ckingen, Germany</i>
<i>Ácido Fluorhídrico al 9%</i>	<i>Ultradent® Porcelain Etch. Ultradent Products,Inc USA</i>
<i>Bicarbonato de Sodio</i>	<i>Neutralizing Powder. Ivoclar Vivadent Inc.</i>
<i>Ácido Fosfórico al 37%</i>	<i>3M ESPE. Scotchbond Universal Etchant. Neuss Germany</i>
<i>Silano</i>	<i>Ultradent® Silane . Ultradent Products,Inc USA</i>
<i>Cemento Dual de Resina Definitivo Autoadhesivo</i>	<i>3M ESPE Rely X™ U200. 3M Denral Products .Neuss Germany</i>

\*Tabla de materiales utilizados en el estudio, descripción de porcentajes y marcas.



**Figura 1**



**Figura 2**

**Fig.1.** Jeringa de 3 ml para condensar la cerámica hasta formar las pastillas eliminando repetidamente cualquier líquido traído a la superficie con un papel absorbente.

**Fig. 2.** Después de la sinterización, se examinaron los discos en busca de defectos o grietas en la superficie.

Se formaron 3 grupos de estudio con 1 grupo control, a cada uno se le asignaron 30 pastillas de cerámica feldespática aleatoriamente y divididas en 3 grupos adicionales con un total de 10 muestras por cada uno. Se asignaron los siguientes tratamientos al grupo de muestras.

<b>Grupo ( N= 30) / Tratamiento</b>	<b>Tiempo de Grabado</b>
<b><u>Control;</u></b> Grabado Con Ácido Fluorhídrico 9% + Lavado Y Secado Con Jeringa Triple	30 segundos N= 10
	1 minutos N= 10
	2 minutos N=10
<b><u>Grupo A;</u></b> Grabado Con Ácido Fluorhídrico 9% +Neutralización Con Bicarbonato De Sodio + Lavado Y Secado Con Jeringa Triple	30 segundos N= 10
	1 minutos N= 10
	2 minutos N=10
<b><u>Grupo B;</u></b> Grabado Con Ácido Fluorhídrico 9% +Neutralización Con Bicarbonato De Sodio + Lavado + Ultrasonido En Agua Destilada Por 5 Min. + Secado Con Jeringa Triple	30 segundos N= 10
	1 minutos N= 10
	2 minutos N=10
<b><u>Grupo C;</u></b> Grabado Con Ácido Fluorhídrico 9%+ Lavado + Ácido Fosfórico 37% Por 1 Min + Lavado + Ultrasonido En Agua Destilada Por 5 Min. + Secado Con Jeringa Triple	30 segundos N= 10
	1 minutos N= 10
	2 minutos N=10

\*Tabla II. Clasificación de grupos, numero de muestras y tratamientos. 14 muestras adicionales fueron asignadas aleatoriamente para examinarlas al MEB / EDS

**Control;** 30 muestras fueron grabados con ácido fluorhídrico (HF) al 9%; 10 muestras durante 30 segundos, 10 muestras durante 1 minuto, 10 muestras durante 2 minutos. Lavado con chorro de agua y secado con jeringa triple

**Grupo A;** 30 muestras fueron grabados con ácido fluorhídrico (HF) al 9%: 10 muestras durante 30 segundos, 10 muestras durante 1 minuto, 10 muestras durante 2 minutos. Se neutralizo del agente acido sumergiendo la muestra en un solución de NaHCO<sub>3</sub> (bicarbonato de sodio), lavado chorro de agua y secado con jeringa triple

**Grupo B;** 30 muestras fueron grabados con ácido fluorhídrico (HF) al 9%; 10 muestras durante 30 segundos, 10 muestras durante 1 minuto, 10 muestras durante 2 minutos. Se Neutralizo del agente acido sumergiendo la muestra en un solución de NaHCO<sub>3</sub> (bicarbonato de sodio), lavado con chorro de agua y limpieza adicional con ultrasonido durante 5 min en agua destilada. Se secaron las muestras con jeringa triple.

**Grupo C;** 30 muestras grabado con ácido fluorhídrico (HF) al 9%; 10 muestras durante 30 segundos, 10 muestras durante 1 minuto, 10 muestras durante 2 minutos. Lavado a chorro de agua y secado con jeringa triple, se colocó ácido fosfórico al 37 % en la superficie, cepillando con un aplicador de adhesivo durante 1 minuto. Lavado y limpieza adicional con ultrasonido durante 5 min en agua destilada. Secado con jeringa triple.



**Fig. 3.** Pastilla de cerámica feldespática VITA VMK Master color A2 opaco sinterizada, tratada con abrasión por partículas en aire de óxido de aluminio 50 µm a 2 bar durante 1 minuto.

**Fig. 4** Grabado Con Ácido Fluorhídrico 9% Ultradent® Porcelain Etch.



**Fig. 5.** Grabado con Ácido Fosfórico al 37% por 1 Minuto 3M ESPE. Scotchbond Universal Etchant.-

**Fig. 6.** Lavado con jeringa triple para la eliminación del ácido y posterior limpieza en ultrasonido durante 5 minutos inmerso en agua destilada

En la primera parte del estudio las 14 muestras adicionales fueron observadas al microscopio electrónico de barrido y espectrometría de dispersión de energía de rayos X para para determinar la morfología de la superficie y características químicas de los

minerales. Las pastillas que se analizaron tenían los siguientes tratamientos: 1 pastilla sinterizada, 1 pastilla tratada con abrasión por partículas aire de óxido de aluminio 50µm y una pastilla de cada grupo tratado; grupo de grabado control grupo A, B y C con sus diferentes tiempos de grabado ácido. El microscopio utilizado fue el JSM-6510 Series Scanning Electron Microscope JEOL Ltd. Versión de software 1.0. Las muestras se limpiaron con alcohol, se les colocó una cinta metálica de doble cara en la superficie no tratada para evitar que se movieran en el porta muestras. Después se recubrieron con oro para formar una capa de 2 a 8 nanómetros de espesor de oro. Las pastillas de cerámica feldespática se observaron a magnificaciones de: 30X, 500X, 1500X y 300X respectivamente.



**Figura 7**



**Figura 8**

**Fig. 7** Pastillas fijadas con una cinta metálica de doble cara al porta muestras para el baño de oro

**Fig. 8.** Baño de oro

Ciento veinte muestras fueron tratadas con 3 diferentes tiempo de grabado, 4 diferentes protocolos de acondicionamiento ácido, neutralizado y limpieza adicional con ultrasonido. Después las superficies tratadas para la adhesión se silanizaron con Ultradent® Silane durante 1 minuto. Para la cementación de las restauraciones, se aplicó un sistema compuesto dual y de autograbado (3M ESPE Rely X™ U200) siguiendo las recomendaciones del fabricante y aplicado con una espátula de plástico en la superficie tratada de cada pastilla cerámica. Previamente la superficie vestibular y palatina de cada

premolar fue tratada con ácido fosfórico al 37 % durante 30 segundos, lavado y secado con jeringa triple. Cada pastilla cerámica se unió a la superficie vestibular y palatina de los premolares, se eliminaron excedentes de cemento con un pincel de pelo de marta, se fotopolimerizo la superficie durante 40 segundos con una lámpara led a una intensidad de 395-480nm (VALO® Ultradent) y se realizó un fotopolimerizado adicional de 20 segundos cubriendo la superficie de adhesión con gel de glicerina para la polimerizar la capa inhibida por oxígeno.



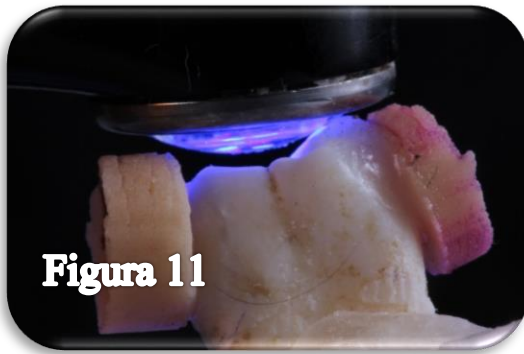
**Figura 9**



**Figura 10**

**Fig. 9.** Cada premolar fue tratada con ácido fosfórico al 37 % durante 30 segundos en su cara vestibular y palatina. Lavado y secado con jeringa triple.

**Fig. 10** Silanización Ultradent® Silane durante 1 minuto humectando la superficie.



**Figura 11**

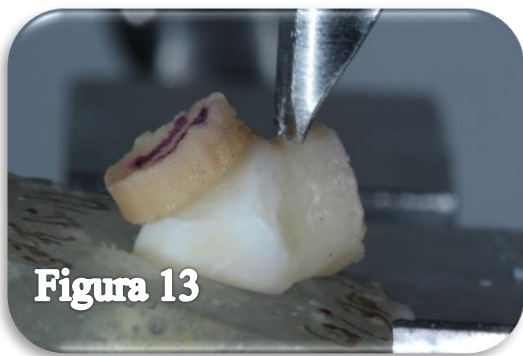


**Figura 12**

**Fig.11.** Fotopolimerización de la superficie durante 40 segundos con una lámpara led a una intensidad de 395-480nm (VALO® Ultradent).

**Fig.12.** Fotopolimerización durante 20 segundos cubriendo la superficie de adhesión con gel de glicerina para polimerizar la capa inhibida por oxígeno.

La segunda fase del experimento examinó los efectos de varias condiciones de unión sobre la resistencia a la cizalladura de la unión cerámica grabada/cemento/ esmalte. Se utilizó una Máquina de prueba universal SHIMADZU - AGS-X series software LITE X. Las muestras se fijaron en una prensa dirigiendo la interfaz de unión paralela a la punta de cizallamiento. Se utilizó un modo de ensayo sencillo con una velocidad de 1mm/ minuto en una fuerza máxima de 400 Newton hasta que se ocasiono separación de la pastilla o ruptura de la muestra.



**Fig. 13.** Las muestras se fijaron en una prensa dirigiendo la interfaz de unión paralela a la punta de cizallamiento fuerza máxima de 400 N. s una velocidad de 1mm/ minuto hasta su falla.

**Fig.14** Ruptura de la muestra, no se separó la muestra del esmalte.



## ***CRITERIOS DE INCLUSIÓN***

### Premolares

- Caras palatina y vestibular intactas
- Sin defectos estructurales
- Anatomía coronaria completa aun que esta estuviera restaurada en su cara oclusal.

### Pastillas de Feldespato

- Medir 7 mm de diámetro y 2mm de altura
- Sin defectos o grietas en la estructura

## ***CRITERIOS DE EXCLUSIÓN***

### Premolares

- Dientes incisivos, molares y caninos.
- Premolares con caries.
- Premolares con defectos en la estructura del esmalte.

### Pastillas de Feldespato

- Diámetro mayor a 8 mm o menor a 6 mm.
- Altura mayor a 3 mm o menor a 1 mm.

### ***CRITERIO DE ELIMINACIÓN***

- Premolares sin cara palatina o vestibular
- Pastillas de feldespato con porosidades o grietas en la superficie.

### ***DISEÑO DEL ESTUDIO***

- Observacional
- Experimental transversal prospectivo

### ***LUGAR DE REALIZACIÓN***

- Laboratorio de Prótesis Dental, Maestría en Ciencias Odontológicas UASLP.
- Laboratorio de Microscopia Electrónica, Doctorado en Ciencias Odontológicas UASLP
- Laboratorio de Nanomateriales de la Maestría en Ciencias Odontológicas UASLP.

### ***GRUPOS DE ESTUDIO***

***Control;*** 30 muestras fueron grabados con ácido fluorhídrico (HF) al 9%; 10 muestras durante 30 segundos, 10 muestras durante 1 minuto, 10 muestras durante 2 minutos. Lavado con chorro de agua y secado con jeringa triple. Silano durante 1 minuto y cementado con Rely X.

***Grupo A;*** 30 muestras fueron grabados con ácido fluorhídrico (HF) al 9%: 10 muestras durante 30 segundos, 10 muestras durante 1 minuto, 10 muestras durante 2 minutos. Se neutralizo del agente acido sumergiendo la muestra en un solución de NaHCO<sub>3</sub>

(bicarbonato de sodio), lavado chorro de agua y secado con jeringa triple. Silano durante 1 minuto y cementado con Rely X

**Grupo B;** 30 muestras fueron grabados con ácido fluorhídrico (HF) al 9%; 10 muestras durante 30 segundos, 10 muestras durante 1 minuto, 10 muestras durante 2 minutos. Se Neutralizo del agente acido sumergiendo la muestra en un solución de NaHCO<sub>3</sub> (bicarbonato de sodio), lavado con chorro de agua y limpieza adicional con ultrasonido durante 5 min en agua destilada. Se secaron las muestras con jeringa triple. Silano durante 1 minuto y cementado con Rely X

**Grupo C;** 30 muestras grabado con ácido fluorhídrico (HF) al 9%; 10 muestras durante 30 segundos, 10 muestras durante 1 minuto, 10 muestras durante 2 minutos. Lavado a chorro de agua y secado con jeringa triple, se colocó ácido fosfórico al 37 % en la superficie, cepillando con un aplicador de adhesivo durante 1 minuto. Lavado y limpieza adicional con ultrasonido durante 5 min en agua destilada. Secado con jeringa triple. Silano durante 1 minuto y cementado con Rely X

- Todas las muestras fueron previamente tratadas con abrasión de partículas en aire de óxido de aluminio 50  $\mu$  a 2 bar por 1 minuto
- Todas las superficies vestibulares y palatinas de premolares fueron grabadas con ácido fosfórico al 37% por 30 segundo, lavado y secado con jeringa triple.

### ***ANALISIS ESTADISTICO***

El análisis estadístico se realizó con software Minitap Statistical versión 19, la anormalidad de las variables con la prueba de Shapiro Wilks, al ser un estudio paramétrico se determinó la significancia estadística con la prueba de T de student, con intervalos de confianza al 95%.

## ***CONSIDERACIONES ETICAS***

Con fundamento en reglamento de la ley General de Salud en Materia de Investigación de salud, Titulo segundo, Capitulo 1. De Aspectos Éticos de la Investigación en Seres Humanos. Artículo 17, fracción II. Artículo 20 y 22. Titulo Quinto, Capitulo Único. Investigación para la Salud, Art. 100, fracs. IV; Art. 102 y 103; NOM-012-SSA3-2012, que establece los criterios para la ejecución de proyectos de investigación para la salud en seres humanos en su numeral 10.6, 10.7 y 10.8 NOM-004-SSA3-2012 del expediente clínico en su numeral 4.2.

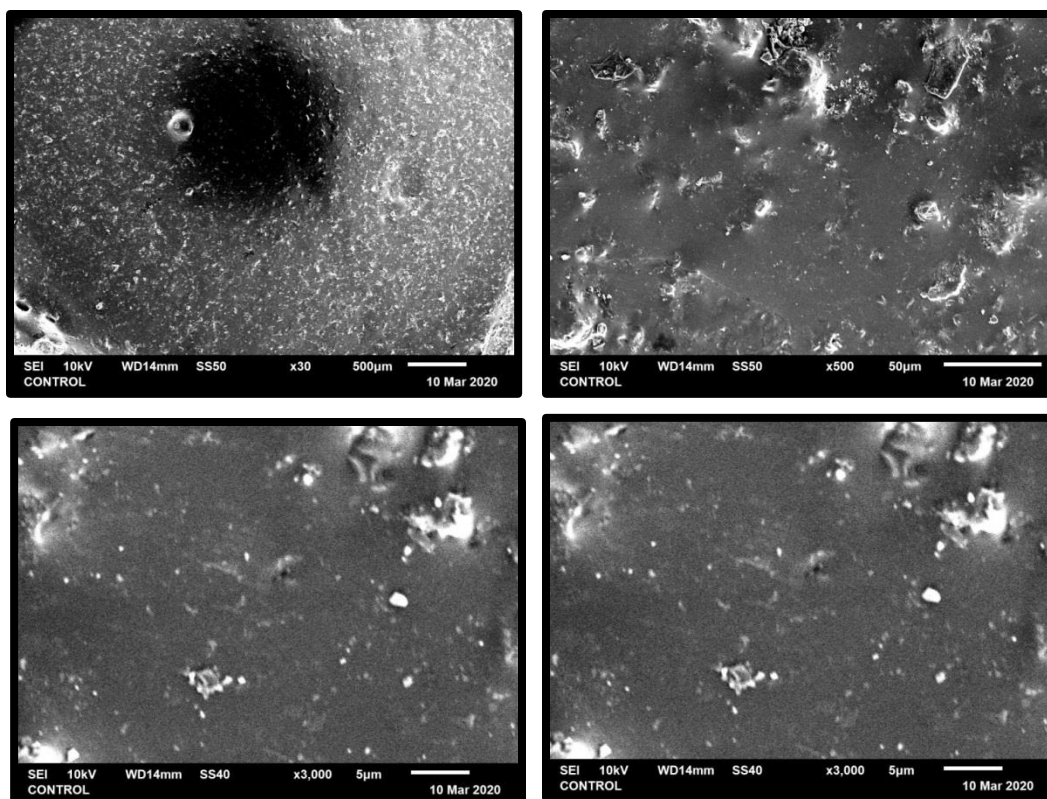
Los residuos producidos en esta investigación serán llevados a confinamiento como lo establece los principios de la Norma Oficial Mexicana NOM-087-ECOL-SSA1-2002, protección ambiental-Salud ambiental-Residuos biológico-infecciosos.

## RESULTADOS

### IMÁGENES MICROSCOPIO ELECTRONICO DE BARRIDO

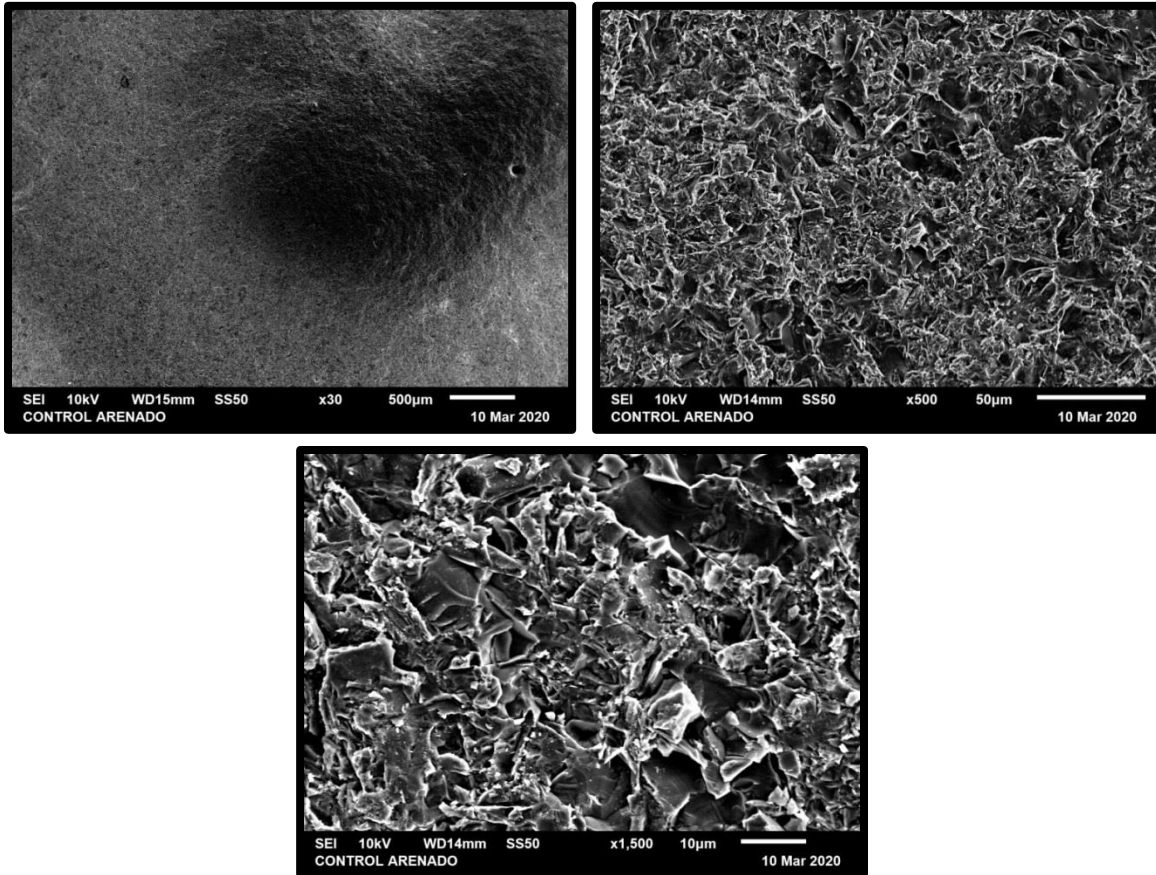
En la primera parte del estudio, se examinaron las microfotografías de los patrones de grabado creados por el gel de ácido fluorhídrico al 9 % (Ultradent® Porcelain Etch) en diferentes tiempos de grabado y la eliminación de los precipitados de flúor por medio de la neutralización con una solución de bicarbonato de sodio, el lavado de la superficie con ácido fosfórico al 37% y la limpieza durante 5 min en agua destilada con una tina ultrasónica. En un microscopio electrónico de barrido JSM-6510 Series Scanning Electron Microscope JEOL Ltd. Versión de software 1.0

#### Cerámica Feldespática Control Sin Tratamiento



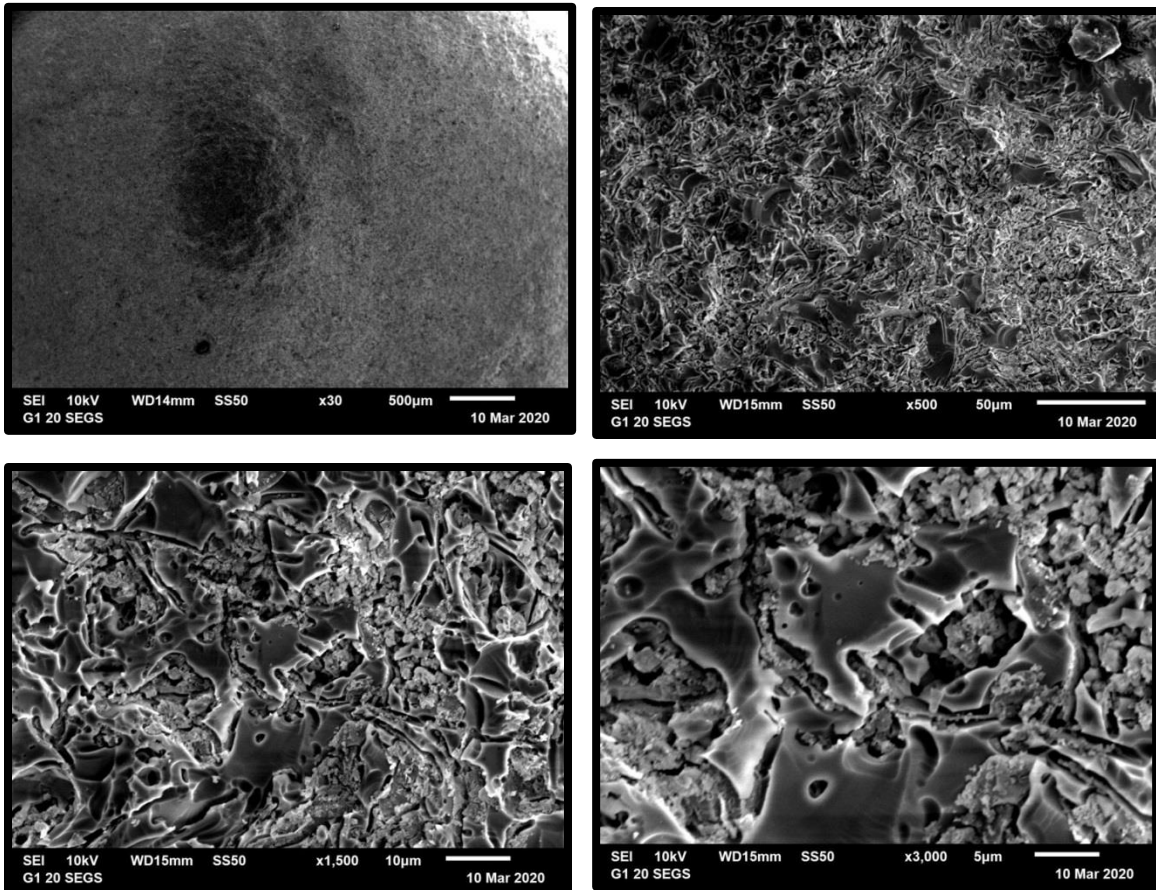
La cerámica feldespática después de la cocción en un horno de cerámica, muestra una superficie homogénea, con pequeños defectos estructurales. Se utiliza esta muestra sin ningún tratamiento adicional para corroborar que la superficie es homogénea en comparación de las superficies tratadas con oxido de aluminio a 50  $\mu\text{m}$  y ácido fluorhídrico al 9 % a diferentes tiempo de grabado.

### **Cerámica Feldespática Control Después Del Arenado Con Oxido De Aluminio De 50 $\mu\text{m}$ a 2 bar por 1 minuto**



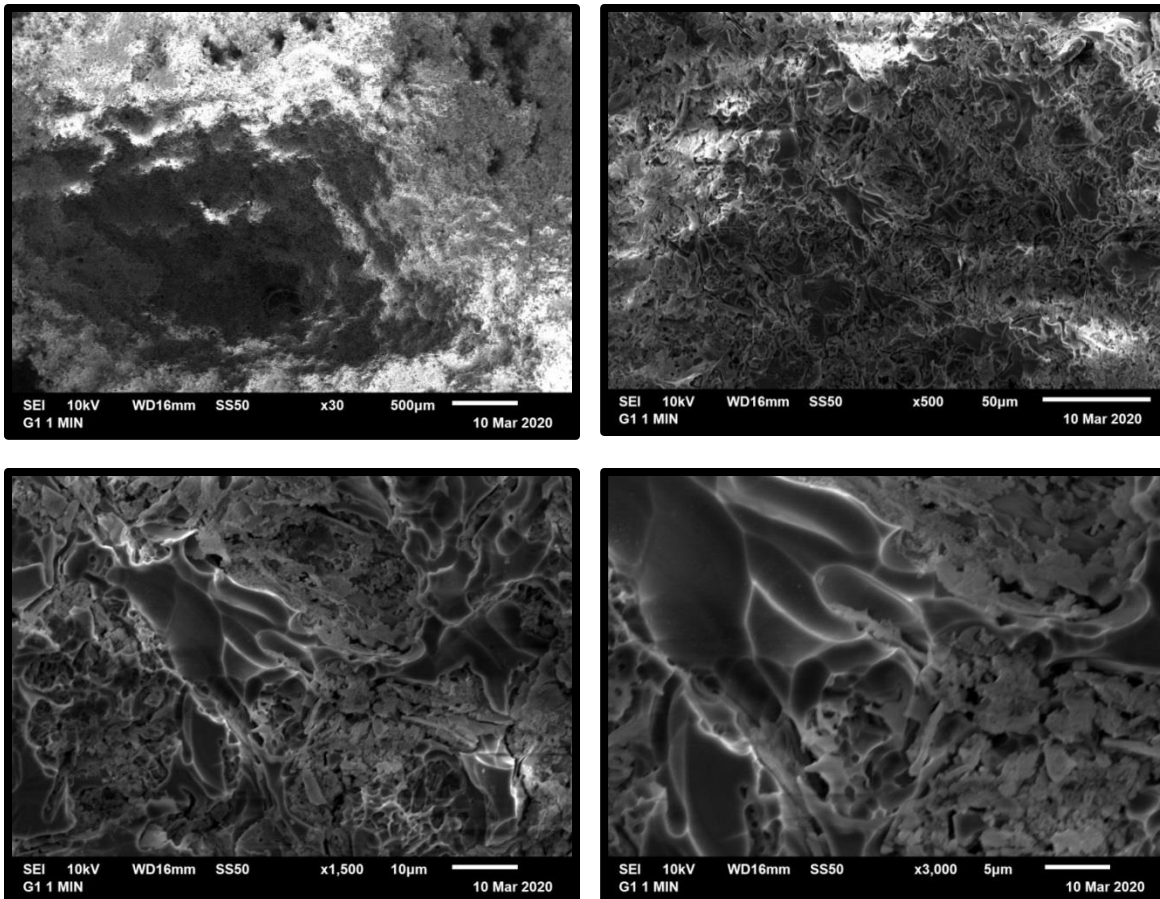
Después del arenado con polvo de óxido de aluminio 50  $\mu\text{m}$ , la superficie feldespática muestra un cambio estructural con mayor porosidad. La aspereza se logró al utilizar abrasión por partículas con aire, creando microretenciones mecánica de poca profundidad y con algunos residuos de óxido de aluminio. Ningún tratamiento adicional se utilizó para eliminar el polvo de óxido de aluminio restante en la superficie de la muestra previo al grabado ácido

**Cerámica Feldespática Control Después De Grabado Con Ácido Fluorhídrico (HF)  
Al 9 % Durante 30 Segundos.**



Después del grabado con ácido fluorhídrico al 9 % las porosidades realizadas con el óxido de aluminio de 50 µm se observan mayormente obstruidas por precipitados de flúor, producto de la reacción del ácido con la fase vítrea de la cerámica feldespática . Sin embargo se observa mayor diámetro de las porosidades así como mayor profundidad de las pequeñas cavernas a pesar del remanente de flúor.

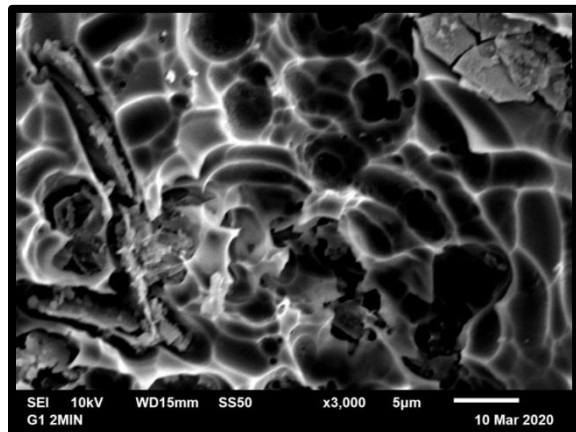
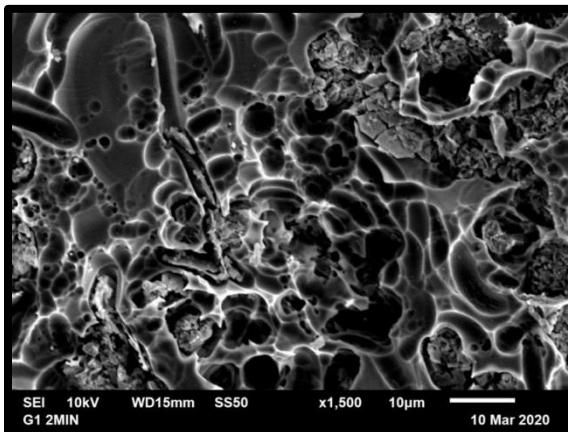
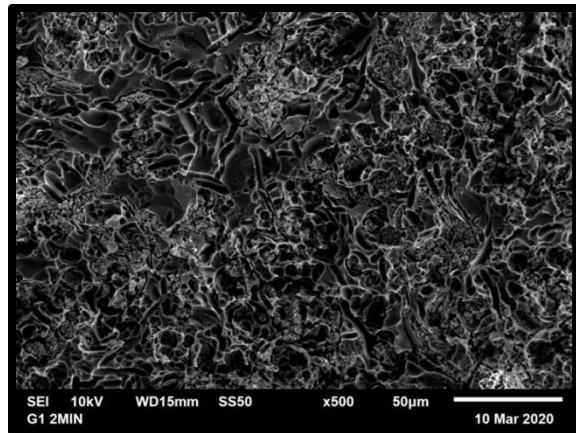
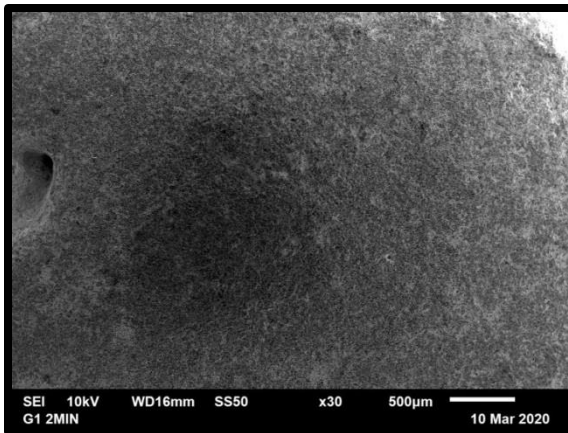
**Cerámica Feldespática Control Después De Grabado Con Ácido Fluorhídrico (HF)  
Al 9 % Durante 1 minuto.**



Al aumentar el tiempo de acción de ácido fluorhídrico durante 1 minutos, se crea la estructura porosa en la superficie de cerámica al reaccionar con la matriz de sílice de la cerámica. Es evidente que el aumento de 30 segundos más en el tiempo de grabado hizo una mayor degradación en la fase vítrea de la cerámica en comparación de los 30 segundos y la abrasión por partículas con aire. Además de observarse mayor número de porosidades, profundidad en las cavernas y precipitados de flúor.

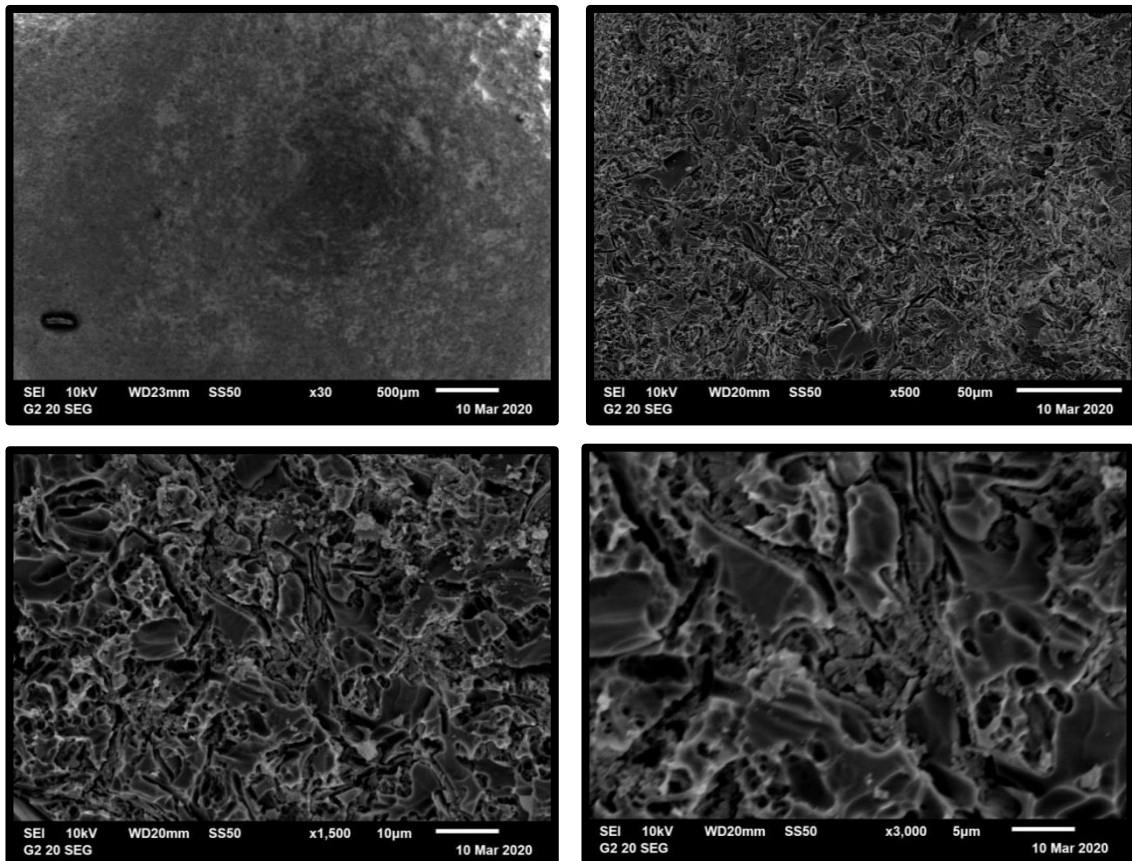


**Cerámica Feldespática Control Después De Grabado Con Ácido Fluorhídrico (HF)  
Al 9 % Durante 2 minuto.**



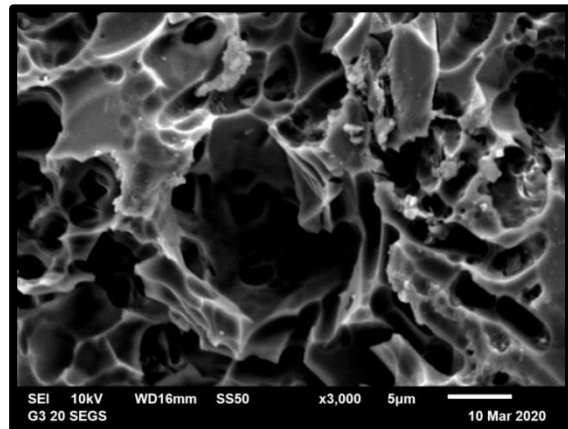
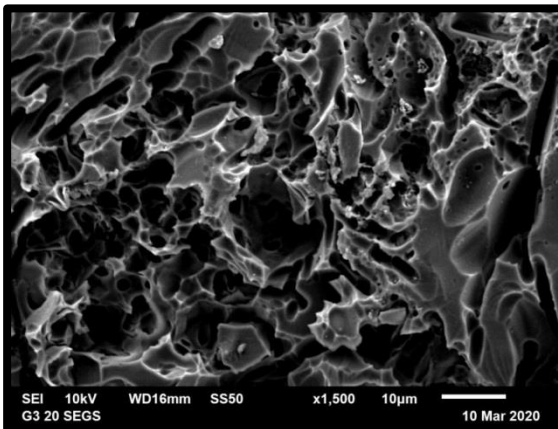
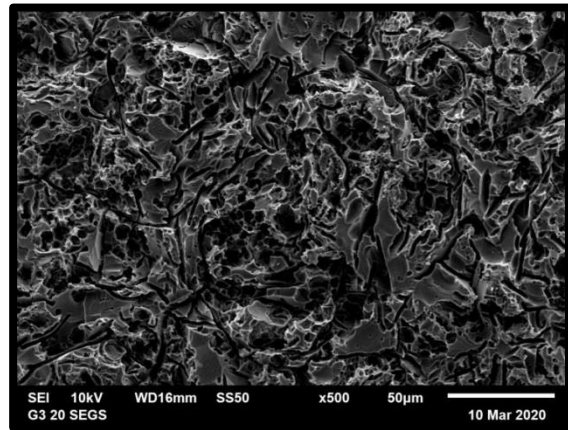
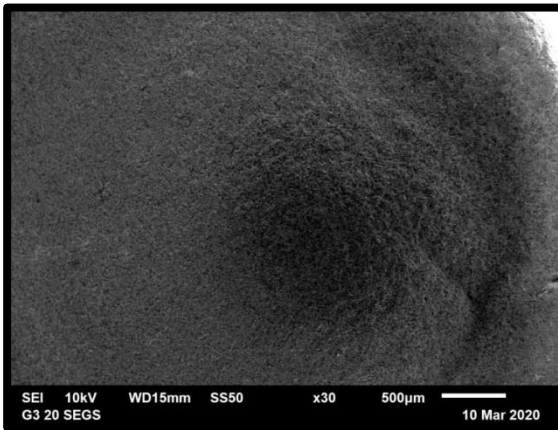
Al aumentar el tiempo de grabado durante 2 minutos se expone la fase cristalina, disminuye el número de porosidades y profundidad de las cavernas por una constante degradación de la fase vítrea que nos señala es más ácido sensible. Después de los 2 minutos de grabado se logró una superficie homogénea en comparación con el grabado de 1 minuto, hay una evidente disminución de los precipitados de flúor y microretenciones.

**GRUPO A Grabados con ácido fluorhídrico (HF) al 9 % durante 30 segundos  
neutralización lavado y secado**



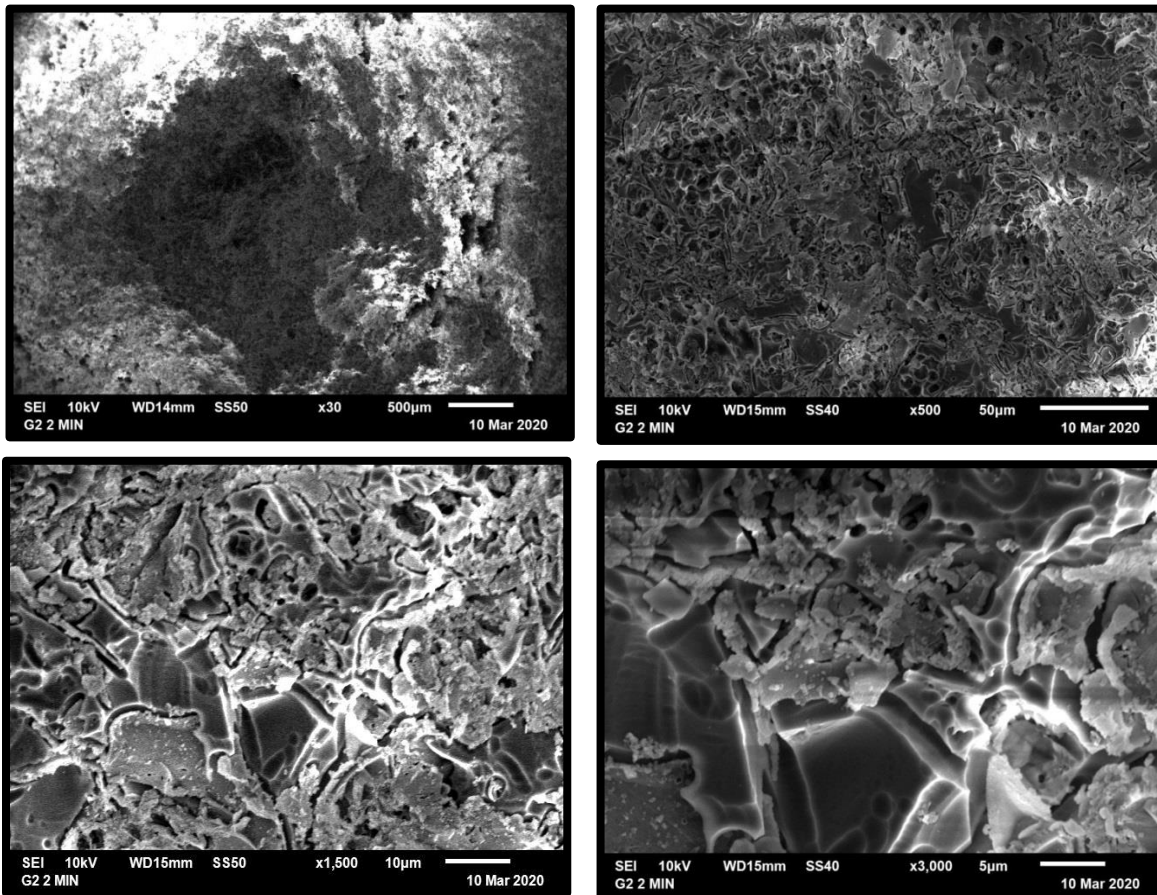
Al neutralizar el ácido fluorhídrico al 9% con una solución de bicarbonato de sodio se observa menos formación de precipitados de flúor en comparación del grupo control grabado por 30 segundos, las porosidades se aprecian con mayor permeabilidad aunque con un disminución de las mismas que podría indicarnos que a pesar del lavado con chorro de agua y aire de la jeringa triple el ácido sigue degradando la fase vítrea de la cerámica.

**GRUPO A Grabados con ácido fluorhídrico (HF) al 9 % durante 1 minuto  
neutralización lavado y secado**



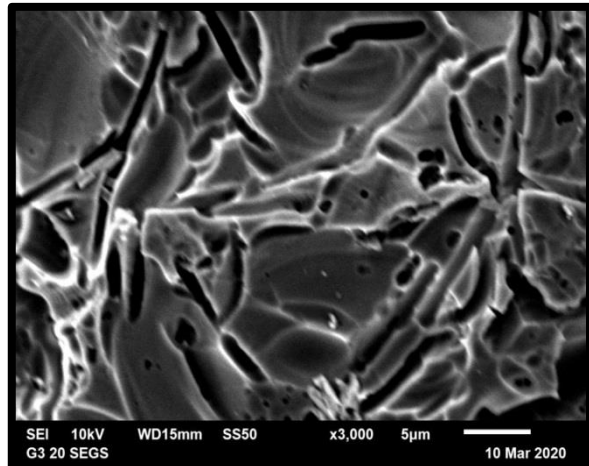
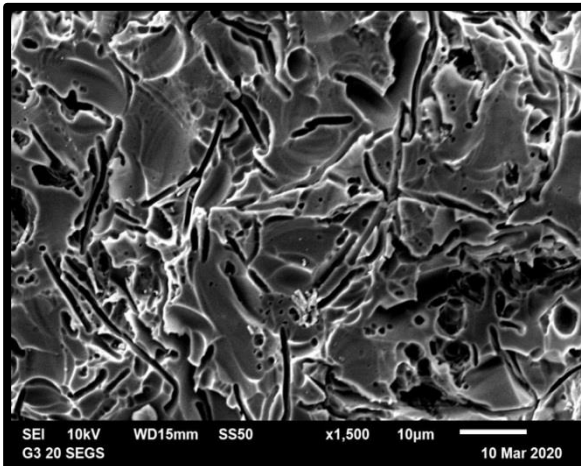
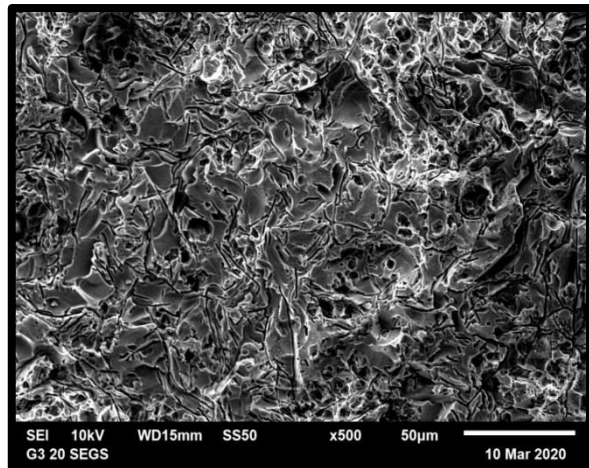
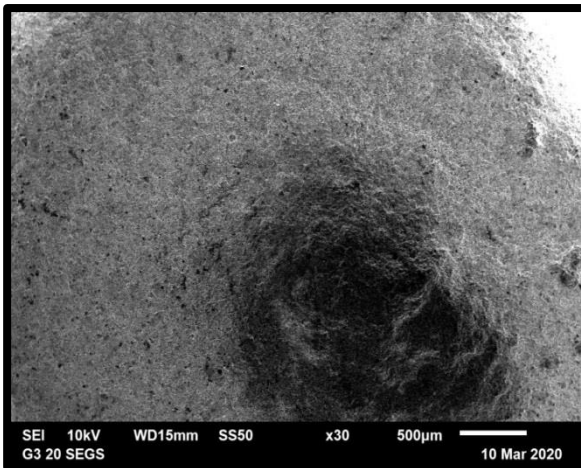
En la neutralización del ácido fluorhídrico al 9 % con solución de bicarbonato de sodio después de un grabado de 1 minuto se observa la eliminación de la gran parte de los precipitados de flúor . Además una evidente permeabilidad de las porosidades y cavernas en comparación del protocolo control de 1 minuto de grado más lavado y secado con jeringa triple. Se observa una mayor superficie de adhesión para la penetración de los agentes de cementado.

**GRUPO A Grabados con ácido fluorhídrico (HF) al 9 % durante 2 minutos  
neutralización lavado y secado**



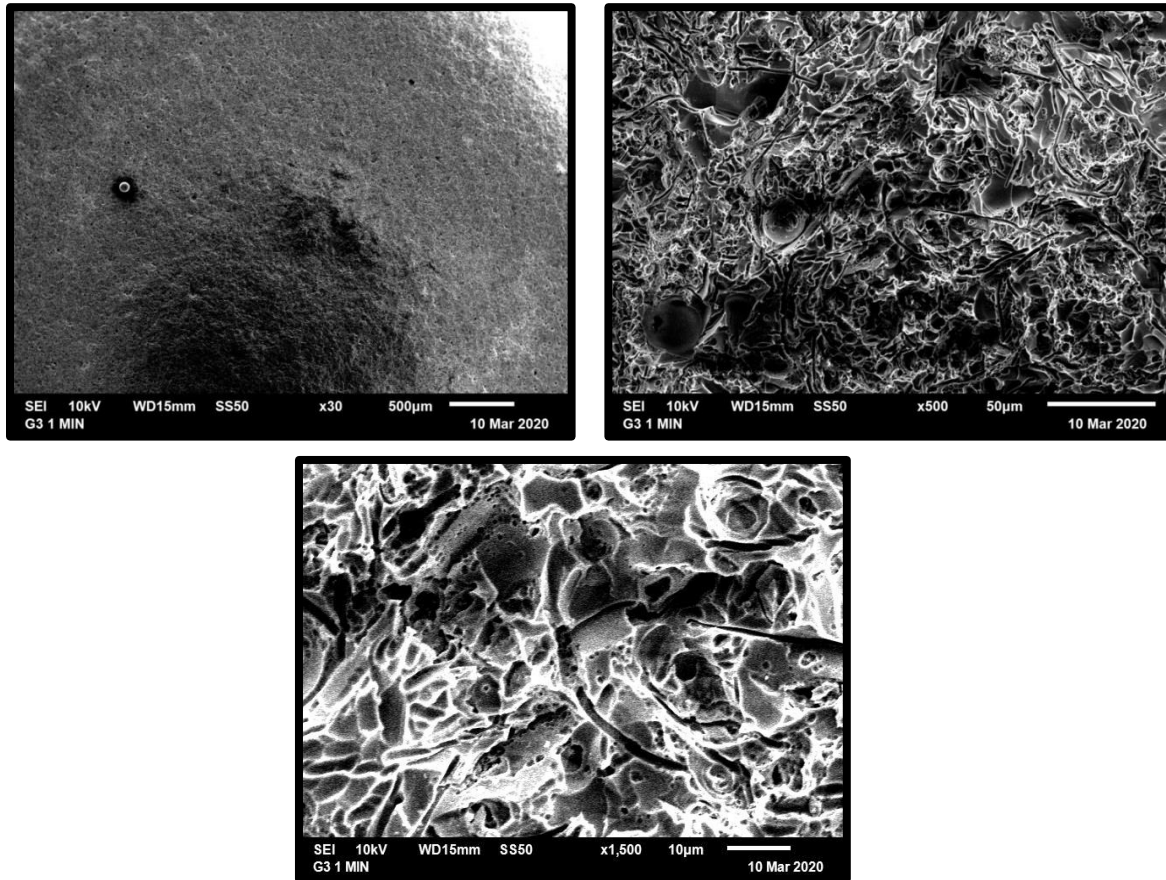
En este protocolo de lavado y neutralizado se obtuvo una superficie contaminada casi en su totalidad por los precipitados de flúor. Se observan cristales al igual que en el grabado de 2 minutos del grupo control pero no sin una superficie más homogénea. La mayor cantidad de precipitados de flúor puede deberse por dos razones; mayor degradación de la fase vítrea de la cerámica y mayor retención de los precipitados de flúor en las porosidades.

**GRUPO B: Grabado con ácido fluorhídrico (HF) al 9 % durante 30 segundos, agente neutralizante, lavado/secado y limpieza con ultrasónico**



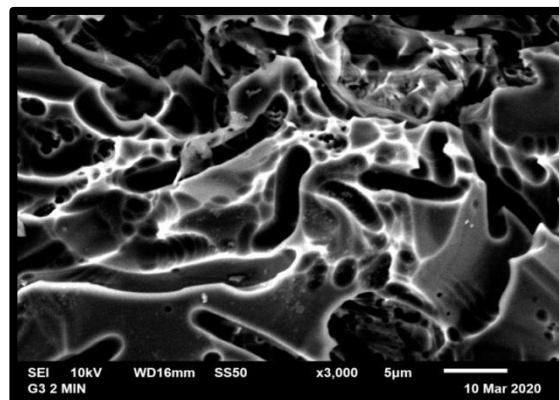
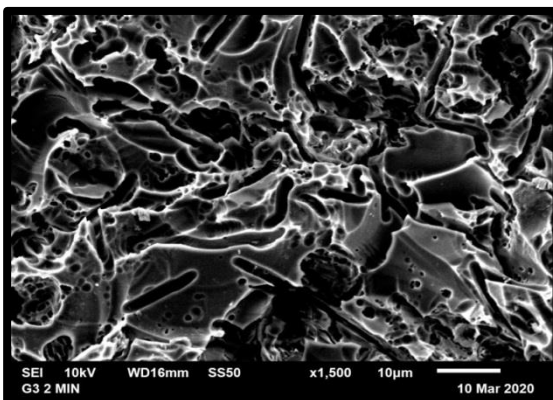
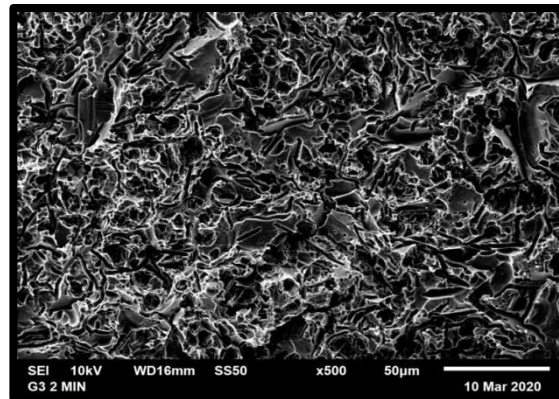
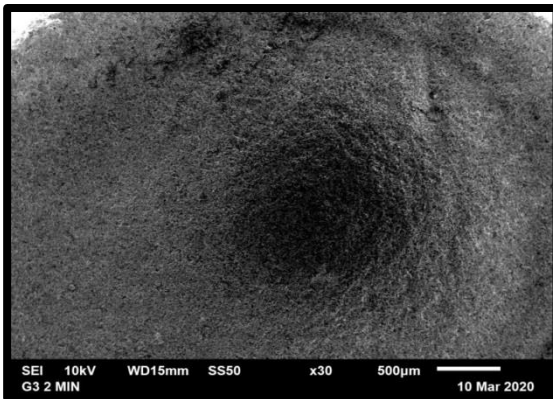
La limpieza adicional con ultrasonido durante 5 minutos con agua destilada eliminó los precipitados de flúor en su totalidad. Se observa mayor permeabilidad en las porosidades pero con poca profundidad y un número limitado de las mismas. Podemos inferir que la neutralización del ácido fluorhídrico con una solución de bicarbonato de sodio es más efectiva para detener la degradación de la fase vítrea en comparación de la eliminación del ácido con jeringa triple.

**GRUPO B: Grabado con ácido fluorhídrico (HF) al 9 % durante 1 minuto, agente neutralizante, lavado/secado y limpieza con ultrasónico**



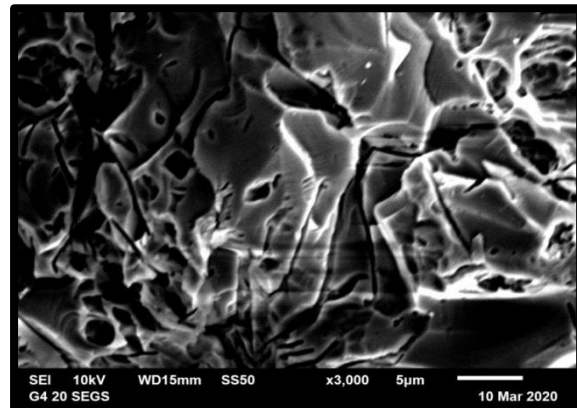
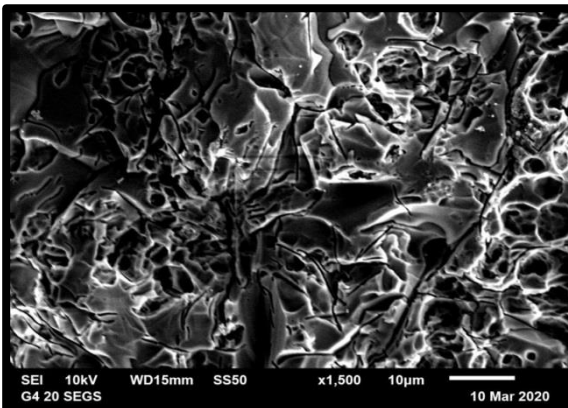
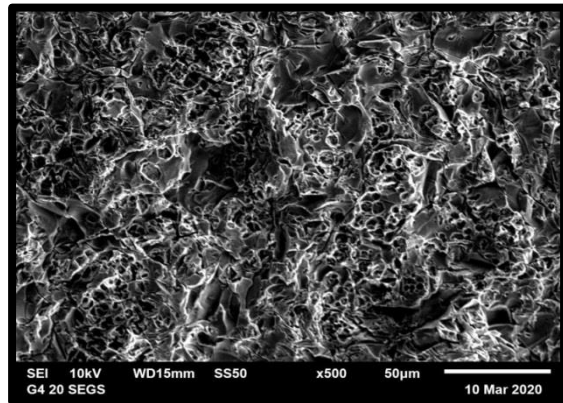
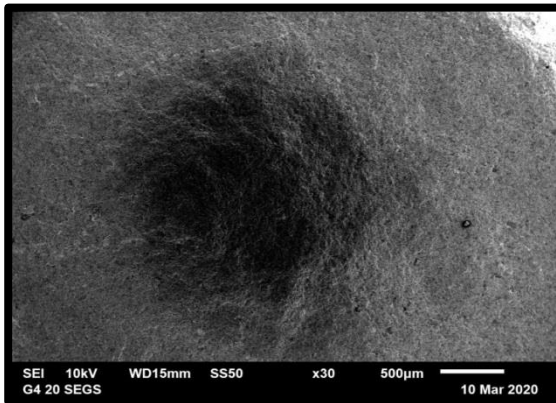
Se observa un aumento y profundidad de las porosidades en comparación del grupo de 30 segundos con el mismo protocolo pero menor al compararlos con las muestras grabadas por 1 minuto del grupo control. La eliminación de los precipitados de flúor con la limpieza adicional en agua destilada y ultrasonido durante 5 minutos fue efectiva.

**GRUPO B: Grabado con ácido fluorhídrico (HF) al 9 % durante 2 minuto, agente neutralizante, lavado/secado y limpieza con ultrasónico**



La limpieza adicional con ultrasonido, limpio completamente la superficie de precipitados de flúor, observando mayores porosidades y profundidad con el aumento en el tiempo de grabado. En comparación del grabado de 2 minutos en los demás grupo , no se observó cristales lo que significa que el ácido fluorhídrico sigue degradando la fase vítrea a pesar de la eliminación con agua por medio de una jeringa triple.

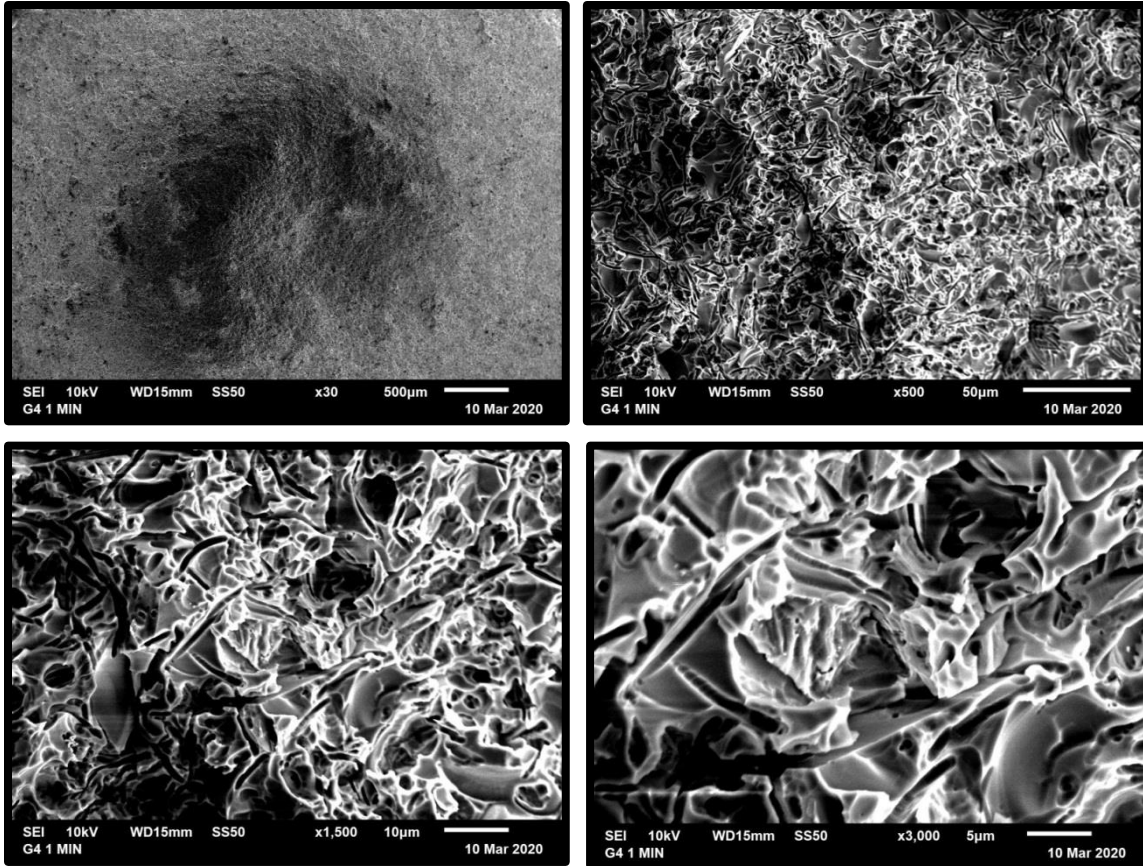
**GRUPO C Grabado con ácido fluorhídrico (HF) al 9 % durante 30 segundos, lavado , ácido fosfórico 37 %, lavado, limpieza con ultrasonido.**



El ácido fosfórico al 37% no tiene una acción para neutralizar la degradación por ácido fluorhídrico en comparación del protocolo con solución de bicarbonato de sodio. Pero sumado a la limpieza adicional con ultrasonido elimino los precipitados de flúor mostrando una superficie más porosa e idónea para la adhesión en comparación con el grupo control, A y B en el grabado durante 30 segundos.

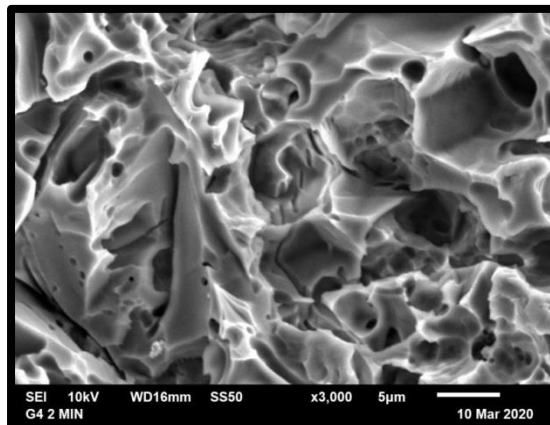
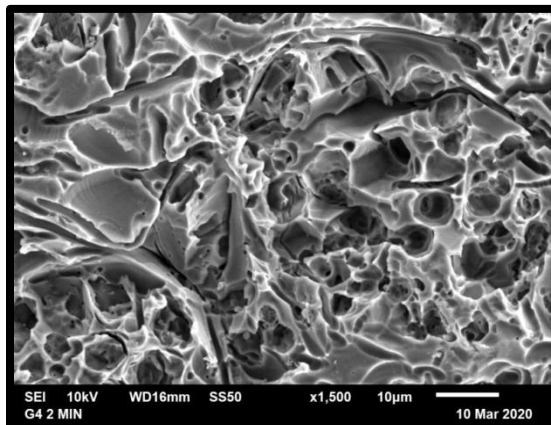
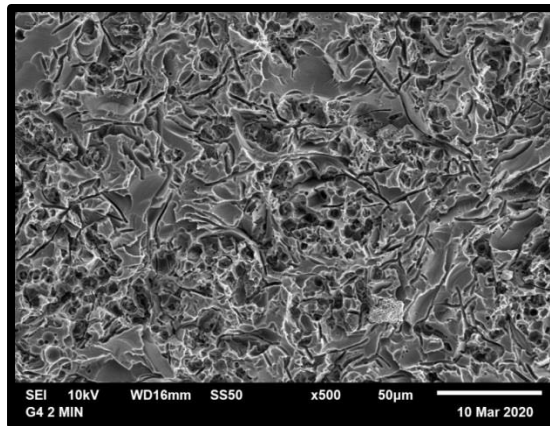
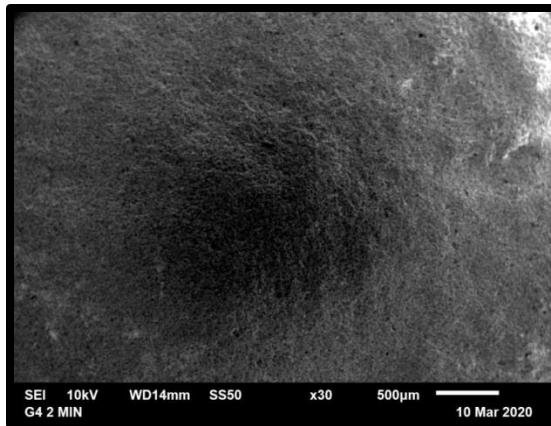


**GRUPO C Grabado con ácido fluorhídrico (HF) al 9 % durante 1 minuto, lavado, ácido fosfórico 37 %, lavado, limpieza con ultrasonido**



Se observa un mayor número de porosidades y profundidad de las cavernas en comparación del grabado durante 30 segundos con el mismo protocolo. La limpieza adicional con ácido fosfórico al 37 % más ultrasonido es efectiva para la eliminación total de los precipitados de flúor.

**GRUPO C Grabado con ácido fluorhídrico (HF) al 9 % durante 2| minuto, lavado , ácido fosfórico 37 %, lavado, limpieza con ultrasonido**



La combinación del Ácido fosfórico al 37% y el ultrasonido como limpieza adicional fue más efectiva para la eliminación de los precipitados de flúor. Se observa un aumento de las porosidades y una exposición menor de la fase cristalina de la cerámica en comparación con el grupo control y el grupo A grabados durante 2 min.

## ESPECTROMETRÍA DE DISPERSIÓN DE ENERGÍA DE RAYOS X.

El segundo análisis que se realizó con el microscopio electrónico de barrido fue de espectrometría de dispersión de energía de rayos X para identificar la disminución el porcentaje de silicio, corroborar el aumento de porcentajes en los niveles de flúor y la eliminación de los mismos por la limpieza adicional con ultrasonido.

**Tabla 1**  
**CONTROL ARENADO**

Elementos	Pesos %
Oxigeno	42.1
Silicio	25.2
Fluor	0
Aluminio	6.8
Potasio	6.4
Carbono	0
Sodio	3.5
Calcio	1.0

**Tabla 2**  
**CONTROL GRABADO: Grabado con ácido fluorhídrico (HF) al 9 % durante 30 segundos , lavado y secado**

Elementos	Pesos %
Oxigeno	28.7
Silicio	21.7
Fluor	8.5
Aluminio	5.1
Potasio	7.3
Carbono	2.4
Sodio	3
Calcio	1.9

En la *Tabla 1* se observan los porcentajes iniciales de composición de la pastilla feldespática después del arenado. Los niveles de silicio oscilan entre un 27 % a un 25%. En la *Tabla 2* se observa el aumento en los niveles de porcentaje de flúor por la reacción del HF en la superficie feldespática, formando precipitados cristalinos de flúor.

**Tabla 3**  
**CONTROL GRABADO: Grabado con ácido fluorhídrico (HF) al 9 % durante 1 minutos, lavado y secado**

Elementos	Pesos %
Oxigeno	25.6
Silicio	17.2
Fluor	15.4
Aluminio	8.0
Potasio	4.9
Carbono	4.5
Sodio	4.3
Calcio	2.5

**Tabla 4**  
**CONTROL GRABADO: Grabados con ácido fluorhídrico (HF) al 9 % durante 2 minutos, lavado y secado**

Elementos	Pesos %
Oxigeno	31.4
Silicio	22.8
Fluor	8.0
Aluminio	5.5
Potasio	8.2
Carbono	4.4
Sodio	3.5
Calcio	2.2

Aumentando el tiempo de grabado del HF a 1 minuto (*Tabla 3*) los porcentajes de silicio disminuyeron y el flúor se incrementó a un 15.4 % en comparación de la *Tabla 2*. La *Tabla 4* indica que el grabado con HF fue no se realizó correctamente, los porcentajes de silicio y flúor son menores a los registrados en la *Tabla 3*.

**Tabla 5**  
**GRUPO A** Grabados con ácido fluorhídrico (HF) al 9 % durante 30 segundos neutralización lavado y secado

Elementos	Pesos %
Oxigeno	24.7
Silicio	16.3
Flúor	16.2
Aluminio	7.8
Potasio	5.1
Carbono	4.9
Sodio	4.2
Calcio	2.9

**Tabla 6**  
**GRUPO A** Grabado con ácido fluorhídrico (HF) al 9 % durante 1 Min neutralización lavado y secado

Elementos	Pesos %
Oxigeno	39.9
Silicio	25.8
Flúor	0
Aluminio	5.6
Potasio	5.9
Carbono	6.3
Sodio	3.9
Calcio	1.2

La neutralización con una solución de bicarbonato de sodio no fue efectiva para eliminar los precipitados cristalinos de flúor (Tabla 5) y el grabado con HF no redujo los porcentajes de silicio, lo cual indica que no se realizó un correcto acondicionamiento de la superficie feldespática.

**Tabla 7**  
**GRUPO A** Grabado con ácido fluorhídrico (HF) al 9 % durante 2 Minutos neutralización lavado y secado

Elementos	Pesos %
Oxigeno	19.3
Silicio	14.7
Flúor	20.7
Aluminio	7.3
Potasio	5.5
Carbono	5.8
Sodio	3.8
Calcio	4.2

**Tabla 8**  
**GRUPO B:** Grabado con ácido fluorhídrico (HF) al 9 % durante 30 segundos , agente neutralizante, lavado/secado y limpieza con ultrasónico

Elementos	Pesos %
Oxigeno	40.0
Silicio	23.2
Flúor	0
Aluminio	5.0
Potasio	4.3
Carbono	11.0
Sodio	3.6
Calcio	1.3

El grabado con HF en la *Tabla 7* es consistente con el acondicionamiento de la superficie y la solución de bicarbonato de sodio no elimino los precipitados cristalinos de flúor. En grupo B (*Tabla 8*) donde se realizó limpieza adicional con ultrasonido, la disminución de los porcentajes de silicio y flúor indica que la limpieza fue efectiva para la eliminación de los precipitados cristalinos de flúor.

**Tabla 9**

**GRUPO B: Grabado con ácido fluorhídrico (HF) al 9 % durante 1 minuto, agente neutralizante, lavado/secado y limpieza con ultrasónico**

Elementos	Pesos %
Oxigeno	40.5
Silicio	25.5
Flúor	0
Aluminio	5.7
Potasio	6.0
Carbono	6.0
Sodio	4.0
Calcio	1.2

**Tabla 10**

**GRUPO B: Grabado con ácido fluorhídrico (HF) al 9% durante 2 minuto, agente neutralizante, lavado/secado y limpieza con ultrasónico**

Elementos	Pesos %
Oxigeno	39.1
Silicio	25.8
Flúor	0
Aluminio	5.3
Potasio	5.6
Carbono	5.7
Sodio	3.8
Calcio	1.6

**Tabla 11**

**GRUPO C Grabado con ácido fluorhídrico (HF) al 9 % durante 30 segundos , lavado , ácido fosfórico 37 %, lavado, limpieza con ultrasonido**

Elementos	Pesos %
Oxigeno	39.6
Silicio	25.3
Flúor	0
Aluminio	5.7
Potasio	6.0
Carbono	5.3
Sodio	3.5
Calcio	1.1

**Tabla 12**

**GRUPO C Grabado con ácido fluorhídrico (HF) al 9 % durante 1 minuto, lavado , ácido fosfórico 37 %, lavado, limpieza con ultrasonido**

Elementos	Pesos %
Oxigeno	40.4
Silicio	26.0
Flúor	0
Aluminio	5.6
Potasio	5.8
Carbono	7.2
Sodio	3.9
Calcio	1.1

Los porcentajes de silicio entre un 25 % a un 27.6% de las Tablas 9, 10, 11,12 y 13 no son consistentes para afirmar que la limpieza adicional con ultrasonido redujo los porcentajes de flúor. Solo las imágenes de MEB muestran la eliminación de los precipitados cristalinos de flúor y que el tratamiento de la superficie feldespática fue exitoso.

**Tabla 13**  
***GRUPO C*** Grabados con ácido fluorhídrico (HF) al 9 %  
durante 2 minuto, lavado , ácido fosfórico 37 %, lavado,  
limpieza con ultrasonido

Elementos	Pesos %
Oxigeno	38.1
Silicio	27.6
Flúor	0
Aluminio	6.0
Potasio	7.0
Carbono	4.2
Sodio	3.8
Calcio	1.5

### **PRUEBA DE CIZALLAMIENTO**

La segunda fase del experimento examinó los efectos de varias condiciones de unión sobre la resistencia a la cizalladura de la unión cerámica grabada/cemento/ esmalte. Se utilizó una Máquina de prueba universal SHIMADZU - AGS-X series software LITE X. El análisis estadístico se realizó con software Minitap Statistical versión 19, se analizó la anormalidad de las variables con la prueba de Shapiro Wilks, al ser un estudio paramétrico se determinó la significancia estadística con la prueba de T de student, con intervalos de confianza al 95%.

**Tabla I.** Estadística descriptiva de la prueba de cizalla en las comparaciones entre los tiempos para cada grupo de estudio.

Grupo de estudio	Tiempo	Media	Error	DE	Mínimo	Máximo
<b>Grupo Control</b> Grabado con ácido fluorhídrico (HF) al 9 %, lavado y secado	<b>30 seg</b>	217.6	41.9	132.4	20.6	478.0
	<b>1 min</b>	249.1	28.0	88.4	97.2	407.9
	<b>2 min</b>	282.9	40.4	127.8	158.9	502.3
<b>GRUPO A</b> Grabado con ácido fluorhídrico (HF) al 9 % neutralización lavado y secado	<b>30 seg</b>	155.1	18.3	57.7	57.2	229.7
	<b>1 min</b>	172.1	18.0	56.8	66.1	265.8
	<b>2 min</b>	150.1	17.7	56.0	66.2	219.2
<b>GRUPO B</b> Grabado con ácido fluorhídrico (HF) al 9% , agente neutralizante, lavado/secado y limpieza con ultrasónico	<b>30 seg</b>	178.5	20.3	64.2	73.6	265.8
	<b>1 min</b>	152.3	34.4	108.8	13.5	340.4
	<b>2 min</b>	176.8	24.0	76.0	27.5	249.9
<b>GRUPO C</b> Grabado con ácido fluorhídrico (HF) al 9 %, lavado , ácido fosfórico 37 %, lavado, limpieza con ultrasonido	<b>30 seg</b>	171.7	27.3	86.3	34.7	309.3
	<b>1 min</b>	235.8	23.2	73.2	99.8	310.2
	<b>2 min</b>	101.1	24.8	78.5	20.4	268.4

\*Se determinó Estadística descriptiva de la prueba de cizallamiento en las comparaciones entre los tiempos para cada grupo de estudio, la cual incluye media, error de la media, desviación estándar y valores mínimos y máximos ( Tabla I) . La mayor resistencia al cizallamiento se registró en el grupo control cuando el tiempo de grabado fue durante 2 minutos. La menor fuerza registrada fue en el Grupo C cuando el grabado se realizó durante 2 minutos

**Tabla II.** Comparaciones de los tiempos en cada grupo de estudio para la prueba de cizalla.

Grupo de estudio	30 seg vs 1min	30 seg vs 2 min	1 min vs 2 min
<b>Grupo Control</b> Grabado con ácido fluorhídrico (HF) al 9 %, lavado y secado	0.527	0.276	0.517
<b>GRUPO A</b> Grabado con ácido fluorhídrico (HF) al 9 % neutralización lavado y secado	0.530	0.761	0.433
<b>GRUPO B</b> Grabado con ácido fluorhídrico (HF) al 9% , agente neutralizante, lavado/secado y limpieza con ultrasónico	0.550	0.946	0.560
<b>GRUPO C</b> Grabado con ácido fluorhídrico (HF) al 9 %, lavado , ácido fosfórico 37 %, lavado, limpieza con ultrasonido	0.094	<b>0.017*</b>	<b>0.003*</b>

\*el asterisco denota la significancia estadística ( $p \leq 0.05$ ).

Se compararon los tiempos de grabado ácido en cada grupo de estudio para la prueba de cizallamiento. Solo se identificó diferencia estadística entre los tiempo de grabado ácido en

el Grupo C; cuando se comparó el tiempo de exposición durante 30 segundos vs 2 minutos ( $p \leq 0.017$ ) y la menor resistencia registrada en todos los grupos cuando se comparó el grabado ácido de 1 minuto vs 2 minutos ( $p \leq 0.003$ ). La comparación del tiempo de grabado entre los demás grupos no mostró diferencia significativa en la resistencia al cizallamiento (Tabla II). El cambio de la fuerza de presión solo fue significativo cuando se aplicó en el tiempo de grabado a los 30 segundos y los 2 minutos en el grupo C.

Tiempo	Grupo Control vs Grupo A	Grupo Control vs Grupo B	Grupo Control vs Grupo C	Grupo A vs Grupo B	Grupo A vs Grupo C	Grupo B vs Grupo C
30 seg	0.223	0.338	0.369	0.509	0.575	0.850
1min	0.074	<b>0.009*</b>	0.675	0.602	<b>0.050*</b>	<b>0.050*</b>
2 min	<b>0.001*</b>	<b>0.033*</b>	<b>0.004*</b>	0.373	0.120	0.066

\*el asterisco denota la significancia estadística ( $p \leq 0.05$ ).

Se compararon los diferentes protocolos de eliminación, neutralización y limpieza adicional con ultrasonido de los grupos control, A, B y C entre sus distintos tiempos de exposición al grabado con ácido fluorhídrico al 9%. El grupo control fue el que registró mayor resistencia al cizallamiento (Tabla I), no tuvo diferencias significativas cuando se comparó con los grupos A, B y C en una exposición al grabado ácido durante 30 segundos. Cuando se aumentó el tiempo de grabado a 1 minuto solo tuvo una diferencia significativa al compararlo con el grupo B ( $p \leq 0.009$ ) mostrando mayor resistencia al cizallamiento en una exposición de 1 minuto el grupo control.

Al exponer las muestras a un tiempo de grabado de 2 minutos el grupo control fue más resistente a la prueba de cizallamiento en comparación con los demás protocolos (Grupo control vs Grupo A  $p \leq 0.001$ , Grupo control vs Grupo B  $p \leq 0.033$ , Grupo control vs Grupo C  $p \leq 0.004$ ). La diferencia significativa entre los Grupos A vs Grupo C, se registró al comparar el tiempo de grabado ácido durante 1 minuto ( $p \leq 0.050$ ) y cuando se comparó el tiempo de grabado a 1 min ( $p \leq 0.050$ ) al Grupo B vs Grupo C. El protocolo con mayor resistencia al cizallamiento fue el grupo control cuando se le comparó con los demás grupos a los 2 minutos de grabado ácido ( $p \leq 0.001$ ).



## DISCUSION

El uso de la adhesión en restauraciones indudablemente ha dado lugar a algunas ventajas, entre las que se incluyen la conservación, el sellado, la función y la estética , además de la demanda clínica para la elaboración de restauraciones libres de metal y la conservación de las estructuras dentales exigiendo protocolos de adhesión de la superficie cerámica y dental. La odontología ha evolucionado dejando de lado las preparaciones con retenciones mecánicas en el diente, estructuras cerámicas más conservadoras que necesitan de un acondicionamiento en ambas superficies para su longevidad en la cavidad oral. Es por esto que la investigación de las restauraciones adhesivas a demandado protocolos que puedan asegurar el éxito de la unión cerámica a los órganos dentarios. La cerámica se puede clasificar como sensible al ácido o resistente al ácido, de acuerdo con el grado de degradación de la superficie con ácido fluorhídrico (HF). Las cerámicas sensibles al ácido son aquellas a base de feldespato, leucita y disilicato de litio, se graban rápidamente con HF, lo que da como resultado una superficie cerámica microretentiva creando una topografía similar a un panal que parecía más propicia para el desarrollo de altas fuerzas de unión en función del número de grandes porosidades contenidas dentro de su superficie logrando una mayor superficie de contacto para los agentes cementantes. En la primera parte de este estudio se logró comprobar las modificaciones a la estructura feldespática por el grabado con HF al 9% . Las imágenes logradas con un microscopio electrónico de barrido (MEB) son similares a las obtenidas en los estudios de Canay y colaboradores en 2001 , Pascal y colaboradores en 2006, después de someter las muestras a un ciclo de cocción recomendado por el fabricante; precalentado a 600 ° C (tiempo de secado inicial) durante 6 min antes de que la temperatura aumentara a 60 ° C / min a 960° en un horno de vacío la superficie cerámica observada al MEB fue homogénea, tomando en cuenta que a ninguna de las muestras se realizó un pulido. La abrasión por partículas en aire con óxido de aluminio al 50 µm a una presión de 2 bar durante 1 minuto fue realizada para recrear las condiciones clínicas ideales al realizar una restauración cerámica, además tomando en cuentas los métodos de preparación de las muestra de Borges y colaboradores en 2003 , Pascal y colaboradores 2006. Después del arenado con polvo de óxido de aluminio 50 µm,

la superficie feldespática observada al MEB muestra un cambio estructural con mayor porosidad, creando microretenciones mecánicas de poca profundidad y con algunos residuos de óxido de aluminio similares a las obtenidas por Borges en 2003 a pesar de que se aumentó el tiempo de abrasión más 30 segundos en comparación al protocolo original no se obtuvo una superficie más profunda ni con mayores porosidades.

La distribución de defectos en la superficie puede influir en la sinergia de la unión a los cementos a base de resina y, como resultado, el rendimiento de las restauraciones cerámicas cuando se colocan clínicamente. El grabado de porcelana feldespática es un proceso dinámico y el impacto depende de la constitución del sustrato, superficie topografía, concentración de ácido y tiempo de grabado. Como resultado, se ha propuesto que la longevidad de las restauraciones cerámicas se puede mejorar mediante la optimización del tiempo y la concentración del HF. En 1983 Horn sugirió usar HF para grabar carillas de laminado de porcelana y el examen posterior de las superficies de porcelana grabadas demostró que las diferentes fases de porcelana se disuelven preferentemente dependiendo de la composición de porcelana creando así una superficie más propicia para la unión. Addison en el 2007 destacó una reducción significativa de la resistencia feldespática cuando las muestras fueron grabadas durante 90 segundos con ácido HF al 20% al cambiar la concentración de HF a 5% y 10% con tiempos de grabado de 45 segundos, 90 segundos y 180 segundos, la resistencia media a la flexión biaxial no fue significativamente diferentes con el grupo control. Se eligió una concentración de HF al 9% con tiempos de grabado a 30 segundos, 1 minuto y 2 minutos basado en los resultados de Addison, Canay y Pascal para no afectar la resistencia media flexural biaxial y disminuir la posibilidad de una falla cohesiva en la cerámica. En el presente estudio al observar las muestras grabadas en el distinto tiempo de acción del HF se obtuvo un aumento en la profundidad y número de porosidades de la superficie feldespática, las muestras grabadas por 1 minuto registraron mayor cambio en la topografía que las muestras expuestas durante 30 segundos. Al aumentar el tiempo de grabado durante 2 minutos se observaron cristales en la superficie feldespática así como una disminución en el número y profundidad de las porosidades. Esto puede ser resultado de la composición vítrea y cristalina que se degrada en diferentes tiempos de exposición al HF, la fase vítrea es más susceptible al ataque ácido, lo que nos indica que al exponer más de 1 minutos las muestras

al grabado con HF puede llegar a disolver la fase cristalina eliminando los defectos y porosidades ya obtenidos durante el grabado de 1 minuto. El porcentaje de Silicio, que es parte de la fase vítrea, disminuyó de un 25 % a un 21 % entre las muestras que solo fueron tratadas con Oxido de Aluminio a 50  $\mu\text{m}$  y el grabado con HF durante 30 segundos, con una disminución al 17 % cuando se incrementó el tiempo de grabado a 1 minuto lo que corrobora la hipótesis de la preferente degradación de la fase vítrea, similar a lo registrado por Addison al aumentar el tiempo de grabado de 45 segundos a 90 segundos resultando en un aumento en la rugosidad de la superficie, sin embargo, un mayor grabado a 180 segundos provocó una reducción de las rugosidades, esto puede desestabilizar los mismos defectos o introducir un nuevo defecto que afecte la resistencia flexural biaxial.

La textura superficial de las muestras grabadas durante 1 minuto con HF muestra canales profundos, poros y precipitados en la superficie que permanecen después de la aplicación del ácido. Estos precipitados afectan la permeabilidad de las rugosidades restando superficie de contacto para los cementos a base de resina. Después de identificar los picos en la espectrometría de dispersión de energía de rayos X (EDS) los perfiles de composición de las muestras lavadas solo con agua de la jeringa triple para eliminar el HF, indican picos de flúor que es característico del precipitado ácido productos de reacción de Na, K, Ca y fluorosilicato de Al. Pessoa Leite y colaboradores en 2012 en su análisis de EDS muestra que los precipitados cristalinos sobre las superficies grabadas no eran fácilmente solubles en agua y que solo pueden eliminarse mediante limpieza ultrasónica. Este protocolo fue propuesto por Canay en 2001 como una limpieza adicional en agua destilada durante 5 minutos en una tina ultrasónica. Las muestras en esta investigación fueron tratadas con una solución de bicarbonato de sodio utilizada por Saavedra en 2009 y con ácido fosfórico al 37 % pascal en 2007, para neutralizar la acción del grabado con HF, más la limpieza adicional con ultrasonido en cada grupo, dejando un grupo adicional en el que solo se utilizó la solución de bicarbonato de sodio para analizar al EDS si las concentraciones de flúor habían disminuido en comparación a los grupo control. Después de utilizar la solución de bicarbonato de sodio los porcentajes de flúor aumentaron de 8.5 % a 16.2 % con respecto al grabado de 30 segundos, 8% a 20.7% cuando el grabado se realizó durante 2 minutos comparando el grupo control y grupo A. Los porcentajes de flúor del grupo A en un grabado durante 1 minuto fueron del 0% con respecto al 15% del grupo control, las

imágenes obtenidas al MEB muestran la existencia de los precipitados de flúor en ambos grupos. Esto indica que la neutralización del HF con una solución de bicarbonato de sodio aumenta los porcentajes de flúor y exhibe una superficie menos permeable que podría dificultando la adhesión de la cerámica. Los grupo B y C se sometieron a una limpieza adicional con ultrasonido, los porcentajes de flúor en ambos grupo fue del 0% , no obstante en las imágenes del MEB se observó una disminución de las porosidades cuando se compararon los dos grupos al grabado de 30 segundos y 1 minuto, un número mayor de porosidades en el grupo C en comparación al grupo B, esto puede deberse a que el HF sigue disolviendo la fase vítrea a pesar del lavado con agua de la jeringa triple , la solución de bicarbonato es efectiva para neutralizar la acción del HF , aunque para los propósitos de la adhesión debería utilizarse el lavado adicional con ultrasonido. La incorporación del grabado durante 1 minuto de ácido fosfórico al 37% no mostro mayo limpieza con respecto al grupo B en las imágenes de MEB. De acuerdo con los resultados de este estudio y los registrados por Canay en 2001, Pessoa Leite en 2012 se puede concluir que la ultrasonicación en la superficie será efectiva para eliminar el porcentaje de flúor en la cerámica, mientras que solo enjuagar con agua de la jeringa triple dará como resultado que los precipitados de flúor permanezcan en la superficie obstruyendo los canales y poros dificultando la adhesión.

Es importante lograr que la superficie esté libre de precipitados obteniendo mayor permeabilidad en los canales realizados por el HF, de esta manera el silano y los cementos podrán tener una mayor superficie de contacto. En el presente estudio cada una de las muestra fue humectada con silano durante 1 minuto previamente a la aplicación del cemento a base de resina. Calamia y Simonsen en 1984 confirmaron que el uso de silano aumentó la fuerza de unión de la resina compuesta a la porcelana grabada, promueve un enlace químico a materiales resinosos a través de un enlace cruzado con grupos metacrilato, aumentan la energía de la superficie del sustrato y mejoran la humectabilidad de la superficie a las resinas, además de ser a fin a los enlaces de la superficie con contenido de sílice o leucita. Cada pastilla de cerámica se unió por medio de un cemento resinoso de acción dual a la superficie dental previamente acondicionada con ácido fosfórico al 37 % durante 30 segundos. Las pruebas de resistencia de unión in vitro, como las pruebas de resistencia a la tracción o al corte, se basan en la aplicación de una carga para generar

tensión en las muestras hasta que se produce la fractura. Por lo tanto, para que la prueba produzca valores de resistencia de unión adecuados entre un sistema adhesivo y un sustrato, es crucial que la interfaz de unión sea la región más estresada, independientemente de la prueba empleada. Con respecto a la prueba de cizallamiento esta consiste en la aplicación de una sola fuerza que aumenta de una manera constante (velocidad de 1mm/ minuto) hasta que la interfaz sufre una falla adhesiva o cohesiva. Es importante que los protocolos de adhesión reduzcan el tiempo de trabajo a solo segundos, la serie de pasos que aumentan el tiempo del acondicionamiento de la superficie debe garantizar una mejor resistencia a la unión. Sea comprobado en este estudio que el lavado adicional con ultrasonido garantiza una mejor superficie de contacto, mayor porosidad y profundidad para los cementos a base de resina, sin embargo al comparar los valores de resistencia al cizallamiento de los protocolos en los cuales solo se grabó la superficie cerámica y se enjuagaba a chorro de agua con jeringa triple versus agregar 5 minutos de ultrasonicación no contribuyeron a una fuerza de resistencia mayor al cizallamiento. La mayor resistencia de unión al sustrato se registró en el grupo control cuando el grabado con HF duro 2 minutos (282.9 N) , contrario a la resistencia observada en el grupo C al grabar la muestra durante 2 minutos (101.1 N) a pesar que la pastilla se había sometido a ultrasonido durante 5 minutos y las imágenes de MEB mostraban la eliminación de los precipitados, corroborados por el EDS con un porcentaje de 0% de flúor. En comparación con los datos obtenidos por Pascal en 2006 donde el grupo con mayor resistencia de unión (49.7 MPa) fue al lavar la superficie con ácido fosfórico al 37% durante 1 minuto y ultrasonicación durante 5 minutos. La diferencia entre los datos en los 2 estudios puede deberse a los porcentajes de silicio en la superficie del grupo control y el grupo C. Los valores de silicio disminuyeron entre un 6% y 10 % después del grabado con HF en el grupo control respecto a los niveles iniciales de la muestra analizada sin ataque ácido con un porcentaje de 26 % de silicio. El grupo C a pesar del grabado con HF a diferente tiempo mantuvo los porcentajes de silicio entre un 26 % y 24%, lo que indica la ineficiente degradación de la fase vítrea ocasionando poca profundidad en canales y poros disminuyendo la superficie de contacto dificultando la adhesión del cemento a base de resina. Además de la incorporación de la abrasión por partículas en aire con óxido de aluminio 50  $\mu\text{m}$  a 2 bar por 1 minuto que dejó residuos en el grupo control causando el efecto de adhesión parecido al que se obtiene en la superficie de

las cerámicas ácido resistentes. Resultados similares se observaron en los estudios de; Blatz en 2003, Valandro en 2006 y Ho en 2011 cuando se trataron superficies cerámicas resistentes al grabado con HF y poco porcentaje de sílice (infiltrados de alúmina y zirconio), por medio de la abrasión por partículas en aire se agregó a la superficie silicio y óxido de aluminio logrando valores de resistencia al cizallamiento mayores en comparación a las superficies sin contenido de sílice.

No se puede suponer que las diversas marcas o tipos de porcelana mostrarán exactamente el mismo patrón de resistencia y fiabilidad después del grabado con HF a distintas concentraciones y tiempos, ya que los materiales pueden ser más o menos sensibles al HF.

## CONCLUSIONES

Podemos afirmar que los tratamientos de acondicionamiento de la superficie cerámica son vitales para lograr una alta resistencia de unión entre la restauración y el diente. Las cerámicas con presencia de una fase vítrea y alto contenido de sílice deben ser grabar con HF a concentraciones entre el 5 % y el 10% a un tiempo mayor de 30 segundos y menor a 2 minutos. Aunque no se puede suponer que las diferentes marcas o tipos de porcelana mostrarán exactamente el mismo patrón de resistencia y fiabilidad después del grabado con HF, se tendrá que realizar estudios para conocer el comportamiento de los diferentes materiales de restauración. El grabado con HF y la silanización pueden lograr la fuerza de unión óptima en comparación con otros agentes de grabado si la cerámica está basada en feldespato, pero algunos estudios demostraron que otros métodos también pueden lograr fuerzas de unión comparables como en las cerámicas de alto contenido cristalino que son recubiertas de sílice y óxido de aluminio seguida de la humectación con silano. La cerámica con alto contenido en sílice tiene una fase vítrea más grande que permite un mayor grabado y crea estructuras más porosas para lograr un enclavamiento micromecánico de los cementos a base de resina. Los microporos y surcos se incrementan cuantitativamente aumentando del tiempo de grabado así como los residuos de reacción del HF y la cerámica. La reacción de fluoruro de silicio genera un incremento en la concentración de porcentaje de flúor que solo puede eliminarse con la limpieza adicional en una tina ultrasónica. La limpieza con ultrasonido fue capaz de eliminar precipitados ácidos, abriendo de manera eficiente microporos y surco obteniendo mayor superficie de contacto para el silano y los cementos a base de resina. Es importante que los protocolos de adhesión reduzcan el tiempo de trabajo a solo segundos, la serie de pasos que aumentan el tiempo del acondicionamiento de la superficie deben garantizar una mejor resistencia a la unión, de lo contrario estos son innecesarios.

## REFERENCIAS BIBLIOGRAFICAS

1. Bottino MA, Snellaert A, Bergoli CD, Özcan M, Bottino MC, Valandro LF. Effect of ceramic etching protocols on resin bond strength to a feldspathic ceramic. *Oper Dent*. 2015.
2. Jones DW. Development of dental ceramics. An historical perspective. Vol. 29, *Dental Clinics of North America*. 1985.
3. Gracis S, Thompson V, Ferencz J, Silva N, Bonfante E. A New Classification System for All-Ceramic and Ceramic-like Restorative Materials. *Int J Prosthodont*. 2016
4. Blatz MB, Dent M, Sadan A. Resin-ceramic bonding: a review of the literature. *J Prosthet Dent*. 2003.
5. McLean JW, Hughes TH. The reinforcement of dental porcelain with ceramic oxides. *Br Dent J*. 1965;
6. Leite FP, Özcan M, Valandro LF, Moreira CHC, Amaral R, Bottino MA, et al. Effect of the etching duration and ultrasonic cleaning on microtensile bond strength between feldspathic ceramic and resin cement. *J Adhes*. 2013
7. Calamia JR, Calamia CS. Porcelain Laminate Veneers: Reasons for 25 Years of Success. *Dental Clinics of North America*. 2007.
8. Kato H, Matsumura H, Tanaka T, Atsuta M. Bond strength and durability of porcelain bonding systems. *J Prosthet Dent*. 1996;
9. Thurmond JW, Barkmeier WW, Wilwerding TM. Effect of porcelain surface treatments on bond strengths of composite resin bonded to porcelain. *J Prosthet Dent*. 1994;
10. Stangel I, Nathanson D., Hsu CS. Shear Strength of the Composite Bond to Etched Porcelain. *J Dent Res*. 1987



11. Scheller-Sheridan C. Basic Guide to Dental Materials. Basic Guide Dentistry Ser. 2010.
12. Kato H, Matsumura H, Atsuta M. Effect of etching and sandblasting on bond strength to sintered porcelain of unfilled resin. J Oral Rehabil. 2000.
13. Chen JH, Matsumura H, Atsuta M. Effect of different etching periods on the bond strength of a composite resin to a machinable porcelain. J Dent. 1998;
14. Canay Ş, Hersek N, Ertan A. Effect of different acid treatments on a porcelain surface1. J Oral Rehabil. 2001
15. Bottino M, Snellaert A, Bergoli C, Özcan M, Bottino M, Valandro L. Effect of Ceramic Etching Protocols on Resin Bond Strength to a Feldspar Ceramic. Oper Dent . 2015.
16. Kukiattrakoon B, Thammasitboon K. The effect of different etching times of acidulated phosphate fluoride gel on the shear bond strength of high-leucite ceramics bonded to composite resin. J Prosthet Dent. 2007.
17. Horn HR. A new lamination: porcelain bonded to enamel. N Y State Dent J. 1983.
18. Calamia JR. Etched porcelain veneers: the current state of the art. Quintessence Int . 1985.
19. Yen TW, Blackman RB, Baez RJ. Effect of acid etching on the flexural strength of a feldspathic porcelain and a castable glass ceramic. J Prosthet Dent. 1993;
20. Addison O, Marquis PM, Fleming GJP. The impact of hydrofluoric acid surface treatments on the performance of a porcelain laminate restorative material. Dent Mater. 2007.
21. Ayad MF, Fahmy NZ, Rosenstiel SF. Effect of surface treatment on roughness and bond strength of a heat-pressed ceramic. J Prosthet Dent. 2008.
22. Della Bona A, Van Noort R. Shear vs. Tensile Bond Strength of Resin Composite Bonded to Ceramic. J Dent Res. 1995.

23. Magne P, Cascione D, Angeles L. Influence of post-etching cleaning and connecting porcelain on the microtensile bond strength of composite resin to feldspathic porcelain. *J Prosthet Dent*. 2006.
24. Bottino MA, Cd AS. Effect of Ceramic Etching Protocols on Resin Bond Strength to a Feldspar Ceramic. *Oper Dent* 2015.
25. Saavedra G, Ariki EK, Federico CD, Galhano G, Zamboni S, Baldissara P, et al. Effect of Acid Neutralization and Mechanical Cycling on the Microtensile Bond Strength of Glass-ceramic Inlays. *Oper Dent* . 2009.
26. Sorensen JA, Kang SK, Avera SP. Porcelain-composite interface microleakage with various porcelain surface treatments. *Dent Mater*. 1991.
27. Lacy AM, LaLuz J, Watanabe LG, Dellinges M. Effect of porcelain surface treatment on the bond to composite. *J Prosthet Dent*. 1988.
28. Russell DA, Meiers JC. Shear bond strength of resin composite to dicor treated with 4-META. *Int J Prosthodont*. 1994.
29. Matinlinna JP, Lung CYK, Tsoi JKH. Silane adhesion mechanism in dental applications and surface treatments: A review. *Dental Materials*. 2018.
30. Ho GW, Matinlinna JP. Insights on Ceramics as Dental Materials. Part II: Chemical Surface Treatments. *Silicon*. 2011.
31. Matinlinna JP, Lassila L V., Vallittu PK. Experimental novel silane system in adhesion promotion between dental resin and pretreated titanium. *Silicon*. 2009.
32. Hahn P, Attin T, Gröfke M, Hellwig E. Influence of resin cement viscosity on microleakage of ceramic inlays. *Dent Mater*. 2001.
33. Blatz MB, Oppes S, Chiche G, Holst S, Sadan A. Influence of cementation technique on fracture strength and leakage of alumina all-ceramic crowns after cyclic loading. *Quintessence Int*. 2008.

34. Padipatvuthikul P, Mair LH. Comparison of Shear Bond Strength, Fatigue Limit and Fatigue Life in resin-bonded metal to enamel bonds. Dent Mater. 2008.