



UNIVERSIDAD PERUANA
CAYETANO HEREDIA

“EFECTO DE LA CONCENTRACIÓN Y
TIEMPO DE APLICACIÓN DEL ÁCIDO
FLUORHÍDRICO EN LA RESISTENCIA
DE UNIÓN A LA CERÁMICA
DISILICATO DE LITIO. ESTUDIO IN
VITRO”

TESIS PARA OPTAR EL GRADO DE
MAESTRO EN REHABILITACIÓN ORAL

ARTURO MATEO ULLOA ZEVALLOS

LIMA - PERÚ
2020

ASESOR

PhD. Esp John Alexis Dominguez

CO ASESOR

Mg. Esp. Leyla Antoinette Delgado Cotrina

JURADO DE TESIS

DR. EDINSON ANTONIO DIAZ SARABIA

PRESIDENTE

MG. MARTIN GILBERTO QUINTANA DEL SOLAR

VOCAL

MG. CARLOS ALBERTO PAZ MAYURI

SECRETARIO

DEDICATORIA

A mis padres por el gran apoyo en mi camino
profesional.

A mis docentes por la confianza depositada.

A mis colegas que contribuyeron a la investigación.

AGRADECIMIENTO

A Dios y mi familia por darme la motivación y sabiduría.

A mis asesores por su orientación y enseñanza en la investigación.

FUENTES DE FINANCIAMIENTO

Tesis autofinanciada.

EFFECTO DE LA CONCENTRACIÓN Y TIEMPO DE APLICACIÓN DEL ÁCIDO FLUORHÍDRICO EN LA RESISTENCIA DE UNIÓN A LA CERÁMICA DISILICATO DE LITIO. ESTUDIO IN VITRO

INFORME DE ORIGINALIDAD

13% <small>EN</small>	12%	12%	10%
INDICE DE SIMILITUD	FUENTES DE INTERNET	PUBLICACIONES	TRABAJOS DEL ESTUDIANTE

FUENTES PRIMARIAS

- 1** Bibiana Vogel Peres Riesgo, Camila da Silva Rodrigues, Luiza Pereira do Nascimento, Liliana Gressler May. "Effect of hydrofluoric acid concentration and etching time on the adhesive and mechanical behavior of glass-ceramics: A systematic review and meta-analysis", International Journal of Adhesion and Adhesives, 2022
Publicación **1%**
- 2** www.kqjbfz.com
Fuente de Internet **1%**
- 3** Catina Prochnow, Andressa Borin Venturini, Rafaella Grasel, André Gundel, Marco Cícero Bottino, Luiz Felipe Valandro. "Adhesion to a Lithium Disilicate Glass Ceramic Etched with Hydrofluoric Acid at Distinct Concentrations". Brazilian Dental Journal, 2018
Publicación **1%**

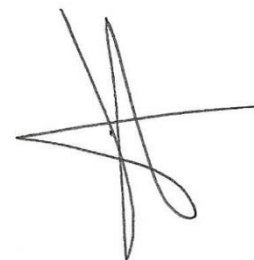


TABLA DE CONTENIDOS

RESUMEN	
ABSTRACT	
	Pág.
I. INTRODUCCIÓN.....	1
II. PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA	2
III. MARCO TEÓRICO	3
IV. JUSTIFICACIÓN	11
V. OBJETIVOS.....	12
5.1. Objetivo general.....	12
5.2. Objetivos específicos	12
VI. METODOLOGÍA.....	13
6.1. Tipo y diseño general del estudio	13
6.2. Operacionalización de variables.....	13
6.3. Selección y tamaño de muestra.....	14
6.4. Obtención de datos	15
6.5. Plan de análisis de los resultados.....	18
6.6. Consideraciones éticas	19
VII. RESULTADOS	20
VIII. DISCUSIÓN	22
IX. LIMITACIONES	27
X. CONCLUSIONES.....	28
XI. RECOMENDACIONES	29
XII. REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	30
XIII. ANEXOS	

LISTA DE ABREVIATURAS Y SIMBOLOS

HF	:	Ácido Fluorhídrico
LS2	:	Disilicato de litio
Mpa	:	Megapascales
MEB	:	Microscopía electrónica de barrido
Si	:	Silano
PHT	:	Tratamiento térmico previo
PVC	:	Polyvinyl chloride
°C	:	Centígrados
Fig.	:	Figura
CAD	:	Diseño asistido por computadora
s	:	Segundos
led	:	Luz emitida por diodos
G	:	Grupo
mW	:	Miliwatts
n	:	Número de casos
OH	:	Hidroxilos
SD	:	Desviación estándar

RESUMEN

Objetivo: Este estudio tiene la finalidad de evaluar el efecto de la concentración y tiempo de aplicación del ácido fluorhídrico (HF) sobre la resistencia de unión, en cerámicas de disilicato de litio (LS2). **Materiales y Métodos:** Se confeccionaron 72 discos de LS2, e.max Press (Ivoclar Vivadent) de 15mm de diámetro y 1mm de espesor. Los especímenes se dividieron en 9 grupos ($n = 8$) según su forma de aplicación (tiempo y concentración del HF), a mitad de tiempo recomendado por el fabricante M5%, M9% y M10%, al tiempo recomendado por el fabricante F5%, F9% y F10% al doble de tiempo recomendado por el fabricante, D5%, D9% y D10%. En todos los discos se siguió el mismo proceso de adhesión para colocar 4 cilindros de cemento resinoso con un diámetro de 0.8 mm y un largo de 2 mm, por cada disco. Se llevó a cabo la prueba de resistencia de unión en una máquina de ensayo universal (Odeme, São Carlos, Brasil), con una velocidad de carga de 1mm/min. **Resultados** Los resultados de media y desviación estándar evidenciaron el mayor valor para la concentración de HF 9% y el grabado ácido al doble de tiempo de fabricante (12.26 Mpa +/-3.61). Los resultados para la prueba de ANOVA, mostraron unas diferencias significativas ($p < 0.05$) entre los tiempos de aplicación de HF 5% ($p = 0.01$) y al 9% ($p = 0.01$), evidenciando una influencia significativa en el tiempo de aplicación de HF sobre la resistencia de unión. La prueba de Post Hoc Tukey para evaluar los tiempos establecidos en cada concentración, demostró que al doble de tiempo de aplicación de HF 9%, incrementa significativamente resistencia de unión comparado con la mitad de tiempo aplicación y tiempo de aplicación recomendado por el fabricante ($p < 0.05$). Para la evaluación de la variable concentración en cada tiempo, el ác. HF 9% obtuvo el mayor valor de resistencia de unión en los 3 tiempos evaluados, con una

diferencia estadísticamente significativa sobre las concentraciones de HF 5% y HF 10% ($p < 0.05$). **Conclusiones:** El doble de tiempo de aplicación del HF 9%, incrementa significativamente la resistencia de unión en la cerámica de LS2. No hubo una mejora resistencia de unión en la cerámica de LS2 cuando se incrementó el tiempo de aplicación para el HF 5% y HF 10%.

PALABRAS CLAVE: ácido fluorhídrico, disilicato de litio, resistencia de unión.

ABSTRACT

Objectives: The purpose of this study is to define the effect of concentration and time of hydrofluoric acid (HF) application on the bond strength in lithium disilicate ceramics (LS2). **Methods:** Seventy-two disks of lithium disilicate e.max Press (Ivoclar Vivadent) of 15 mm diameter and 1mm thickness were made. The discs were divided into 9 groups (n = 8) according to their application form, one half manufacturer application time M5%, M9% and M10%, manufacture application time F5%, F9% and F10%, double manufacturer application time, D5%, D9% and D10%. The same adhesion process was used to place 4 cylinder of resin cement, bond strength test was made in a universal test machine **Results:** The results of the media and the standard deviation showed the highest value for HF 9% acid and double manufacturer time (12.26 Mpa +/- 3.61). (P = 0.01) and 9% (p = 0.01), evidencing a significant influence on the application time of HF over bond strength. The Post Hoc Tukey test to evaluate the times established at each concentration, demonstrating that double manufacturer application time in the HF 9% acid group, increased bond strength significantly compared to half application time and manufacturer recommended application time (p <0.05). The evaluation of the concentration variable at each time, HF9% acid obtained the highest value of bond strength in the 3 evaluated times, with a statistically significant difference on HF 5% acid and HF 10% acid (p <0.05). **Conclusions:** Double manufacturer application time HF 9% acid significantly increases the bond strength in LS2 ceramic. There was no bond strength improvement in LS2 ceramic when the application time was increased for HF 5% and HF 10% acid.

KEYWORDS: hydrofluoric acid, lithium disilicate, bond strength.

I. INTRODUCCIÓN

En los últimos 20 años las cerámicas dentales de uso restaurativo tuvieron un importante desarrollo, brindando un óptimo desempeño mecánico y apariencia estética mejorada, de tal manera que hoy resulta una alternativa de tratamiento para el sector anterior y posterior.¹ La cerámica reforzada con LS2 es una cerámica vítrea utilizada para restauraciones fijas como coronas, carillas e incrustaciones, combinando sus óptimas propiedades mecánicas y estéticas.^{2,3}

Teniendo en cuenta que estas cerámicas dependen de una cementación adhesiva para su mejor retención y resistencia⁴, siendo además ésta una técnica sensible, es sumamente importante realizar un proceso de cementación adhesiva adecuado que no afecte la retención de la cerámica.⁵ Uno de los pasos en la cementación adhesiva es el grabado ácido de la superficie de la cerámica, realizado con HF que tiene como objetivo disolver la fase vítrea del disilicato de litio dejando expuesta los cristales de la fase cristalina, proporcionando una superficie rugosa ideal para generar micro retenciones con el agente de cementación.^{6,7}

Los productos disponibles comercialmente varían concentraciones entre 5% a 10% y los tiempos de aplicación entre 20 a 120 s.^{6, 8, 9, 10, 11} por lo que el propósito de este estudio fue evaluar el efecto de la concentración y tiempo de aplicación sobre la resistencia de unión de diferentes HF disponibles comercialmente.

II. PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA

La adhesión de las restauraciones cerámicas indirectas se garantiza utilizando adecuados protocolos de cementación. El tratamiento de la superficie cerámica con HF es utilizado para crear microretenciones sobre la superficie de la cerámica de LS2, indispensables en este proceso.¹² Esta cerámica tiene una microestructura con una mayor cantidad de fase cristalina (70%), aumentando el porcentaje de cristales de LS2 sobre el material vitrocerámico en comparación a la cerámica feldespática.^{13,14} Debido a la menor cantidad de fase vítrea el tiempo de aplicación por lo general se limita a 20 segundos, sin embargo, se comercializan variadas concentraciones de HF con diferentes tiempos de aplicación.¹⁵ Puppini-Rontani et al. 2017¹⁹ demostraron que incrementar el tiempo de grabado en las concentraciones de HF 5% y HF 10% en el LS2, no evidencia un aumento significativo en la resistencia de unión. Colombo *et al.* 2019²⁷ demostraron que usar HF 5% o HF 10% en un rango de tiempo de 20 s a 60s en el LS2 no presenta diferencia significativa en la resistencia de unión. Veríssimo *et al.* 2019²⁸ encontró que el grabado del LS2 para inyección, con HF 10% por 60 s presenta mayor resistencia de unión cuando se comparó con el protocolo recomendado por el fabricante. Straface et al. 2019²⁹ demostraron que el tiempo de grabado del LS2 con HF 10% por 40 s incrementa de forma significativa la resistencia de unión. Debido a estos resultados tan variados surgió la siguiente pregunta ¿Existe influencia de la concentración y tiempo de aplicación del HF en la resistencia de unión a la cerámica de LS2?

III. MARCO TEÓRICO

El HF es una solución acuosa del fluoruro de hidrógeno capaz de reaccionar y disolver el sílice contenido en las cerámicas vítreas, siendo el tratamiento superficial de elección de éstas cerámicas previa a la adhesión, Jardel *et al.* 1999²⁰ evaluaron el efecto del HF 10% sobre la energía superficial, en las superficies de 2 cerámicas feldespáticas GC (GC dental) y PVS (SS white). Se elaboraron 30 muestras de GC y 30 muestras de PVS. Se realizaron las mediciones de ángulos de contacto durante el proceso de adhesión de las 2 cerámicas. El proceso de adhesión dependió de la acción del gel de HF sobre la rugosidad de la superficie y grabar las cerámicas con gel de HF favoreció el proceso adhesión; quedando claro que es un paso fundamental en el protocolo de adhesión. En el mercado contamos con diferentes concentraciones de HF de distintas casas comerciales con tiempos de grabados distintos.

Zogheib *et al.* 2011¹⁷ examinaron diferentes tiempos de grabado con HF sobre la rugosidad superficial y la resistencia flexural del LS2 (IPS e.max Press). Se elaboraron 75 barras de cerámica. Se dividieron aleatoriamente en 5 grupos (n=15). Grupo A (control) sin tratamiento, grupo B grabado con HF 4.9% (20s), grupo B grabado con HF 4.9% (60s), grupo B grabado con HF 4.9% (90s) y grupo B grabado con HF 4.9% (180s). Las muestras se observaron bajo microscopía electrónica de barrido, además las muestras se sometieron a una prueba de flexión en 3 puntos, hasta conseguir el fallo. Los valores de rugosidad aumentaron con el aumento del tiempo de grabado. Ha medida que incrementaron el tiempo de grabado, esto redujo significativamente la resistencia a la flexión. Finalmente concluyeron que el tiempo de grabado con HF incrementa la rugosidad superficial y tiempos de grabado por

encima de los 60 segundos pueden disminuir la resistencia a la flexión de una cerámica de LS2. Esto nos indica el límite máximo del tiempo de grabado con HF, respecto a las concentraciones.

Sunfeld *et al.* 2015 ¹⁸ evaluaron la influencia de varias concentraciones de HF, en la morfología de la superficie y la resistencia de unión de 2 cerámicas, cerámica reforzada con leucita (IPS Empress Esthetic) y cerámica de LS2 (IPS e.max Press). Se evaluaron seis concentraciones de HF 1%, 2.5%, 5%, 7.5%, 10% y 15%. Todos los grupos fueron sometidos al test de resistencia de unión. Las superficies sometidas al grabado ácido y las interfaces de unión fueron observadas con MEB. Encontraron mayores valores de resistencia de unión del HF al 10% y 15%, comparado con las concentraciones de HF 1% y HF 2.5%. Quedando descartados concentraciones de HF 1% y HF 2.5% y con resultados de que ha mayor concentración mayor resistencia de unión, como demuestra también Kalavacharla *et al.* 2015 ²¹ que evaluaron la influencia del grabado con HF y el silano antes de la aplicación de un adhesivo universal en la resistencia de unión, confeccionaron 60 bloques de LS2 (e.max CAD), se dividieron aleatoriamente en 6 grupos (n = 10), grupo 1: sin tratamiento; grupo 2: HF 5% (20s); grupo 3: HF 9.5% (60s); grupo 4: silano sin grabado; grupo 5: HF 5% (20s) + silano y grupo 6: HF 9.5% (60s) + silano. Las muestras se sometieron al test de resistencia de unión y se observaron en el MEB. Concluyeron que el HF 9.5% muestra mayores valores de resistencia de unión que el HF 5% y que tanto el tratamiento con HF como el silano mejoraron significativamente la fuerza de unión.

Así, el silano después del HF es un paso fundamental en el procedimiento adhesivo como demuestra también Lise *et al.* 2015 ²² quienes evaluaron el efecto del grabado

ácido, aplicación de silano y sistema adhesivo, en la resistencia de unión de la cerámica de LS2 (IPS e.max Press) a 3 cementos resinosos, los especímenes de LS2 se dividieron en grupos, con y sin grabado de ác. HF, con y sin aplicación de silano, finalmente empleando cemento autoadhesivo y cemento dual; se encontraron diferencias significativas en la resistencia de unión entre los grupos con grabado ácido y sin tratamiento de superficie. El tratamiento de superficie con HF y silano, independientemente del tipo de cemento, mejora significativamente la resistencia de unión de la cerámica de LS2 al cemento resinoso.

Baratto *et al.* 2015²³ también evaluaron la influencia del protocolo de silanización en la resistencia de unión de dos cementos resinosos a la cerámica de LS2 (IPS e.max Press); se emplearon 32 discos de LS2 divididos en dos grandes grupos G1: cemento resinoso dual y G2: cemento resinoso de fotocurado, a partir de estos se formaron 4 subgrupos de acuerdo al protocolo de silanización empleado, G1: de acuerdo a las instrucciones del fabricante; G2: después de aplicado el silano, se secó con aire caliente; G3: después de aplicado el silano, se lavaron y secaron a temperatura de ambiente; G4: después de aplicado el silano, se lavó con agua caliente y se secaron; se aplicó adhesivo y se unieron a cilindros de cemento resinoso, para después ser sometidos al test de resistencia de unión. Los resultados muestran que el G1 tiene mayores valores de resistencia de unión que el G2; entre los subgrupos, sólo en el G1 hay diferencias en función al protocolo de silanización, concluyendo que el protocolo de silanización tiene influencia en la resistencia de unión, solo si es empleado con un cemento resinoso dual para la adhesión a la cerámica de LS2. De esta manera se establece la importancia del silanizado después del grabado ácido.

Otros estudios evaluaban altas concentraciones de HF pueden afectar la integridad de la cerámica como refiere Prochnow *et al.* 2016²⁴ quienes evaluaron el efecto del grabado ácido a distintas concentraciones de HF, en el patrón de grabado de la superficie y resistencia flexural de la cerámica de LS2 (IPS e.max Press); se elaboraron especímenes en forma de barras, que fueron divididos aleatoriamente en 5 grupos de 23 especímenes cada uno, se grabaron con HF por 20 segundos a distintas concentraciones, grupo HF 1%, 3%, 5%,10% y un grupo SC(control): sin grabado de HF; en los resultados no se encontraron diferencias significativas entre la superficie rugosa y resistencia flexural de los distintos grupos. Por lo tanto, concentraciones entre 1 y 10% no afectan a la resistencia flexural del material cerámico.

En cuanto al efecto del tiempo de grabado, sobre la rugosidad de superficie también es un factor a tomar en cuenta, así que Ramakrishnaiah *et al.* 2016¹⁶ evaluaron el efecto de la duración del grabado ácido sobre 5 tipos de cerámicas vítreas, donde se determinó cambios en la superficie como rugosidad y capacidad de humectabilidad en la superficie de la cerámica; se usaron 75 especímenes rectangulares de cada material (e.max, Celtra, Vita Suprinity, Vita mark II), and Vita Suprinity FC), luego fueron divididos de forma aleatoria en varios grupos, dentro de ellos un grupo de control (sin grabado ácido) y cuatro grupos experimentales (20, 40, 80 y 160 segundos), demostrando que a mayor tiempo de grabado ácido existen mayores cambios en la superficie, mayor cantidad de surcos, de estructura cristalina, rugosidad y la humectabilidad de la superficie de la cerámica, los resultados también demuestran que hay una asociación entre la

rugosidad y la humectabilidad de la superficie. De esta manera se optimizaría la acción del silano.

Sunfeld *et al.* 2016²⁵ también evaluaron los efectos de la concentración de HF y el tratamiento térmico previo, en la morfología de la superficie y la resistencia de unión en cerámicas de LS2 (IPS e.max Press). Se evaluaron 104 muestras distribuidos aleatoriamente en dos grupos (n=52) según concentración, HF 5% y HF 10%. También se evaluó el tratamiento térmico previo de la cerámica y el HF, dos grupos con precalentado (n = 13) y sin precalentado (control); HF previamente calentado a 70 °C y la superficie de la cerámica previamente calentada a 85 °C; y la combinación de la superficie y el HF calentado. El grabado ácido se estableció en 20 s. Se colocaron 5 cilindros de cemento resinoso en cada bloque de cerámica. Se analizaron una muestra de cerámica de cada grupo al azar con microscopía electrónica de barrido. El grabado con HF 5% mostró valores de resistencia de unión estadísticamente menores comparado con el grabado con HF 10% (p<0.05). El tratamiento de calor previo aumentó los valores de resistencia de unión para el HF5%, estadísticamente similares al grabado con HF 10% sin tratamiento de calor previo (p<0.05). Las imágenes revelaron mayor eliminación de la matriz vítrea cuando se aplicó el tratamiento de calor previo en el HF 5%. El grabado con HF10% presenta mayores valores de resistencia de unión comparado con el HF5%. Lo que indica claramente que a mayor concentración de HF mayor resistencia de unión.

Contrariamente a esto Puppini-Rontani *et al.* 2017¹⁹ que evaluaron la resistencia de unión y la rugosidad de la superficie del LS2, variando concentración y tiempo de aplicación del HF. Se confeccionaron 275 bloques de LS2 (IPS e.max Press) y se dividieron en 5 grupos según concentración de HF 1%, 2.5%, 5%, 7.5% y 10%;

además cada uno de estos grupos se dividieron aleatoriamente en subgrupos de tiempo de aplicación, 20, 40, 60, 120 y 20+20 segundos. Las concentraciones de 5%, 7.5% y 10% presentaron valores significativamente altos de resistencia de unión comparado con el HF 1% y 2.5%. Independientemente del tiempo de aplicación, incrementar el tiempo de grabado en las concentraciones de HF 5% y 10%, no evidencia un aumento significativo en la resistencia de unión.

Incluso otros estudios mostrarían resultados muy distintos como el de Hailan *et al.* 2017 ²⁶ que determinaron la influencia del HF en diferentes concentraciones sobre la rugosidad superficial y la resistencia adhesiva del LS2 a los compuestos de resina, se usaron 72 muestras de LS2 (IPS e.max Press) divididos en tres grupos, un grupo control se trató con ácido fosfórico al 32%, segundo grupo HF 4% y tercer grupo HF9.5% durante 20 s. Luego se tomaron 4 muestras de cada grupo de forma aleatoria, una muestra para observar la morfología superficial con microscopía electrónica de barrido, y las otras se usaron para observar la rugosidad superficial. Cada grupo se dividió en 2 subgrupos, uno de los cuales se sometió al test de resistencia de unión y el otro al termociclado. La rugosidad superficial de la cerámica de LS2 tratado con HF 4% o 9.5% fue significativamente mayor que el grupo de control ($P<0.05$). El tratamiento con HF 9.5% demostró una mejor rugosidad de la superficie tratada con HF 4. Las cerámicas de LS2 tratadas con HF 4% tenían mayor resistencia de unión que las cerámicas tratadas con HF 9.5% ($P<0.05$).

Otros estudios como el de Colombo *et al.* 2019 ²⁷ que evaluaron el efecto de diferentes concentraciones de HF sobre la rugosidad y la resistencia de unión de las cerámicas CAD/CAM, por lo que se cortaron 60 cubos de tres materiales LS2,

cerámica de leucita (LC), compuesto cerámico de matriz de resina (RMCC) en grupos (n=10): 1.sin tratamiento (Control); 2. HF 5% 20 s; 3. HF 5% 60 s más silano; 4. HF 10% 20 s más silano; 5. HF 10% 60 s más silano; 6. Primer cerámico autograbante. Los cubos de cerámica se unieron a cubos de resina compuesta prepolimerizados con un cemento. El primer cerámico autograbante produjo menos alteraciones en la superficie y una eficacia de unión comparable al HF/silano. Finalmente concluyeron que el HF 5% y HF 10% en un tiempo de aplicación que va desde 20s a 60s, no presentan diferencias significativas en la resistencia de unión. Veríssimo *et al.* 2019 ²⁸ también evaluaron el efecto de la concentración del HF y el tiempo de grabado ácido en la resistencia de unión en tres cerámicas vítreas a un cemento resinoso. Se usaron 50 bloques de cada cerámica (LDCAD: Disilicato de litio CAD; LCAD: Leucita CAD y LDHP: Disilicato de litio Press) y se dividieron en 15 grupos (n = 10); concentración de HF (10% y 5%), tiempo (20 y 60 s) y tipo de cerámica (LDCAD, LDHP y LCAD). El grupo LDHP10% 60s (10.98 MPa) presentó una fuerza de unión significativamente mayor que LDHP10% 20s (6.57 MPa), LCAD5% 20s (6,90 ± 3,5Mpa) y LDHP5% (5.66 ± 2,9MPa). Se recomienda el grabado con HF 5% durante 20 segundos para la cerámica de LS2 CAD /CAM (e.max CAD). Para la cerámica de LS2 (IPS e.max press), el HF 10% durante 60s mostró una mayor resistencia adhesiva. Siendo este tiempo mayor al recomendado por el fabricante.

De la misma forma Straface *et al.* 2019 ²⁹ evaluaron el efecto de la concentración de HF y el tiempo de acondicionamiento sobre la resistencia de unión de dos cementos resinosos adhesivos y dos autoadhesivos en diferentes materiales cerámicos Vitablocs Mark II [VM], Vita Enamic [VE], e.max CAD [EC], Vita

Suprinity PC [VS]. El pretratamiento de la superficie se realizó mediante el uso de dos concentraciones HF5% (Vita Ceramics Etch, Vita) y HF9% (Ultradent Porcelain Etch, Ultradent), se evaluaron tiempos de grabado de 0 s, 5 s, 15 s, 30 s y 60 s para cada combinación de cemento y material restaurador. Los resultados muestran que el grabado con el HF 5% y 9% en un mínimo tiempo de grabado, logra altos valores de resistencia de unión; para el LS2 no se observaron diferencias entre HF 5% y 9% cuando los sustratos se grabaron durante 30s a 60s ($p < 0.05$). Indicando una mayor resistencia de unión en tiempos de grabado por mayores a los recomendados por el fabricante.

Sudré *et al.* 2020³⁰ evaluaron el efecto de diferentes concentraciones de HF en la rugosidad del LS2 y en la resistencia de unión entre la cerámica y el cemento resinoso. Se prepararon 100 discos de cerámica e.max Press (Ivoclar Vivadent) y se dividieron en el grupo 1: sin tratamiento (control); en los siguientes grupos 5%-20 s, 5%-40 s y 5%-60 s; en los grupos 10%-20 s, 10%-40 s y 10%-60 s; y en los grupos 10%-20 s +ácido fosfórico, 10%-40 s +ácido fosfórico y 10%-60 s + ácido fosfórico. La rugosidad de la superficie estuvo influenciada por la concentración y el tiempo de aplicación del ácido ($P < 0.05$) y por la combinación de estos dos factores ($P < 0.05$). El tratamiento con HF 10% durante 40 s (grupo 10-40) logró el mayor valor de rugosidad. En conclusión, el HF 5% y HF 10% en un tiempo de exposición de 40 s mostraron los mayores valores de resistencia de unión.

IV. JUSTIFICACIÓN

En el presente estudio pretendemos identificar el efecto de la concentración y tiempo del grabado con HF, sobre la resistencia de unión de la cerámica de LS2, éstos resultados podrían orientar a los odontólogos a realizar protocolos de grabado ácido de la superficie del LS2, con cada agente grabador disponible en nuestro mercado, ya que independientemente de la concentración éstas pueden variar en su composición, de esta manera garantizar una adecuada resistencia de unión sin perjudicar las propiedades mecánicas de la cerámica.

Con este aporte científico se puede contribuir a la comunidad científica con más información sobre la adhesión a las cerámicas.

V. OBJETIVOS

5.1. Objetivo general

Evaluar el efecto de la concentración y tiempo de aplicación del HF sobre la resistencia de unión en cerámicas de LS2.

5.2. Objetivos específicos

1. Comparar la resistencia de unión a la cerámica de LS2 tratada con HF 5%, 9% y 10% según el tiempo de aplicación recomendado por el fabricante.
2. Comparar la resistencia de unión a la cerámica de LS2 tratada con HF 5%, 9% y 10% reduciendo a la mitad el tiempo de aplicación recomendado por el fabricante.
3. Comparar la resistencia de unión a la cerámica de LS2 tratada con HF 5%, 9% y 10% duplicando el tiempo de aplicación recomendado por el fabricante

VI. METODOLOGÍA

6.1. Tipo y diseño general del estudio

El presente estudio es de tipo experimental *in vitro*.

6.2. Operacionalización de variables

Resistencia de unión: Fuerzas internas opuestas que se van a producir en un cuerpo, cuando se le aplica carga. Definición operacional, resistencia de unión, fuerza en la que se desprende el cemento de la cerámica luego de la aplicación de la fuerza de cizallamiento. Variable dependiente, cuantitativa, el indicador será la máquina de ensayo universal, escala de razón y la medición será en Megapascales (Mpa).

Concentración: Cantidad de sustancia(s) que se disuelve(n) en relación a la sustancia(s) que lo disuelve(n)(diluye).⁴⁶ Definición operacional, concentración del HF, porcentaje total de solución acuosa de fluoruro de hidrógeno contenido en el gel.⁴⁵ Variable independiente Cualitativa, el indicador será la concentración de la marca comercial, escala nominal y las categorías fueron 5%, 9%, 10%.

Tiempo: medida para dar cuenta de la duración de cambios que experimenta cualquier aspecto del universo. Definición operacional, tiempo de exposición, tiempos establecidos en que el ácido permanece en la superficie de la cerámica con el fin de generar micro rugosidades. Variable independiente, cualitativa, escala nominal y las categorías son: mitad de fabricante, según fabricante y doble de fabricante.

Ver cuadro de operacionalización de variables (Anexo 2).

6.3. Selección y tamaño de muestra

La muestra estuvo representada por discos de LS2 IPS e.max Press (Ivoclar Vivadent, Liechtenstein, Swiss), de 15mm de diámetro y 1mm de espesor, en los que fueron adheridos 4 cilindros de cemento resinoso (2 mm de alto y 0.8 de diámetro) por cada disco. El tamaño muestral fue determinado en base al trabajo de Lise *et al.* 2015.²⁰ Luego de realizado el piloto se estableció un tamaño muestral de 8 a través del programa Epidat.

Para el procedimiento adhesivo los especímenes fueron asignados aleatoriamente en 9 grupos:

M5: Grabado HF 5% a la mitad de tiempo recomendado por el fabricante.

M9: Grabado HF 9% a la mitad de tiempo recomendado por el fabricante.

M10: Grabado HF10% a la mitad de tiempo recomendado por el fabricante.

F5: Grabado HF 5% al tiempo recomendado por el fabricante.

F9: Grabado HF 9% al tiempo recomendado por el fabricante.

F10: Grabado HF 10% al tiempo recomendado por el fabricante.

D5: Grabado HF 5% al doble de tiempo recomendado por el fabricante.

D9: Grabado HF 9% al doble de tiempo recomendado por el fabricante.

D10: Grabado HF 10% al doble de tiempo recomendado por el fabricante.

6.4. Obtención de datos

Previa aprobación del comité de ética de la universidad Peruana Cayetano Heredia se comenzaron con los siguientes pasos:

a. Preparación de los especímenes

Se confeccionaron 72 discos de cerámica LS2 e.max Press (Ivoclar Vivadent, Liechtenstein, Suiza); en primer lugar se elaboraron discos de cera de modelado de 15mm de diámetro y 1mm de espesor; obtenidos los 72 discos de cera, se les colocaron bebederos en los bordes de cada disco; se eligió una base de cilindro de 200g; luego se colocó el revestimiento de IPS PressVEST (Ivoclar Vivadent, Liechtenstein, Suiza), con mucha precaución se colocó el cilindro con mucho cuidado sin dañar los discos de cera; seguidamente se llenó con revestimiento hasta la marca, dejando que el revestimiento fragüe por 60 min., luego se introdujo los cilindros en el horno de precalentamiento. Una vez finalizado el proceso de eliminación de la cera, se retira el cilindro del horno rápidamente sin que se enfríe demasiado. Se colocó la pastilla de e.max Press (Ivoclar Vivadent, Liechtenstein, Suiza), en el cilindro para posteriormente comenzar el programa de inyección, culminado el programa se sacó el cilindro para retirar el material de revestimiento para finalmente eliminar la capa de reacción con e.max Press Invex (Ivoclar Vivadent, Liechtenstein, Suiza).

Cada disco fue pulido con papel de carburo de silicio en el siguiente orden, papel de 600, 800 y 1000; después del pulido cada disco de cerámica fue sumergido en tubos de PVC (Polyvinyl chloride) y fijados con resina acrílica, dejando expuesta una de las superficies del disco de porcelana.

b. Diseño experimental

Tratamiento de superficie de la cerámica

M5: se aplicó HF 5% (Power Cetching, BM4) por 10 segundos (mitad del tiempo recomendado por el fabricante).

F5: se aplicó HF 5% (Power Cetching, BM4) por 20 segundos (tiempo recomendado por el fabricante).

D5: se aplicó HF 5% (Power Cetching, BM4) por 40 segundos (Doble del tiempo recomendado por el fabricante).

M9: se aplicó HF 9% (Ultradent Porcelain Etch, Ultradent) por 15 segundos (mitad del tiempo recomendado por el fabricante).

F9: se aplicó HF 9% (Ultradent Porcelain Etch, Ultradent) por 30 segundos (tiempo recomendado por el fabricante).

D9: se aplicó HF 9% (Ultradent Porcelain Etch, Ultradent) por 60 segundos (Doble del tiempo recomendado por el fabricante).

M10: se aplicó HF10% (Condac porcelana, FGM) por 10 segundos (mitad del tiempo recomendado por el fabricante).

F10: se aplicó HF10% (Condac porcelana, FGM) por 20 segundos (tiempo recomendado por el fabricante).

D10: se aplicó HF10% (Condac porcelana, FGM) por 40 segundos (Doble del tiempo recomendado por el fabricante).

En todos los grupos después de realizar el grabado ácido de la superficie cerámica, se lavaron con agua corriente por 30 segundos, se secaron y se les aplicó una capa

de Ultradent Silane (Ultradent, Utah, USA) con microbrush, manteniendo el contacto con la superficie por 60 segundos. Una vez tratada la superficie, se aplicó dos capas de adhesivo Adper Single Bond 2 (3M ESPE, Minnesota, USA) siempre frotando la superficie por 15 segundos, luego con un chorro de aire con la jeringa triple se adelgazó la capa de adhesivo y facilitó la evaporación del solvente. Finalmente, se fotoactivó el adhesivo por 10 segundos con Valo (Ultradent, Utah, USA) a 1400 mW/cm^2 .

Procedimiento de adhesión

Luego del tratamiento de las superficies de los discos de cerámica, se cortaron tubos poliméricos flexibles llamados tygons (Angiocath BD, Cundinamarca, Colombia) a 0.8 mm de diámetro y 2 mm de largo, que servirán como matriz, para luego ser llenados por el cemento de resinoso (Allcem Veneer, FGM) en una loseta, se observaron que estén bien condensados con cemento resinoso para llevarlo a la superficie de cerámica. Se colocaron 4 tygons sobre la superficie tratada de cada disco, con una distancia mínima de 2 mm el uno del otro, de acuerdo con cada grupo, el fotocurado fue durante 10 s con una intensidad de luz de 1200 mW / cm^2 con Valo (Ultradent, Utah, USA), según las instrucciones del fabricante. Después, los tygons fueron cortados con bisturí # 15 y retirados cuidadosamente, se usó una lámina de bisturí cada 4 tygons.

Test de resistencia de unión al microcizallamiento

Los tubos de PVC fueron acoplados a la máquina de ensayo universal (Odeme, Sao Francisco, Brasil). Se les aplicó una carga con velocidad de 1 mm/min a cada barra

de cemento resinoso;^{27,28,29,30} a través de un alambre de ortodoncia de 7” (se reemplazó el alambre cada 4 discos)³⁰ hasta conseguir la fractura de la interfase adhesiva entre la cerámica y el cemento resinoso. Se registraron los valores expresados en MPa.

Microscopía electrónica de barrido

Se preparó un disco por cada grupo para el análisis de microscopía electrónica de barrido (MEB). Cada muestra fue deshidratada por 48 h en un desecador (Dry Keeper Simulate Corp., Tokio, Japón) luego se realizó el pulverizado con una capa de platino de 10 nm (Polaron Equipment Ltd., Hertfordshire, Inglaterra, Reino Unido). Se usó el microscopio electrónico de barrido (MEB - Zeiss EVO MA 25; Carl Zeiss, Jena, Alemania) para la visualización de la morfología de las superficies del LS2 en cada grupo.

6.5. Plan de análisis de los resultados

Para el análisis estadístico requerimos el software Excel 2013 y SPSS vs.24.0, para la estadística descriptiva se hallaron las medias de los valores de resistencia de unión y la desviación estándar (SD). Se encontró normalidad de los datos utilizando la prueba Shapiro Wilk, teniendo en cuenta que el número de muestra final por grupo es menor a 30; los valores se analizaron por ANOVA o Kruskal Wallis dependiendo de la normalidad de los datos; finalmente al encontrar diferencias significativas, se realizó la comparación entre los grupos por la prueba Post Hoc Tukey.

6.6. Consideraciones éticas

Se solicitaron todos los permisos institucionales para la ejecución del presente trabajo y se presentó el presente proyecto a la Comisión Internacional de Ética, para su revisión.

VII. RESULTADOS

Los valores de la resistencia de unión al microcizallamiento se muestran en la Tabla 1. El mayor valor de resistencia de unión para la cerámica de LS2 se encontró cuando se usó el HF 9% al doble de tiempo recomendado por el fabricante. Los resultados para la prueba de ANOVA mostraron diferencias significativas de resistencia de unión cuando se evaluaron diferentes tiempos de aplicación en las concentraciones de HF 5% ($p < 0.01$) y HF 9% ($p < 0.01$), de la misma forma se encontraron diferencias significativas de resistencia de unión cuando se evaluaron diferentes concentraciones de HF, a la mitad de tiempo ($p < 0.01$), tiempo de fabricante ($p < 0.01$) y doble de tiempo de fabricante ($p < 0.01$), evidenciando una influencia significativa de la concentración y el tiempo de aplicación de HF sobre la resistencia de unión. La prueba de Post Hoc Tukey para evaluar los tiempos establecidos en cada concentración, demostró que incrementar el tiempo de grabado con HF de mitad al tiempo de fabricante en los grupos HF 5% y el HF 9%, aumenta significativamente resistencia de unión ($p < 0.05$). Incrementar el tiempo de grabado con HF al doble del tiempo de fabricante en el grupo HF 9%, también aumenta significativamente resistencia de unión. Para la evaluación de la variable concentración en cada tiempo, el HF 9% obtuvo el mayor valor de resistencia de unión con una diferencia estadísticamente significativa sobre HF 5% y HF 10% ($p < 0.05$), en todos los tiempos excepto a la mitad de tiempo.

Table N°1: Comparación de resistencia de unión al microcizallamiento en cerámicas de LS2 según concentración y tiempo de aplicación de HF. Valores en megapascales (Mpa)

TIEMPO	5%	9%	10%
Mitad	5.63 +/-1.34 a	8.58 +/-3.14 bc	8.78 +/-3.41 bc
Fabricante	7.56 +/-2.48 cd	9.91 +/-2.74 b	8.96 +/-2.17 bc
Doble	8.42 +/-2.20 bc	12.26 +/-3.61 a	8.85 +/-2.43 bc

ANOVA / Tukey

*Letras minúsculas diferentes en las filas y columnas significan diferencia significativa entre los valores.

VIII. DISCUSIÓN

La metodología usada en este estudio para evaluar la resistencia de unión, fue la fuerza de cizallamiento, debido a la fragilidad de la cerámica de LS2, que impediría realizar muestras para evaluar fuerzas de tracción. La prueba de resistencia de unión al cizallamiento en odontología consta de un cuerpo de prueba, con un área de contacto usual $>2 \text{ mm}^2$ de diámetro,³¹ en el cual una vez fijada la muestra a la máquina de ensayo universal, se le aplica una fuerza paralela a través de un aditamento que puede ser un cincel o alambre;³² la resultante de esta fuerza es una contra respuesta, que será valorada hasta el momento de su fractura, que se registra como la resistencia de unión del componente adhesivo. Sin embargo, la validez de los resultados de la prueba de cizallamiento, ha sido cuestionada por la heterogeneidad de las tensiones en el área de contacto, sobre todo por la prevalencia de las fallas cohesivas, sin poder evaluar la interfaz adhesiva.¹ Es así que, para adhesión en odontología, es más empleada la prueba de microcizallamiento, donde se utiliza un área menor (áreas por debajo de 2 mm^2), que promueve una distribución más uniforme en la interfaz adhesiva,^{31, 33} la cual ha sido ampliamente usado en diversos estudios.^{18, 21, 34, 35} La aplicación de la fuerza se realizó con un alambre de ortodoncia en lugar de un borde de cuchilla, ya que según Dehoff *et al.*³⁵ el alambre permite una distribución más uniforme de las tensiones.

El HF es una solución acuosa del fluoruro de hidrógeno altamente concentrado. Este fluoruro de hidrógeno es producido por la reacción de Fluoruro de calcio (CaF_2) y ácido sulfúrico a una temperatura de $200 \text{ }^\circ\text{C}$.^{36, 37} La mayor concentración de HF provocará mayores cambios en la microestructura de la cerámica por disolución de la fase vítrea,^{14, 38} ya que el HF presenta una afinidad al fluoruro de

sílice, formando tetrafluorsílice que seguirá reaccionando con HF formando finalmente ácido hidrofluorsílice soluble,^{39, 40} que luego de ser lavado en agua deja la superficie rugosa apropiada para la adhesión⁴¹ y con un mejor entrelazado mecánico con el agente cementante.^{42, 13} Existe un aumento significativo en todos los parámetros de rugosidad después del grabado ácido, sea el área de superficie o la capacidad de retención de volumen por unidad de área siempre que el compuesto de resina adherente tenga un equilibrio adecuado entre la viscosidad y tensión superficial. Luego de la aplicación del HF, las superficies de la vitrocerámica se encuentran protonadas e hidroxiladas listas para recibir al silano el cual es una solución alcohólica de γ - metacriloxipropil trimetoxisilano (MPTMS).⁴³ En la presente investigación se empleó un silano de un solo frasco el cual contiene la forma prehidrolizada del mismo. Las condiciones de la cerámica luego del HF mejoran la hidrólisis in situ de MPTMS para una mayor retención micromecánica.⁴³ El silano es una molécula bifuncional que induce la interacción química del sílice que se encuentra en la fase vítrea de la cerámica y el metacrilato de la resina de cementación a través de enlaces siloxano (enlace covalente) durante la polimerización.^{27, 44} Debido a que el HF es un ácido altamente tóxico y corrosivo, en odontología se encuentra comercialmente en menores concentraciones como 5%, 9% y 10%. En este estudio se evaluó resistencia de unión a la cerámica de LS2 en 3 concentraciones y 3 tiempos de aplicación del HF. En el tiempo aplicación recomendado por el fabricante, el mayor valor de resistencia de unión lo obtuvo el HF 9%, seguido por el HF 10% y finalmente el HF5%, donde solo se encontró diferencia significativa entre el HF 5% y HF 9%. Entre el HF5% y HF 10% en un tiempo de aplicación recomendado por el fabricante no se encontró diferencia en la

resistencia de unión, los resultados concuerdan con Puppini-Rontani *et al.*¹⁹, Colombo *et al.*²⁷, Sudré *et al.*³⁰ quienes demuestran que tampoco hay diferencia en la resistencia de unión entre el HF 5% y HF 10%. La explicación radica en que el ión fluoruro del ácido actúa sobre el sílice de la cerámica, pero no solamente en el sílice superficial sino también en los planos más profundos, consiguiendo un patrón de grabado irregular en altas concentraciones (Figura 1-b, 3-b); lo que hace imposible la entrada del cemento resinoso por su viscosidad como demuestra Sundfeld *et al.*¹⁸, por tal razón no se aprecia un incremento significativo en la fuerza adhesiva. Sin embargo, el mayor valor de resistencia de unión del HF 9% es gracias a un grabado superficial y profundo más uniforme, mostrando una superficie sin restos de matriz vítrea (figura 2-b), lo que mejora la entrada del cemento resinoso y genera un mejor entrelazado mecánico. Por lo tanto, independientemente de la concentración del HF, otros factores pueden haber influido en el resultado, esto podría recaer en la composición del HF que influye directamente en la viscosidad. Durante la aplicación del HF 9% se apreció mayor fluidez del material, debido a esto se genera un menor ángulo de contacto del gel, por lo tanto, se incrementa la capacidad humectante que significaría mayor disponibilidad del ión fluoruro para disolver el sílice y por ende mejoraría el patrón de grabado sobre la superficie de LS2, como es demostrado por Sunfeld *et al.*²⁵ que afirma que la mayor fluidez del gel de HF sumado al precalentado, aumenta significativamente la resistencia de unión, mencionando que el HF en estado líquido elimina la influencia del agente espesante presente en los productos comerciales disponibles, ya que podrían dañar el movimiento y colisiones de las moléculas de HF sobre la superficie de la

cerámica. Al no usar un agente espesante se evalúa adecuadamente la concentración.

En relación a la modificación del tiempo de grabado a la mitad o doble de tiempo recomendado por el fabricante, se evidenció que incrementar el tiempo de grabado en las concentraciones de HF 5% y HF 10%, no evidencia un aumento significativo en la resistencia de unión al LS2, en concordancia con Puppini-Rontani *et al.*¹⁹ y Colombo *et al.*²⁷. Por el contrario con la concentración de HF9% el incremento del tiempo de grabado aumenta significativamente los valores de resistencia de unión como se evidenció con Straface *et al.*²⁹ La explicación radica en que el grabado del HF9% evidencia un patrón de grabado más uniforme, eficaz y libre de restos de matriz vítrea (Figura 2-c), al presentar mayor área superficie de contacto después del grabado ácido, no solo presentó mayor retención mecánica, sino también mayor cantidad de grupos hidroxilos (OH) del sílice que se encuentran en la superficie producto de la disolución de la matriz vítrea, que finalmente gracias al silano aplicado logrará una unión química con el agente cementante.⁷ A diferencia del HF 5% y HF 10%, donde el incremento en el tiempo grabado sigue mostrando una superficie irregular con restos de matriz vítrea (1-c, 3-c), causada por la mayor viscosidad y menor humectabilidad de estos geles de HF mencionados. Su alta tensión superficial dificulta la eficacia del grabado ácido y posteriormente un deficiente entrelazado con el cemento resinoso. Además es muy importante tener en cuenta que las concentraciones de HF empleados en este estudio corresponden a 3 marcas comerciales distintas, por lo que su composición es variada y debería tomarse en cuenta. Los fabricantes no divulgan la composición exacta de sus productos siendo que los vehículos, espesantes u otros componentes pueden afectar

las propiedades y el comportamiento del gel de HF, entre ellos la viscosidad como menciona Sundfeld *et al.*²⁵

IX. LIMITACIONES

De acuerdo a las limitaciones propias de un estudio *in vitro*, no es posible extrapolar los datos al ámbito clínico de manera directa y evaluación clínica de estos resultados. Por otro lado, en el presente estudio no se empleó el termociclado como proceso de envejecimiento en un medio húmedo o fatiga cíclica para conocer la resistencia adhesiva a largo plazo. Respecto a la composición de los geles grabadores, no se pudo contar con la composición completa del producto, lo que impide evaluar aspectos que puedan intervenir además de la concentración del HF.

X. CONCLUSIONES

Con las limitaciones de este estudio, se hicieron las siguientes conclusiones:

1. Cerámicas de LS2 tratadas según el tiempo recomendado por el fabricante obtuvieron mayores valores de resistencia de unión cuando fueron realizados con altas concentraciones de HF.
2. Cerámicas de LS2 tratadas a la mitad del tiempo recomendado por el fabricante obtuvieron mayores valores de resistencia de unión cuando fueron realizados con altas concentraciones de HF.
3. Cerámicas de LS2 tratadas al doble de tiempo recomendado por el fabricante, obtuvieron mayores valores de resistencia de unión cuando fueron realizados con HF 9%.

XI. RECOMENDACIONES

Por los datos obtenidos, se recomienda que el grabado de la cerámica de LS2 e.max Press con HF 5% y 10% se deberían mantener en un tiempo de 20 s, ya que al aumentar el tiempo de aplicación sobre la cerámica de LS2, no evidencia un incremento significativo en la resistencia de unión. Para el grabado con HF 9% se recomienda un tiempo de grabado máximo de 60 s para una mayor resistencia de unión a la cerámica de LS2, tiempo límite sin alterar las propiedades mecánicas de este tipo de cerámica.

Se recomienda realizar estudios que evalúen la influencia de la viscosidad en el patrón de grabado de las cerámicas de LS2.

XII. REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. Osorio E, Aguilera FS, Osorio R, García-Godoy F, Cabrerizo-Vilchez MA, Toledano M. Determining efficacy of monitoring devices on ceramic bond to resin composite. *Med Oral Patol Oral Cirugia Bucal*. 2012; 17(5): 833-840.
2. Mobilio N, Fasiol A, Catapano S. Qualitative evaluation of the adhesive interface between lithium disilicate, luting composite and natural tooth. *Ann Stomatol*. 2016; 7(1-2):1-3.
3. Gracis S, Thompson VP, Ferencz JL, Silva NR, Bonfante EA. A new classification system for all-ceramic and ceramic-like restorative materials. *Int J Prosthodont*. 2015; 28(3):227–235.
4. Blatz MB, Sadan A, Kern M. Resin-ceramic bonding: A review of the literature. *J Prosthet Dent*. 2003; 89(3):268–274.
5. Luthra R, Kaur P. An insight into current concepts and techniques in resin bonding to high strength ceramics. *Aust Dent J*. 2016; 61(2):163-73.
6. Makishi P, André CB, Silva JLE, Bacelar-Sá R, Correr-Sobrinho L, Giannini M. Effect of Storage Time on Bond Strength Performance of Multimode Adhesives to Indirect Resin Composite and Lithium Disilicate Glass Ceramic. *Oper Dent*. 2016; 41(5):541-51.
7. Phark J, Sartori N, Duarte S. Bonding to Silica-Based Glass-Ceramics: A Review of Current Techniques and Novel Self-Etching Ceramic Primers. *Quintessence Publishing QDT*. 2016; 39(1): 27-36
8. Aboushelib MN, Elmahy WA, Ghazy MH. Internal adaptation, marginal accuracy and microleakage of a pressable versus a machinable ceramic laminate veneers. *Journal of Dentistry*. 2012; 40(8) 670-677.

9. Xiaoping L, Dongfeng R, Silikas N. Effect of etching time and resin bond on the flexural strength of IPS e.max Press glass ceramic Dental Materials. 2014; 30(12): e330-6.
10. Amarillas C, Sartori N, Phark JH, et al. Long-term bond strength to CAD/CAM lithium-disilicate glass ceramic. J Dent Res. 2014; 93(3):865.
11. Pattanaik S, Wadkar AP. Effect of etchant variability on shear bond strength of all ceramic restorations - an in vitro study. J Indian Prosthodont Soc. 2011; 11(1):55–62.
12. Ozcan M, Allahbeickaraghi A, DüNDAR M. Possible hazardous effects of hydrofluoric acid and recommendations for treatment approach: A review. Clin Oral Investig. 2012; 16(1):15–23.
13. Duarte S, Phark JH, Blaltz MB, Sadan A. Ceramic systems: An ultrastructural study. Quintessence Dent Technol. 2010; 33 :42–60.
14. Addison O, Marquis PM, Fleming GJ. The impact of hydrofluoric acid surface treatments on the performance of a porcelain laminate restorative material. Dent Mater. 2007; 23(4):461–468.
15. Saraçoğlu A, Cura C, Cöter HS. Effect of various surface treatment methods on the bond strength of the heat-pressed ceramic samples. J Oral Rehabil. 2004; 31(8):790–797.
16. Ramakrishnaiah R, Alkheraif AA, Divakar DD, Matinlinna JP, Vallittu PK. The Effect of Hydrofluoric Acid Etching Duration on the Surface Micromorphology, Roughness, and Wettability of Dental Ceramics. Int J Mol Sci. 2016; 17(6):822.

17. Zogheib LV, Bona AD, Kimpara ET, McCabe JF. Effect of hydrofluoric acid etching duration on the roughness and flexural strength of a lithium disilicate-based glass ceramic. *Braz Dent J.* 2011; 22(1):45-50.
18. Sundfeld Neto D, Naves LZ, Costa AR, Correr AB, Consani S, Borges GA, et al. The effect of hydrofluoric acid concentration on the bond strength and morphology of the surface and interface of glass ceramics to a resin cement. *Oper Dent* 2015; 40(5):470-479.
19. Puppini-Rontani J, Sundfeld D, Costa AR, Correr AB, Puppini-Rontani RM, Borges GA, et al. Effect of Hydrofluoric Acid Concentration and Etching Time on Bond Strength to Lithium Disilicate Glass Ceramic. *Oper Dent.* 2017;42(6):606-15.
20. Jardel V, Degrange M, Picard B, Derrien G. Surface energy of etched ceramic. *Int J Prosthodont.* 1999;12(5):415-8.
21. Kalavacharla VK, Lawson NC, Ramp LC, Burgess JO. Influence of Etching Protocol and Silane Treatment with a Universal Adhesive on Lithium Disilicate Bond Strength. *Oper Dent.* 2015; 40(4):372-8.
22. Lise DP, Perdigão J, Van Ende A, Zidan O, Lopes GC. Microshear Bond Strength of Resin Cements to Lithium Disilicate Substrates as a Function of Surface Preparation. *Oper Dent.* 2015; 40(5):524-32.
23. Baratto SSP, Spina DRF, Gonzaga CC, Cunha LF da, Furuse AY, Baratto Filho F, et al. Silanated Surface Treatment: Effects on the Bond Strength to Lithium Disilicate Glass-Ceramic. *Braz Dent J.* 2015; 26(5):474-7.
24. Prochnow C, Venturini AB, Grasel R, Bottino MC, Valandro LF. Effect of etching with distinct hydrofluoric acid concentrations on the flexural strength

- of a lithium disilicate-based glass ceramic. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater.* 2017; 105(4):885-891.
25. Sundfeld D, Correr-Sobrinho L, Pini NIP, Costa AR, Sundfeld RH, Pfeifer CS, et al. The Effect of Hydrofluoric Acid Concentration and Heat on the Bonding to Lithium Disilicate Glass Ceramic. *Braz Dent J.* 2016; 27(6):727-33.
 26. Hailan Q, Lingyan R, Rongrong N, Xiangfeng M. Effect of hydrofluoric acid concentration on the surface morphology and bonding effectiveness of lithium disilicate glass ceramics to resin composites. *West China Journal of Stomatology.* 2017; 35(6): 593-597.
 27. Colombo L, Murillo F, De Goes M. Bond Strength of CAD/CAM Restorative Materials Treated with Different Surface Etching Protocols. *J Adhes Dent.* 2019; 21(4):307-317
 28. Veríssimo AH, Moura DMD, Tribst JPM, Araújo AMM, Leite FPP, Souza ROAE. Effect of hydrofluoric acid concentration and etching time on resin-bond strength to different glass ceramics. *Braz Oral Res.* 2019; 33: 041.
 29. Straface A, Rupp L, Gintaute A, Fischer J, Zitzmann NU, Rohr N. HF etching of CAD/CAM materials: influence of HF concentration and etching time on shear bond strength. *Head Face Med.* 2019; 15(1):21.
 30. Sudré JP, Salvio LA, Baroudi K, Sotto-Maior BS, Melo-Silva CL, Souza Picorelli Assis NM. Influence of Surface Treatment of Lithium Disilicate on Roughness and Bond Strength. *Int J Prosthodont.* 2020; 33(2):212–216.
 31. Braga RR, Meira JBC, Boaro LCC, Xavier TA. Adhesion to tooth structure: a critical review of “macro” test methods. *Dental Mater.* 2009; 26(2): 38-49.

32. Salz U, Bock T. Testing adhesion of direct restoratives to dental hard tissue - a review. *J Adhes Dent.* 2010; 12(5):343-71.
33. Adebayo OA, Burrow MF, Tyas MJ. Bond strength test: role of operator skill. *Aus Dent J.* 2008; 53(2):145-50.
34. Harnirattisai C, Roengrungreang P, Rangsisiripaiboon U, Senawongse P. Shear and micro-shear bond strengths of four self-etching adhesives measured immediately and 24 hours after application. *Dent Mater J.* 2012; 31(5):779-87.
35. DeHoff PH, Anusavice KJ, Wang Z. Three-dimensional finite element analysis of the shear bond test. *Dent Mater* 1995; 11(2):126– 31.
36. Litovitz TL, Klein-Schwartz W, Dyer KS, Shannon M, Lee S, Powers M. Annual Report of the American Association of Poison Control Centers Toxic Exposure Surveillance System. *Am J Emerg Med.*1997; 16(5):443–97.
37. Litovitz TL, Klein-SchwartzW, Caravati EM, Youniss J, Crouch B, Lee S. Annual Report of the American Association of Poison Control Centers Toxic Exposure Surveillance System. *Am J Emerg Med.*1998; 17(5):435–487.
38. Venturini AB, Prochnow C, May LG, Bottino MC, Felipe Valandro L. Influence of hydrofluoric acid concentration on the flexural strength of a feldspathic ceramic. *J Mech Behav Biomed Mater.* 2015; 48:241–248.
39. Alex G. Preparing porcelain surfaces for optimal bonding. *Compend Contin Educ Dent.* 2008; 29(6):324–335.
40. Lung CY, Matinlinna JP. Aspects of silane coupling agents and surface conditioning in dentistry: An overview. *Dent Mater.* 2012; 28(5):467–477.

41. Torres SMP, Borges GA, Spohr AM, Cury A a. DB, Yadav S, Platt JA. The effect of surface treatments on the micro-shear bond strength of a resin luting agent and four all-ceramic systems. *Oper Dent.* 2009; 34(4):399-407.
42. 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. *Journal of Prosthetic Dentistry.* 2007; 98(1):17-23.
43. Dimitriadi M, Zinelis S, Zafiropoulou M, SilikasN, Eliades G. Self-Etch Silane Primer: Reactivity and Bonding with a Lithium Disilicate Ceramic. *J Dental Materials.* 2020; 13(3):641.
44. Cardenas A, Quintero A, Siqueira F, Campos V, WenLS2inger M, Pulido C, Masson M, Sarmiento M, Loguercio A. Do Different Application Modes Improve the Bonding Performance of Self-etching Ceramic Primer to Lithium Disilicate and Feldspathic Ceramics?. *J Adhese Dent.* 2019; 21(4):319-327.

XIII. ANEXOS

Anexo 1

CÁLCULO DE LA MUESTRA

The screenshot displays the Epidat software interface. At the top, the title bar reads "Epidat: programa para análisis epidemiológico de datos". Below it is a menu bar with "Archivo", "Edición", "Módulos", "Herramientas", "Ventana", and "Ayuda". A toolbar contains icons for file operations and calculations. The main window is divided into three panes:

- Índice de cálculos:** Shows a list of calculations with "[1] Tamaños de muestra. Media" selected.
- Módulos en uso:** Shows the "Media" module is active, indicated by a checked box.
- Resultados:** Displays the calculated sample size parameters and a table of results.

[4] Tamaños de muestra. Media:

Datos:

- Tamaño de la población: 999.999.999.999
- Desviación est. esperada: 2,690
- Nivel de confianza: 95,0%
- Efecto de diseño: 1,0

Resultados:

Precisión	Tamaño de la muestra
1,000	28
2,000	7

Anexo 2: CUADRO OPERALIZACIÓN DE VARIABLES

Variable	Definición Conceptual	Definición Operacional	Indicador	Tipo	Escala de medición	Valores o Categorías
CONCENTRACIÓN DE HF (vi)	El ácido fluorhídrico es la solución acuosa del fluoruro de hidrógeno formado por hidrógeno y flúor.	Concentración del HF.	Concentración de la marca comercial.	Cualitativa	Nominal	HF 5% HF 9% HF 10%
RESISTENCIA DE UNIÓN (vd)	Fuerzas internas que se van a producir en un cuerpo, cuando se le aplica cargas (fuerzas).	Fuerza en la que se desprende el cemento de la cerámica luego de la aplicación de la fuerza de cizallamiento.	Valor emitido por la máquina de ensayo Universal.	Cuantitativa	Razón	Mega pascales (MPa)
TIEMPO (vi)	Medida de duración de cambios que experimenta cualquier aspecto del universo.	Tiempo de grabado ácido.	Tiempo establecido que permanece el ácido sobre la superficie de la cerámica	Cualitativa	Nominal	Mitad del fabricante Fabricante Doble del fabricante

Anexo 3

**RECIBO POR SERVICIOS DEL LABORATORIO DE
MATERIALES DE LA PUCP**



UNIVERSIDAD PERUANA
CAYETANO HEREDIA
FACULTAD DE ESTOMATOLOGÍA
UNIDAD DE POSGRADO Y ESPECIALIZACIÓN

CAR-FE-DPE-SM-1231-2017

Lima, 31 de agosto de 2017

Señor
Arturo Mateo Ulloa Zevallos
Estudiante
Maestría con mención en Rehabilitación Oral
Presente.-

Estimado señor Ulloa:

Es grato saludarlo y a la vez hacer de su conocimiento que la Unidad de Posgrado y Especialización Wilson Delgado, ha aceptado brindarle las facilidades para el uso del equipo de Microtracción, a fin del desarrollo y elaboración de su proyecto de Tesis titulada "EFECTOS DE LA CONCENTRACIÓN Y TIEMPO DE APLICACIÓN DEL ÁCIDO FLUORHÍDRICO SOBRE LA SUPERFICIE DE DISILICATO DE LITIO Y SU INFLUENCIA EN LA RESISTENCIA DE UNIÓN AL MICROCIZALLAMIENTO".

Asimismo, hacemos de su conocimiento que el uso del equipo en mención se realizará en la Sede San Isidro, previa coordinación con la Mg. Leyla Delgado Cotrina y cancelación por concepto de alquiler de equipo por el monto de S/. 850.00 soles (presentar recibo de pago).

Agradeciendo su atención a la presente, me despido.

Atentamente,



Mg. Jánett Mas López
Directora
Posgrado y Especialización



Kelly P.

Anexo 4

**RECIBO POR EL USO DE LA MAQUINA DE ENSAYO UNIVERISAL
DEL LABORATORIO DE BIOMATERIALES DE LA UPCH**



UNIVERSIDAD PERUANA
CAYETANO HEREDIA
Sede Principal: Av. Honorio Delgado N° 430 Urb. Ingeniería
San Martín de Porras - Lima - Lima
Teléfonos: 482-1130 319-0000 319-0030

R.U.C.: 20110768151

BOLETA DE VENTA ELECTRONICA

N° B009-36427

SEÑOR(ES) : ulica zevallos arturo mateo
DNI : 43703099
DIRECCIÓN : Jr. Manuel Gómez 157
ANTICIPO RELACIONADO
MONEDA : SOLES

FECHA DE EMISIÓN : 2018-08-20
TIPO DE CAMBIO : 3.318

COND. DE PAGO : CONTADO

Referencia				
CANTIDAD	DESCRIPCIÓN	UNIDAD DE MEDIDA	PREC. UNIT. (NO INCLUYE IGV)	VALOR DE VENTA (NO INCLUYE IGV)
1	ALQUILER DEL EQUIPO DE MICROTRACCION - COSTO ALUMNO PG	UNI	720.34	720.34

SON: OCHOCIENTOS CINCUENTA 00/100 SOLES

-
-
-

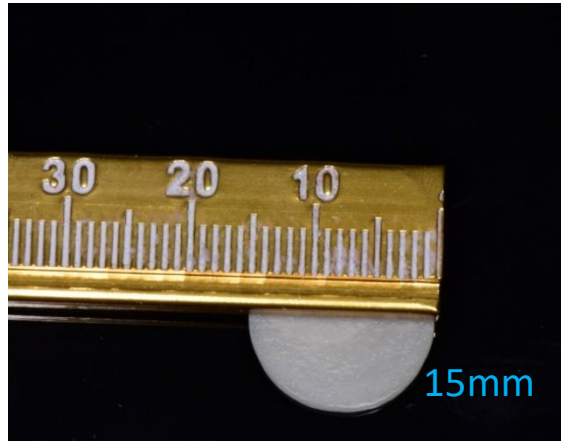
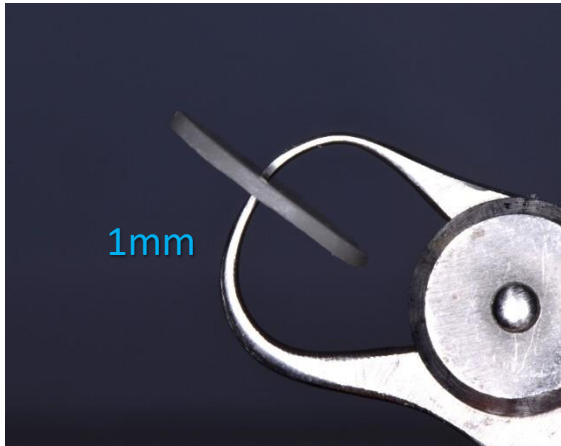
OP. GRAVADA	SI	720.34
OP. INAFECTA	SI	0.00
OP. EXONERADA	SI	0.00
TOTAL IGV 18%	SI	129.66
IMPORTE TOTAL	SI	850.00

Representación impresa de la Boleta de Venta Electrónica
Podrá ser consultado en www.upch.edu.pe
Autorizado mediante Resolución de Intendencia N° 018-005-0002246/SUNAT

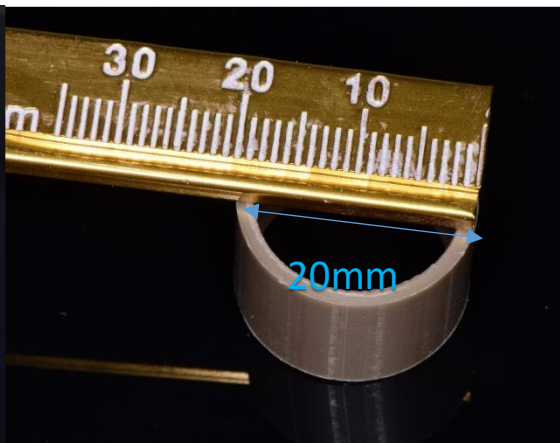
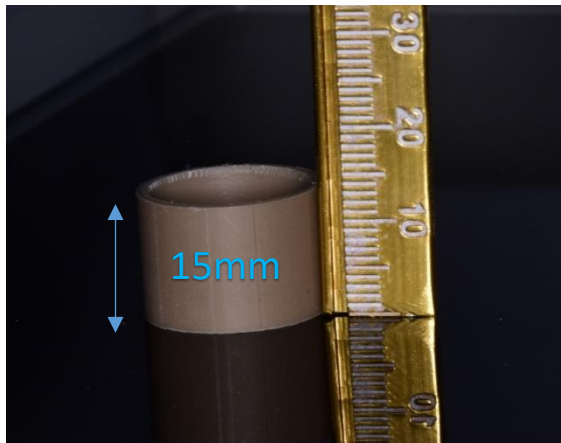


Anexo 5

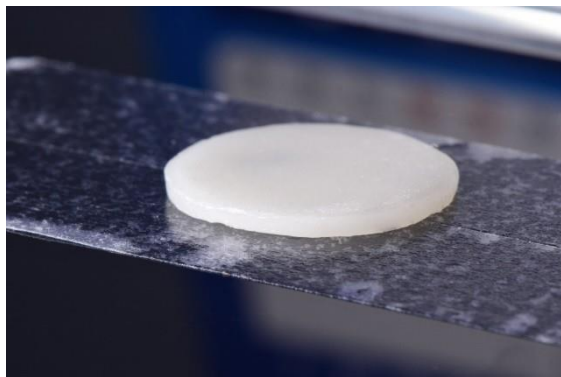
PREPARACIÓN DE LOS ESPECÍMENES



Disco de disilicato de litio



Tubo de PVC



Fijación disco en la cinta doble tape



Posicionamiento del tubo de PVC, en el interior el disco que será fijado a través de un acrílico

Anexo 6

DISTRIBUCIÓN DE LOS ESPECÍMENES



Discos fijados con acrílico, almacenados y distribuidos en 9 grupos



Grupo: àc. HF 5% por 10''



Grupo: àc.HF 5% por 20''



Grupo: àc.HF 5% por 40''



Grupo: àc. HF 9% por 15''



Grupo: àc.HF 9% por 30''



Grupo: àc.HF 9% por 60''



Grupo: àc.HF 10% por 10''



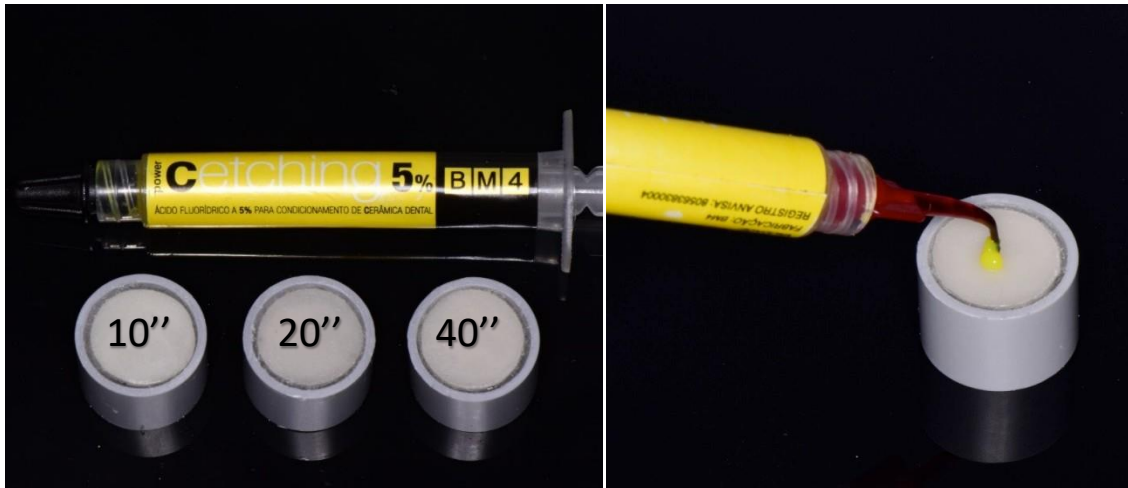
Grupo: àc.HF 10% por 20''



Grupo: àc.HF 10% por 40''

Anexo 7

PROCESO DE ADHESIÓN



Grabado con ác. HF al 5% por 10, 20 y 40 segundos según corresponda el grupo



Grabado con ác. HF al 9% por 15, 30 y 60 segundos según corresponda el grupo



Grabado con ác. HF al 10% por 10, 20 y 40 segundos según corresponda el grupo

Anexo 8

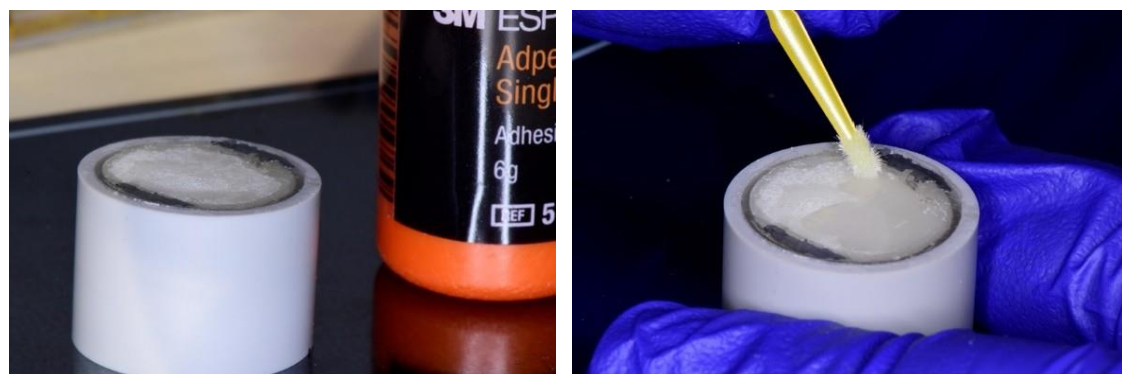
PROCESO DE ADHESIÓN



Lavado y secado de las muestras



Silanización de las muestras



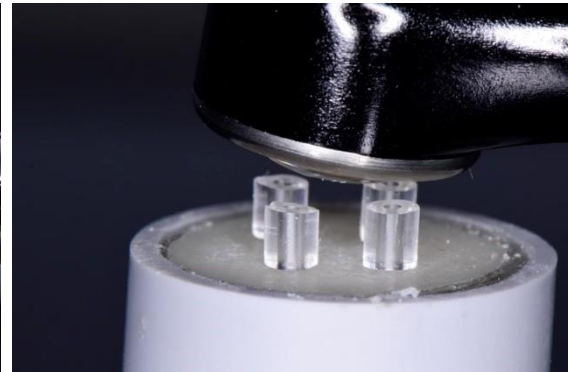
Aplicación del adhesivo a las muestras

Anexo 9

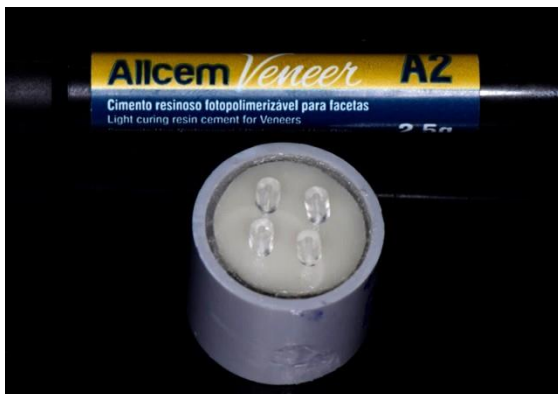
PROCESO DE ADHESIÓN



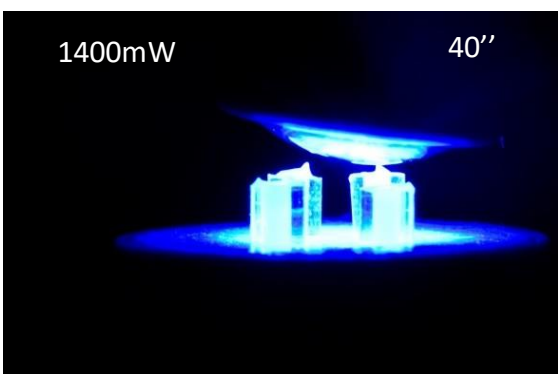
Posicionamiento de la unidad de polimerización



Colocación de los 4 tygons sobre las muestras



Elección del cemento resinoso fotopolimerizable para la inyección



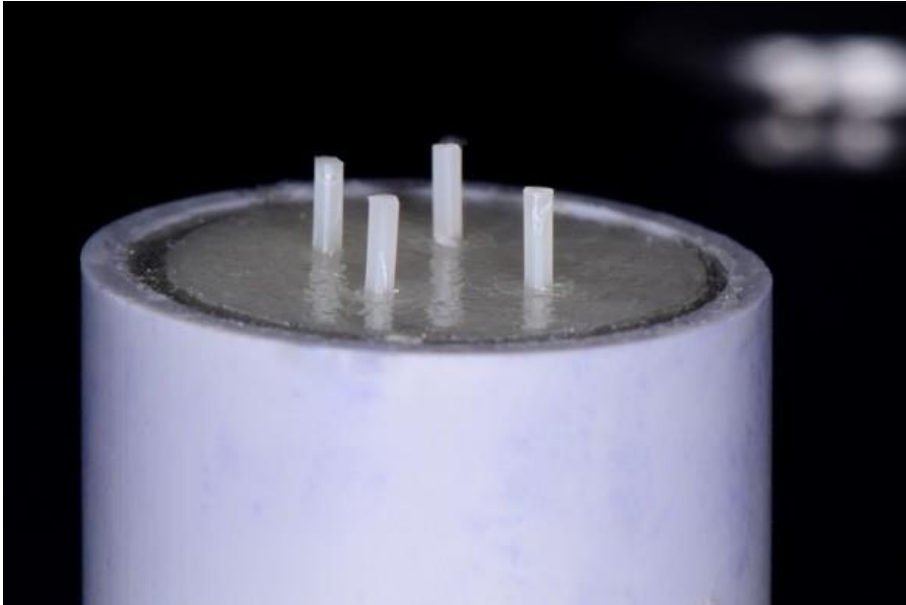
Fotopolimerización del agente cementante



Corte y eliminación de los tygons

Anexo 10

PROCESO DE ADHESIÓN



Muestra con el cemento resinoso en forma de cilindros adheridos al disilicato de litio



Muestras distribuidas en 9 grupos listas para test de microcizallamiento

Anexo 11

TEST DE RESISTENCIA DE UNIÓN AL MICROCIZALLAMIENTO

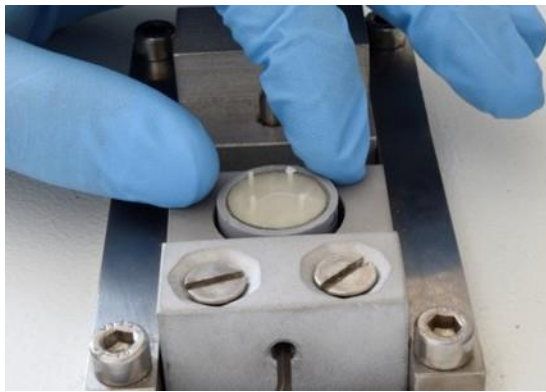


Máquina de ensayo universal (Odeme, Sao Francisco, Brasil)

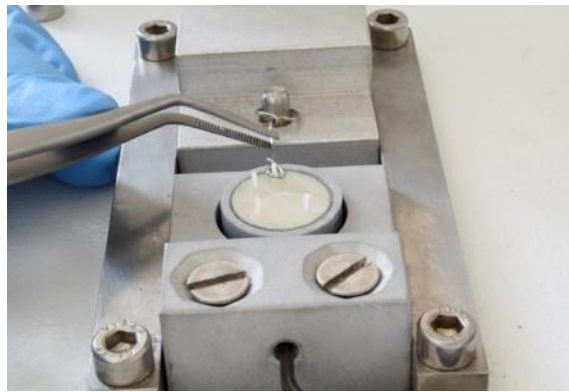


Anexo 12

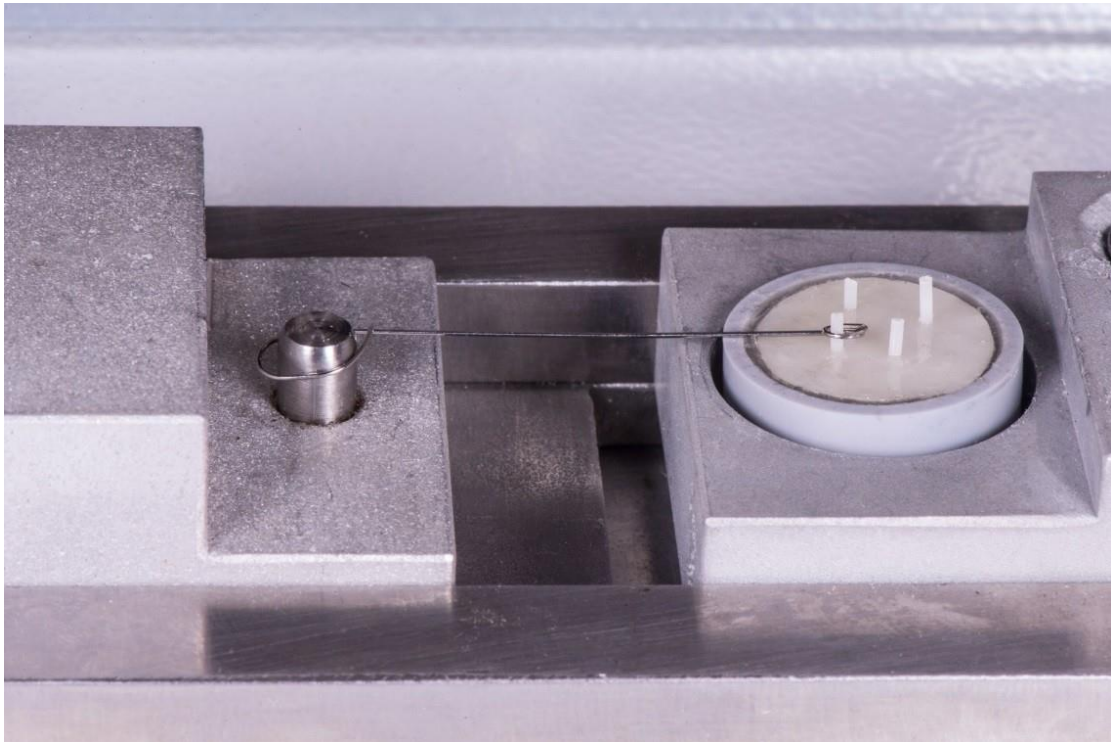
TEST DE RESISTENCIA DE UNIÓN AL MICROCIZALLAMIENTO



Ubicación de la muestra en la máquina



Colocación del alambre de ortodoncia que estará fijado a la muestra y la máquina



Anexo 13

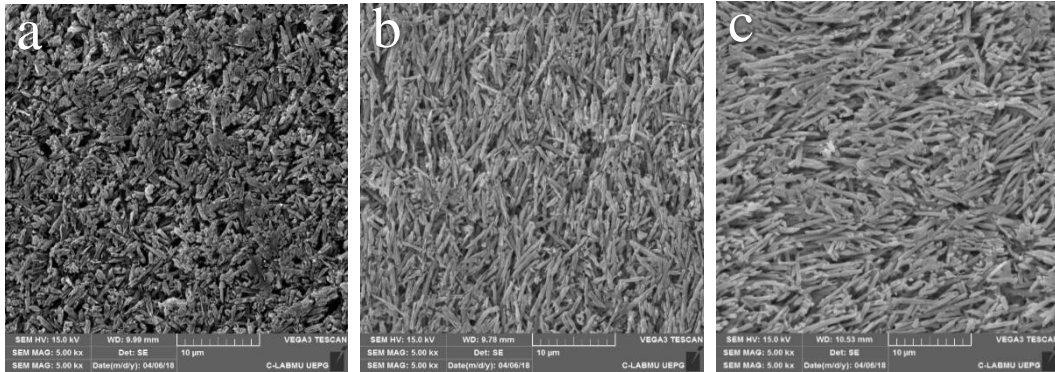


Figura 1. Disilicato de litio con grabado de àc. HF al 5% por 10", 20" y 40" (5000x).
a)Tiempo de grabado 10" se observa gran cantidad de matriz vítrea entre los cristales. b)Tiempo de grabado 20" se observa algunas áreas superficiales con restos de matriz vítrea entre los cristales. c)Tiempo de grabado 40" se observa pocas áreas superficiales con restos de matriz vítrea entre los cristales.

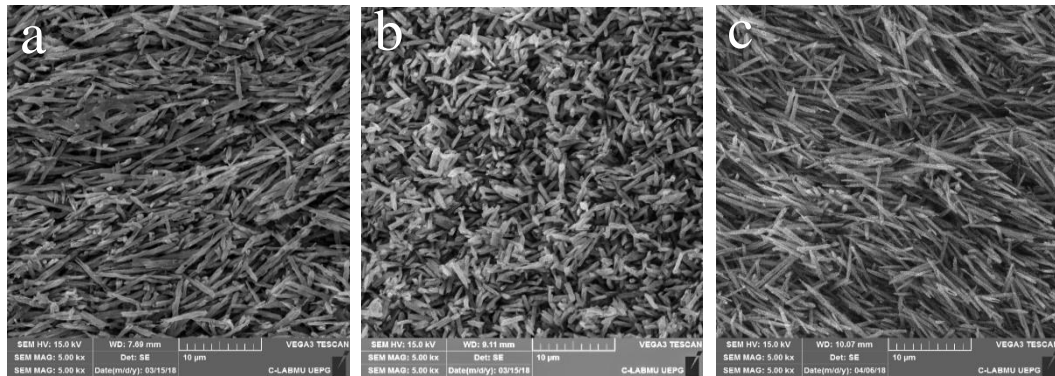


Figura 2. Disilicato de litio con grabado de àc. HF al 9% por 15", 30", 60" (5000x).
a)Tiempo de grabado 15" se observa pocas áreas superficiales con restos de matriz vítrea entre los cristales b)Tiempo de grabado 30" no se observan áreas superficiales con restos de matriz vítrea entre los cristales. c)Tiempo de grabado 60" se aprecia una disolución más profunda de la matriz vítrea entre los cristales.

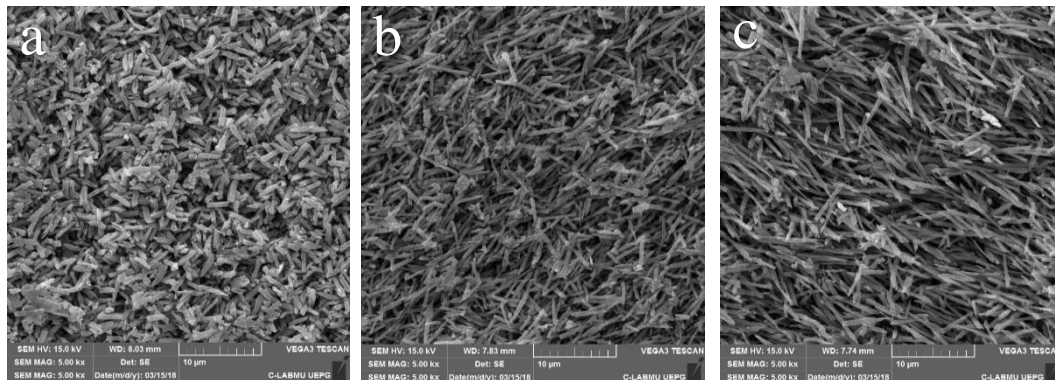


Figura 3. Disilicato de litio con grabado de àc. HF al 10% por 10", 20" y 40" (5000x).
a)Tiempo de grabado 10" se observa algunas áreas superficiales con matriz vítrea entre los cristales. b)Tiempo de grabado 20" se observa aún pocas áreas superficiales con restos de matriz vítrea entre los cristales. c)Tiempo de grabado 40" se observa una disolución más profunda pero incompleta de la matriz vítrea entre los cristales.

Anexo 14

**CARTA DE APROBACIÓN DE ÉTICA COMITÉ INSTITUCIONAL
DE ÉTICA EN INVESTIGACIÓN DE LA UPCH**



UNIVERSIDAD PERUANA
CAYETANO HEREDIA
Vicerrectorado de Investigación
Dirección Universitaria de Investigación,
Ciencia y Tecnología (DUICT)

CAREG-ORVEI-058-017

Lima, 04 de setiembre del 2017

Señor:
ULLOA ZEVALLOS, ARTURO MATEO
Presente.-

Estimado Investigador:

Es grato dirigirme a usted para saludarlo y a la vez informarle que hemos recibido el Proyecto de Investigación Titulado: **"Efectos de la concentración y tiempo de aplicación del ácido fluorhídrico sobre la superficie de disilicato de litio y su influencia en la resistencia de unión al microcizallamiento"**. SIDISI 101394, el cual ha sido revisado y registrado en la Dirección Universitaria de Investigación, Ciencia y Tecnología de la Universidad Peruana Cayetano Heredia. De acuerdo al Manual de Procedimientos de nuestra universidad y por sus características, este proyecto no requiere evaluación por el Comité Institucional de Ética en Humanos o en Animales, pudiendo iniciar su ejecución.

Agradeceremos tenga a bien presentar su informe de cierre al concluir la ejecución de su proyecto.

Atentamente,



Dr. César Cárcamo Cavagnaro
Jefe de la Oficina de Promoción
de la Investigación

