



Fuerza microtensil y aspecto superficial de una resina nanocerámica CAD/CAM tratada con diferentes métodos de grabado

Azhela Del Ángel Ibarra,* Rogelio Oliver Parra,§ Carlos Alberto Luna Lara,§ Héctor Téllez Jiménez,§ Bertha Luna García,§ Jorge Humberto Luna Domínguez§

* Egresada de la Maestría en Prosthodontia de la Facultad de Odontología de la Universidad Autónoma de Tamaulipas.
§ Profesor de tiempo completo, Facultad de Odontología de la Universidad Autónoma de Tamaulipas.

RESUMEN

Introducción: los materiales cerámicos infiltrados con polímero CAD/CAM necesitan tratamientos micromecánicos y químicos que modifiquen su superficie y favorezcan la adhesión a dentina de restauraciones indirectas. **Objetivo:** evaluar *in vitro* la fuerza microtensil que causa la combinación del tratamiento superficial de microarenado (MA), más ácido fluorhídrico (HF 10%), al aplicar un adhesivo universal (AU) sobre especímenes de Lava™ Ultimate (LVU). **Material y métodos:** se utilizó una nanocerámica de resina LVU (3M ESPE, St. Paul, MN, USA). Las muestras se dividieron en cuatro grupos. Grupo 1: control (sin tratamiento). Grupo 2: MA con Al₂O₃ de 50 µm (Zeta Sand Zhermarck Dental SpA, Italia) + AU (All-Bond Universal® Bisco Inc. Schaumburg, IL). Grupo 3: grabado con AF al 10% Angelus® (Solucoes Odontologicas, Londrina, Brazil) + AU. Grupo 4: MA + AF + AU. Los especímenes se cementaron con resina dual Duo-Link™ (Bisco Inc. Schaumburg, IL) en dentina media de terceros molares extraídos. Después de 24 horas se realizó la prueba de microtracción. El modo de fallo de las muestras se registró bajo estereomicroscopio a 20X. La rugosidad y aspecto superficial se evaluaron con microscopio electrónico de barrido (MEB) y microscopio de fuerza atómica (MFA). **Resultados:** el tratamiento de superficie de LVU con MA + AF + AU mostró diferencias significativas en la resistencia microtraccional ($p < 0.011$). El modo de fallo predominante en los grupos fue adhesivo. Se identificó una correlación significativa, al observar que a mayor rugosidad de la superficie tratada, había mayor resistencia microtraccional ($r = 0.88$). **Conclusiones:** la resina nanocerámica LVU grabada con MA y con AF crea una rugosidad superficial que combinada con un AU incrementa la resistencia de fuerza adhesiva en dentina.

Palabras clave: CAD/CAM, resina nanocerámica, adhesión, resistencia microtensil.

INTRODUCCIÓN

El diseño y manufactura de restauraciones dentales asistido por computadora (CAD/CAM) es una tecnología que con el tiempo ha ido diversificando las aplicaciones clínicas de la prosthodontia.¹ Esta tecnología proporciona una elevada calidad y reproducibilidad de diferentes bloques de materiales CAD/CAM cerámicos, vítreo cerámicos o resinosos.^{2,3} Los materiales cerámicos tradicionales son biocompatibles, estéticos, poseen buena resistencia al desgaste y ofrecen estabilidad del color. En los últimos años, han surgido materiales con diferente composición que son fresados bajo el método CAD/CAM. El objetivo que persiguen estos materiales es obtener propiedades semejantes a las que poseen los materiales cerámicos.⁴ Algunas de sus ventajas son: excelente adaptación marginal, módulo de elasticidad semejante a la dentina y desgaste similar al que presenta el esmalte.⁵ Actualmente, los bloques para fresar que más destacan son Vita Enamic® (Vita Zahnfabrik, Bad Sackingen, Germany), esta cerámica híbrida está compuesta por una matriz de cerámica dominante (86% del peso) reforzada por una matriz polimérica.⁶ Asimismo, también se encuentran los materiales de resina con un relleno de nanopartículas de cerámicas uniformemente dispersas (80-90% del peso) como Lava Ultimate Restorative (LVU; 3M ESPE) y Cerasmart (GC Dental Products).⁷⁻⁹ La adhesión de estos materiales al sustrato dentario en restauraciones indirectas es determinante para el éxito a largo plazo. Por esta razón, el tratamiento de la superficie de estos materiales juega un papel significativo en la adhesión.¹⁰

Recibido: Julio 2020. Aceptado: Septiembre 2021.

Citar como: Del Ángel IA, Oliver PR, Luna LCA, Téllez JH, Luna GB, Luna DJH. Fuerza microtensil y aspecto superficial de una resina nanocerámica CAD/CAM tratada con diferentes métodos de grabado. Rev Odont Mex. 2022; 26 (1): 32-40.

© 2022 Universidad Nacional Autónoma de México, [Facultad de Odontología]. Este es un artículo Open Access bajo la licencia CC BY-NC-ND (<http://creativecommons.org/licenses/by-nc-nd/4.0/>)

Durante los últimos años, se ha buscado una superficie microretentiva del material que favorezca una buena fuerza de adhesión. A la fecha, los métodos más utilizados para el tratamiento de superficie son el microarenado (MA) con partículas de óxido de aluminio (Al_2O_3),^{3,10-12} grabado con ácido fluorhídrico (HF)^{9,10,13,14} y método triboquímico (microarenado con partículas recubiertas de sílice), el cual favorece un enlace químico con el silano previo a la cementación.^{14,15} De estos tratamientos, el MA con partículas de Al_2O_3 de 50 μm elimina los contaminantes retenidos en la superficie del material a adherir, al aumentar la rugosidad superficial y la retención micromecánica del adhesivo.^{13,16} Por su parte, el HF remueve químicamente la fase vítrea del material de la superficie tratada, al dejarla irregular y microretentiva.^{9,17} Se ha reportado que el grabado de bloques de cerámicas de disilicato de litio con HF al 10% por 60 segundos alcanza valores entre 31 a 39 Mpa.^{18,19} La prueba de fuerza de unión microtensil (μTBS , por sus siglas en inglés), ha sido probada con éxito para evaluar la fuerza adhesiva en diferentes estudios.^{16,20-23} Esta prueba tiene la ventaja de que las cargas de tensión generan principalmente un modo de falla de tipo adhesiva, lo que favorece la identificación de la exactitud de la fuerza de adhesión de los materiales.²⁴ Es posible que la aplicación conjunta de dos diferentes métodos de tratamiento de superficie generen una superficie irregular en resinas nanocerámicas que promuevan una elevada fuerza de adhesión a dentina. Por lo tanto, debido a que no se ha investigado el efecto conjunto del grabado con MA y el HF como tratamientos superficiales de resinas nanocerámicas, el objetivo del estudio fue evaluar *in vitro* la fuerza microtensil que causa la combinación del tratamiento superficial de MA (Al_2O_3 de 50 μm) más HF (10%), aplicando un AU sobre especímenes de resina nanocerámica LVU (3M ESPE, St. Paul, MN, USA).

MATERIAL Y MÉTODOS

Se llevó a cabo un estudio experimental conformado por una muestra de cuatro terceros molares inferiores con corona íntegra, extraídos por indicaciones ortodónticas. Una vez limpias, éstas se almacenaron en recipientes que contenían agua desionizada para luego obtener muestras de dentina.

Obtención de muestras de dentina

Las molares se sembraron en resina acrílica autopolimerizable (Nic-Tone® MDC Dental, Jalisco, México), se seccionaron transversalmente a la mitad de la corona clínica con un disco en un motor de baja

velocidad (Ray Foster, Dental Equipment Huntington Beach, CA), lo que expuso la dentina media coronal. Las superficies cortadas se abrasionaron con una hoja de carburo de silicio de grano 600, hasta obtener una superficie uniforme y lisa.

Obtención de especímenes de LVU

A partir de bloques de nanocerámica de resina LVU se fabricaron cuatro especímenes con dimensiones de 10 × 10 × 4 mm, usando un disco de diamante de 0.8 mm en una recortadora a baja velocidad (Buelher, IsoMet 5000). Las muestras se alisaron en la superficie a adherir, utilizando papel de carburo de silicio (SiC) grano 600 (Fandelli®, Tlalnepantla, Edo. de México), bajo refrigeración con agua potable durante un minuto. Las muestras lijadas se limpiaron durante cinco minutos dentro de una cubeta ultrasónica (BioSonic UC50D Coltene/Whaledent OH, USA) y después fueron almacenadas en agua destilada a 37 °C, durante 24 horas, en una cámara ambientadora (Shel-lab Mod. 1510E, Sheldon Manufacturing, OR, USA). Posteriormente, las muestras de LVU se asignaron aleatoriamente a cuatro grupos:

Grupo 1: control/sin tratamiento superficial. Únicamente se realizó limpieza con ultrasonido de los especímenes de LVU.

Grupo 2: las muestras de LVU fueron tratadas mediante MA con partículas de Al_2O_3 de 50 μm (Zeta Sand®/Zhermack), por medio de un microarenador (Essence Dental, Araraquara, Brasil), durante 10 segundos bajo una presión de 3 bares a una distancia de 10 mm entre la boquilla y la superficie de la muestra. Por último, se aplicó una capa de AU (All-Bond Universal® Bisco) con ayuda de un microaplicador (Bisco Inc. Schaumburg, IL), se dejó secar durante un minuto y se fotopolimerizó por 20 segundos.

Grupo 3: grabado de especímenes LVU con HF al 10% Angelus® por 60 segundos; lavado y enjuagado durante 60 segundos, seguido de la aplicación de una capa de AU con un microaplicador, secado durante un minuto y fotopolimerizado por 20 segundos.

Grupo 4: las muestras de este grupo se trataron primero con MA como en el grupo 2 y después con HF como en el grupo 3. Finalizado el tratamiento superficial se aplicó una capa de AU.

Un espécimen de cada grupo fue tomado de manera aleatoria para la evaluación del aspecto superficial, bajo microscopio electrónico de barrido (JEOL JSM 7800F) y microscopio de fuerza atómica (NT-MDT Spectrum Instruments), que también determinó la rugosidad de la superficie de las muestras tratadas.

Adhesión de LVU a dentina

Para el proceso de adhesión las muestras seccionadas se lavaron con agua desionizada por 20 segundos, seguido de un grabado con ácido fosfórico al 35%, Select HV® Etch (Bisco, Schaumburg, IL, USA), durante 15 segundos, lavado y secado de la muestra y aplicación de una capa de AU sobre la dentina expuesta con un microaplicador de grosor regular (2.0 mm). El AU se dejó secar durante un minuto y se fotopolimerizó durante 20 segundos a una distancia aproximada de 2 mm. Para la adhesión de los especímenes de LVU a las muestras de dentina se utilizó resina dual Duolink®. Con una cánula de plástico; se colocó un solo incremento en la parte central de la muestra de dentina y después se colocó el espécimen LVU al retirar el excedente de cemento. Enseguida se puso una pesa metálica sobre la resina nanocerámica LVU, que mantuvo una carga axial constante de 1 kg en toda la superficie y fotopolimerizó el cemento de manera multidireccional por 20 segundos con una lámpara Coltolux Led Curing Light® (Coltene/Whaledent Inc, Cuayhoga Falls, OH, USA), a una potencia de 650 mW/cm², corroborada por un radiómetro Coltolux Light Meter (Coltene®).

Cementadas las muestras, se almacenaron en agua destilada a temperatura ambiente por 24 horas. Posteriormente, con un vernier digital (Mitutoyo) cada espécimen fue marcado y después seccionado verticalmente cada milímetro con un disco de diamante de 0.8 mm de grosor que fue fijado a una máquina recortadora de muestras (Buelher, IsoMet 5000®). Los cortes se realizaron primero en sentido vestibulo lingual y después en sentido mesiodistal. Finalizados los cortes, éstos fueron separados del bloque de LVU cortando la base de los surcos realizados con un disco de diamante montado en un micromotor (Champion M3 Marathon SDE-SH3L), con lo que se obtuvieron

vigas de LVU/dentina de 1 mm de diámetro por 7 mm de largo. Las vigas fueron lavadas con agua desionizada por cinco minutos y secadas con dos aplicaciones de aire de la jeringa triple. Enseguida estas vigas fueron llevadas a una máquina de pruebas universal (Alliance RT/30 MTA®) para la prueba de microtracción. Las vigas obtenidas se pegaron en sus extremos con cianocrilato (3M™ Super Glue Gel, St. Paul, MN) a un aditamento, de acuerdo al método propuesto por Sano y colaboradores.²¹ Este aditamento fue fijado a la máquina de pruebas universal (Alliance RT/30) y se realizó la prueba microtraccional a una velocidad de 1 mm/min, con una fuerza de 5.4 kg por minuto. Finalizada la prueba, los especímenes fueron llevados al microscopio estereoscópico (Leica Microsystems, Switzerland) a 20X para registrar el modo de fallo (adhesivo, cohesivo y mixto) de cada espécimen.

El coeficiente kappa entre dos observadores de manera ciega e independiente (ADI-CAL) arrojó un coeficiente de concordancia de 0.89.

Se realizaron pruebas de normalidad Kolmogorov-Smirnov y de varianza Levene. Después, se practicó Kruskal-Wallis y comparaciones *post-hoc* Scheffe en el análisis de la fuerza microtraccional obtenida con los diferentes tratamientos de superficie de LVU. La prueba *r* de Pearson identificó el grado de correlación entre la rugosidad superficial y la resistencia microtraccional. Las pruebas estadísticas se manejaron a un valor alfa de 0.05 en el paquete estadístico IBM SPSS Statistics 23.

RESULTADOS

Las muestras del grupo control se perdieron debido a que los especímenes se fracturaron durante los cortes para la obtención de vigas de LVU/dentina. Se realizó el análisis estadístico a nueve, 10 y 11 vigas de los grupos 4 (MA+AF+AU), 2 (MA+AU) y 3

Tabla 1: Estadísticos descriptivos (Mpa) de la fuerza adhesiva microtraccional encontrada con diferentes técnicas de tratamiento superficial sobre resina nanocerámica Lava™ Ultimate (LVU).
Descriptive statistics (Mpa) of the micro tractional adhesive strength found with different surface treatment techniques on Lava™ Ultimate (LVU) nanoceramic resin.

	MA+AU	HF+AU	MA+HF+AU	p
Media	28.4	31.3	43.5	
Mediana	27.0	30.9	39.3	
Desviación estándar	10.8	5.4	9.3	0.011
Mínimo	16.2	26.0	34.5	
Máximo	44.7	41.5	58.2	

MA = Microarenado con partículas de Al₂O₃ de 50 µm / Micro-sandblasted with 50 µm Al₂O₃ particles. HF = Ácido fluorhídrico al 10% / 10% Hydrofluoric acid. AU = Adhesivo universal all-bond universal / All-bond universal adhesive.

(AF+AU), respectivamente. Los resultados descriptivos se observan en la *Tabla 1*. No se presentaron diferencias estadísticamente significativas entre el grupo de MA+AU y HF+AU. El grupo que combinó el MA+HF+AU presentó mayor resistencia adhesiva microtraccional, lo que fue estadísticamente superior a la encontrada en los grupos MA+AU y HF+AU ($p < 0.05$).

La mayor rugosidad superficial (Ra) se encontró en el grupo que combinó las dos técnicas de tratamiento superficial de LVU con MA y HF (*Figuras 1 y 2*). El modo de fallo predominante en todos los grupos de estudio fue el fallo adhesivo con 81.4%, seguido del cohesivo (18.6%), en todos los grupos ($p > 0.99$). En una prueba de correlación se identificó que a mayor rugosidad superficial (Ra) de LVU mayor resistencia microtraccional ($r = 0.88$), ésta fue una correlación estadísticamente significativa ($p < 0.011$).

DISCUSIÓN

Las pruebas microtraccionales que buscan evaluar la fuerza adhesiva de diferentes técnicas y materiales resinosos o cerámicos a dentina, deben caracterizarse por proporcionar exactitud en la medición de la fuerza de unión en la interfase existente entre el material y el sustrato a adherir. En la presente investigación, se observó que el mayor porcentaje de fallo en las pruebas μ TBS fue de tipo adhesivo; lo anterior respalda la fiabilidad de las pruebas microtensiles al proporcionar datos que nos orientan a identificar la verdadera fuerza adhesiva.^{23,24} Los resultados obtenidos indican que es posible obtener una mayor fuerza adhesiva a dentina cuando LVU es tratada mediante MA con partículas de Al_2O_3 de 50 μm seguido de HF al 10%. Otros materiales como bloques de Enamic y Cerasmart tratados sólo con MA y utilizando un cemento autoadhesivo (G-CEM LinkAce, GC) han reportado valores de 40.5 Mpa;¹⁰ estos resultados son semejantes a los observados en nuestro estudio con LVU grabado con MA más HF (43.4 Mpa). Por su parte, Strasser y colegas²⁵ reportaron que el MA con partículas de Al_2O_3 de 50 μm a 2 bar de presión de aire incrementa hasta 225% la rugosidad superficial. De acuerdo con lo reportado por Tekce y su equipo,²⁶ es importante cuidar que el tiempo de MA con Al_2O_3 de 50 μm no exceda los 30 segundos, ya que la fuerza μ TBS disminuye.

Los hallazgos obtenidos del grabado con HF coinciden con los de otros autores, como el trabajo de Duzyol y colegas,¹² donde reportaron que el HF ataca principalmente la fase leucita de la cerámica feldespática, al formar pequeños hoyos alrededor de los cristales leucita. De manera similar, Do Amaral y colabora-

dores¹³ reportaron mayor disolución de la fase vítrea y exposición de cristales de muestras de bloques CAD/CAM Enamic (composite cerámico con matriz resinosa), LVU, IPS Empress CAD (cerámica vítrea basada en leucita), IPS e.max (cerámica de disilicato de litio), al observar superficies más irregulares en muestras tratadas con HF al 10%, tal como fue advertido en la presente investigación.

Los diferentes estudios mencionados ayudan a entender la fuerza adhesiva encontrada a través de las muestras tratadas con MA y la ventaja que este método ofrece al combinarse el grabado con HF. En la observación realizada bajo SEM a 3000X, el MA dejó una superficie con grietas y surcos, con áreas elevadas y deprimidas en la superficie, mientras el HF generó la presencia de microporos. Por lo anterior, el tratamiento superficial con HF sumado al efecto previo del MA condiciona que se dejen relieves irregulares retentivos en la superficie de la resina nanocerámica LVU. Estas superficies irregulares, en muestras de LVU grabadas con MA y HF, fueron superiores a la rugosidad observada por cada técnica de grabado realizada de manera independiente. La rugosidad encontrada con la combinación de los métodos de grabado MA y HF se pudo confirmar con la representación topográfica 3D, dada por el microscopio de fuerza atómica que reveló una superficie heterogénea e irregular con crestas

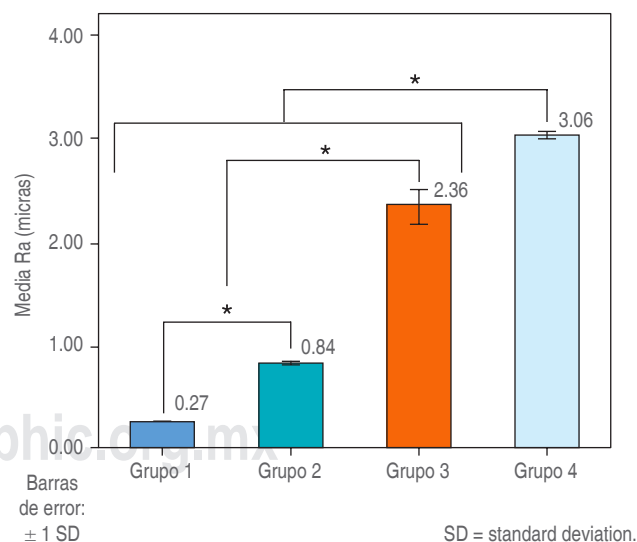


Figura 1: Valores de rugosidad superficial (Ra) y desviación estándar de diferentes métodos de tratamiento superficial de resina nanocerámica Lava™ Ultimate.

Surface roughness values (Ra) and standard deviation of different surface treatment methods of Lava™ Ultimate nanoceramic resin.

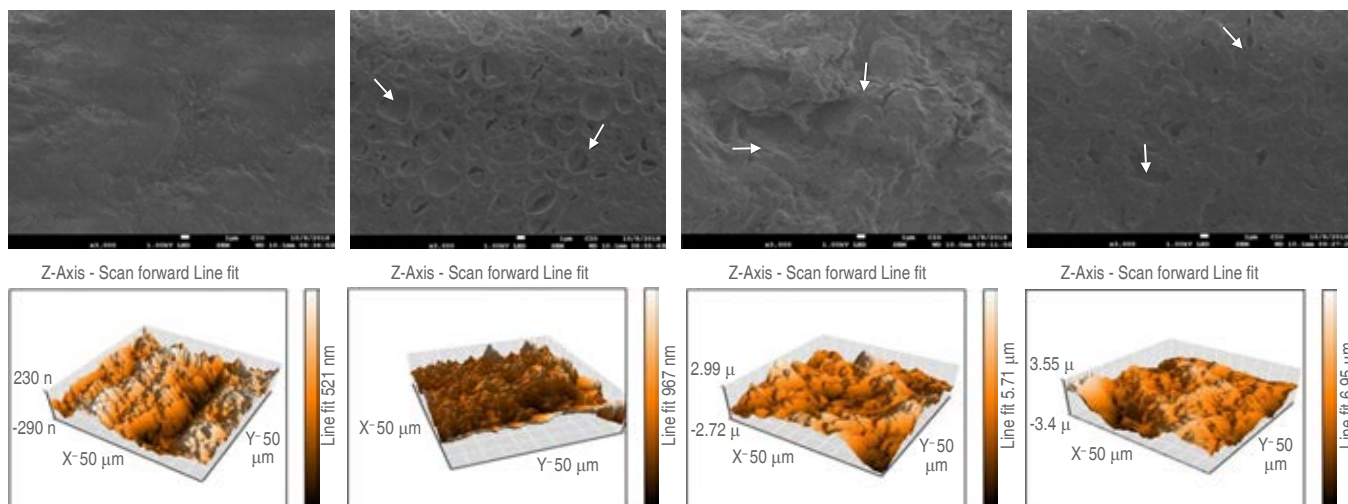


Figura 2: Arriba. Aspecto superficial de Lava™ Ultimate (MEB, 3000X). Abajo. Topografía 3D con MAF de superficie Lava™ Ultimate (50 μm) tratados con diferentes técnicas de grabado. Las flechas señalan poros, surcos, áreas elevadas y deprimidas.

Top. Surface appearance of Lava™ Ultimate (SEM, 3000X). Bottom. 3D topography with MAF of Lava™ Ultimate surface (50 μm) treated with different etching techniques. Arrows indicate pores, grooves, and raised and depressed areas.

altas y bajas en muestras de LVU. Con base en lo anterior, es previsible encontrar lo que el análisis de correlación estableció, es decir, que a mayor rugosidad mayor fuerza microtensil. Serán necesarios más estudios que, con diferentes métodos de estudio y protocolos de tratamiento, profundicen en el conocimiento de las condiciones idóneas de adhesión necesarias en bloques CAD/CAM con diferentes características y composición, a fin de implementar protocolos clínicos que investiguen los resultados de estos materiales a largo plazo.

CONCLUSIONES

La resina nanocerámica LVU requiere de la combinación de métodos de grabado mecánico y químico para generar una superficie rugosa y microretentiva que, junto con la aplicación de un adhesivo universal, incremente la fuerza adhesiva microtraccional a dentina. El tratamiento de superficie de LVU con MA, seguido de la colocación de HF al 10%, favoreció una mayor rugosidad superficial. El tratamiento con MA, usando partículas de Al_2O_3 de 50 μm, seguido del grabado de especímenes con HF al 10% y una capa de AU condiciona a una fuerza microtraccional más elevada que la observada con el grabado de LVU usando MA con partículas de Al_2O_3 de 50 μm o HF al 10%. Estos métodos de grabado de resina nanocerámica pueden incidir en una mayor fuerza de adhesión de LVU a dentina, lo que puede favorecer un sellado

marginal óptimo e incrementar la longevidad de este tipo de restauraciones indirectas.

Original research

Micro tensile strength and surface appearance of a CAD/CAM nanoceramic resin treated by different etching methods

Azhela Del Ángel Ibarra,*
Rogelio Oliver Parra,§ Carlos Alberto Luna Lara,§
Héctor Téllez Jiménez,§ Bertha Luna García,§
Jorge Humberto Luna Domínguez§

* Egresada de la Maestría en Prostodoncia de la Facultad de Odontología de la Universidad Autónoma de Tamaulipas.

§ Profesor de tiempo completo, Facultad de Odontología de la Universidad Autónoma de Tamaulipas.

ABSTRACT

Introduction: CAD/CAM polymer infiltrated ceramic materials need micromechanical and chemical treatments that modify their surface and favor adhesion to dentin of indirect restorations. **Objective:** To evaluate *in vitro* the micro tensile strength caused by the combination of micro-sandblasting (MS) plus hydrofluoric acid (HF 10%) applying a universal adhesive (UA) on Lava™ Ultimate (LVU) specimens. **Materials and methods:** LVU resin nanoceramics (3M ESPE, St. Paul, MN, USA) were used. The samples were divided into 4 groups: Group 1: Control (No treatment), Group 2: MS with 50 μm Al_2O_3 (Zeta Sand Zhermarck Dental SpA, Italy) + UA (All-Bond Universal® Bisco Inc. Schaumburg, IL). Group 3: Etching with 10% FA Angelus® (Solucões Odontológicas, Londrina, Brazil)

+ UA, group 4: MS + FA + UA. Specimens were cemented with Duo-Link™ dual resin (Bisco Inc. Schaumburg, IL) in the middle dentin of extracted third molars. After 24 h, micro tensile testing was performed. The failure mode of the samples was recorded under a stereomicroscope at 20X. Surface roughness and appearance were evaluated by scanning electron microscopy (SEM) and atomic force microscopy (AFM). **Results:** surface treatment of LVU with MS +FA + UA showed significant differences in micro-tractional strength ($p < 0.011$). The predominant failure mode in the groups was adhesive. A significant correlation was identified by observing that the higher the roughness of the treated surface the higher the micro-tractional resistance ($r = 0.88$). **Conclusions:** LVU nanoceramic resin etched with MS and FA creates a surface roughness that combined with a UA increases the adhesive strength resistance in dentin.

Keywords: CAD/CAM, nanoceramic resin, adhesion, micro tensile resistance.

INTRODUCTION

Computer-aided design and manufacture of dental restorations (CAD/CAM) is a technology that over time has diversified the clinical applications of prosthodontics.¹ This technology provides high quality and reproducibility of different blocks of ceramic, glass-ceramic, or resinous CAD/CAM materials.^{2,3} Traditional ceramic materials are biocompatible, esthetic, have good wear resistance, and offer color stability. In recent years, materials with different compositions have emerged that are milled using the CAD/CAM method. The objective of these materials is to obtain properties similar to those of ceramic materials.⁴ Some of their advantages are: excellent marginal adaptation, modulus of elasticity similar to dentin, and wear similar to that of enamel.⁵ Currently, the most prominent milling blocks are Vita Enamic® (Vita Zahnfabrik, Bad Sackingen, Germany), this hybrid ceramic is composed of a dominant ceramic matrix (86% by weight) reinforced by a polymeric matrix.⁶ Also, resin materials with a uniformly dispersed ceramic nanoparticle filler (80-90% by weight) such as Lava Ultimate Restorative (LVU; 3M ESPE) and Cerasmart (GC Dental Products) are also available.⁷⁻⁹ The adhesion of these materials to the tooth substrate in indirect restorations is decisive for long-term success. For this reason, the surface treatment of these materials plays a significant role in adhesion.¹⁰

In recent years, the search for a micro retentive surface that favors good adhesion strength has been pursued. To date, the most widely used methods for surface treatment are micro-sandblasting (MS) with aluminum oxide (Al_2O_3) particles,^{3,10-12} hydrofluoric acid (HF) etching^{9,10,13,14} and the tribochemical method (micro-sandblasting with silica-coated particles), which favors a chemical bond with the

silane before cementation.^{14,15} Of these treatments, MS with 50 μm Al_2O_3 particles removes contaminants retained on the surface of the material to be bonded, increasing surface roughness and micromechanical retention of the adhesive.^{13,16} On the other hand, HF chemically removes the vitreous phase of the material from the treated surface, leaving it irregular and micro retentive.^{9,17} It has been reported that the etching of lithium disilicate ceramic blocks with 10% HF for 60 seconds reaches values between 31 to 39 Mpa.^{18,19} The microtensile bond strength test (μ TBS) has been successfully applied to assess adhesive strength in different studies.^{16,20-23} This test has the advantage that tensile loads generate mainly an adhesive-type failure mode, which favors the identification of the accuracy of the materials' adhesive strength.²⁴ It is possible that the combined application of 2 different surface treatment methods may generate an irregular surface on nano ceramic resins that promotes high bond strength to dentin. Therefore, because the joint effect of MS etching and HF as surface treatments of nanoceramic resins has not been investigated, this study aimed to evaluate in vitro the micro tensile strength caused by the combination of MS (50 μm Al_2O_3) and HF (10%) surface treatment by applying a UA on LVU nanoceramic resin specimens (3M ESPE, St. Paul, MN, USA).

MATERIAL AND METHODS

An experimental study was performed with a sample of 4 lower third molars with integral crowns extracted for orthodontic indications. Once cleaned, these were stored in containers containing deionized water to later obtain dentin samples.

Obtaining dentin samples

The molars were seeded in self-curing acrylic resin (Nic-Tone® MDC Dental, Jalisco, Mexico) by sectioning them transversely at the middle of the clinical crown with a disk on a low-speed motor (Ray Foster, Dental Equipment Huntington Beach, CA) thus exposing the coronal medial dentin. The cut surfaces were abraded with a 600-grit silicon carbide blade until a uniform, smooth surface was obtained.

Obtaining LVU specimens

From LVU resin nanoceramic blocks, 4 specimens with dimensions of 10 × 10 × 4 mm were fabricated using a 0.8 mm diamond disk on a low-speed trimmer

(Buelher, IsoMet 5000). The surface samples were smoothed to be bonded using 600-grit silicon carbide (SiC) paper (Fandelli®, Tlalnepantla, Edo. de Mexico) under cooling with potable water for 1 min. The sanded samples were cleaned for 5 min inside an ultrasonic cuvette (BioSonic UC50D Coltene/Whaledent OH, USA) and then stored in distilled water at 37 °C for 24 h in an ambient chamber (Shel-lab Mod. 1510E, Sheldon Manufacturing, OR, USA). The LVU samples were then randomly assigned to 4 groups:

Group 1: control/No surface treatment. Only the LVU specimens were ultrasonically cleaned.

Group 2: LVU specimens were treated with MS with 50 µm Al₂O₃ particles (Zeta Sand®/Zhermack) with a micro-sandblaster (Essence Dental, Araraquara, Brazil) for 10 s under a pressure of 3 bar at a distance of 10 mm between the nozzle and the specimen surface. Finally, a layer of UA (All-Bond Universal® Bisco) was applied with a micro-applicator (Bisco Inc. Schaumburg, IL), allowed to dry for 1 min, and light cured for 20 seconds.

Group 3: LVU specimens were etched with 10% Angelus® HF for 60 s; washed and rinsed for 60 s, followed by application of a UA layer with a micro applicator, dried for 1 min, and light-cured for 20 seconds.

Group 4: the samples in this group were first treated with MS as in group 2 and then with HF as in group 3. After the surface treatment, a layer of UA was applied.

One specimen from each group was randomly taken for surface appearance evaluation under a scanning electron microscope (JEOL JSM 7800F) and atomic force microscope (NT-MDT Spectrum Instruments) which also determined the surface roughness of the treated samples.

Bonding of LVU to dentin

For the bonding process the sectioned samples were rinsed with deionized water for 20 s, followed by etching with 35% Select HV® Etch phosphoric acid (Bisco, Schaumburg, IL, USA) for 15 s, rinsed and dried, and a layer of UA was applied on the exposed dentin with a regular thickness (2.0 mm) micro applicator. The UA was allowed to dry for 1 min and light cured for 20 s at a distance of approximately 2 mm. Duolink® dual resin was used to bond the LVU specimens to the dentin samples. With a plastic cannula, a single increment was placed in the central part of the dentin sample, and then the LVU specimen was placed, removing the excess cement. Then a

metallic weight was placed on the LVU nanoceramic resin and a constant axial load of 1 kg was maintained on the entire surface, light curing the cement in a multidirectional manner for 20 s with a Colt lux Led Curing Light® (Coltene/Whaledent Inc, Cuyahoga Falls, OH, USA) at a power of 650 mW/cm², corroborated by a Colt lux Light Meter radiometer (Coltene).

Once the specimens were cemented, they were stored in distilled water at room temperature for 24 hours. Subsequently, with a digital vernier (Mitutoyo) each specimen was marked and then vertically sectioned every millimeter with a 0.8 mm thick diamond disc that was fixed to a specimen trimming machine (Buelher, IsoMet 5000)®. The cuts were made first in the buccolingual direction and then in the mesiodistal direction. Once the cuts were finished, they were separated from the LVU block by cutting the base of the grooves made with a diamond disc mounted on a micro motor (Champion M3 Marathon SDE-SH3L) obtaining LVU/dentin beams of 1 mm in diameter by 7 mm in length. The beams were washed with deionized water for 5 minutes and dried with 2 applications of air from the triple syringe. These beams were then taken to a universal testing machine (Alliance RT/30 MTA) for micro tensile testing. The obtained beams were glued at their ends with cyanoacrylate (3M™ Super Glue Gel, St. Paul, MN) to an attachment according to the method proposed by Sano et al.²¹ This attachment was fixed to the universal testing machine (Alliance RT/30) performing the microtractional test at a speed of 1 mm/min, with a force of 5.4 kg per min. After the test, the specimens were taken to the stereo microscope (Leica Microsystems, Switzerland) at 20X to record the failure mode (adhesive, cohesive and mixed) of each specimen.

The Kappa coefficient between 2 observers blindly and independently (ADI-CAL) yielded a concordance coefficient of 0.89.

Kolmogorov-Smirnov normality and Levene variance tests were performed. Subsequently, Kruskal-Wallis and *post-hoc* Scheffe comparisons were practiced in the analysis of the microtractional strength obtained with the different LVU surface treatments. Pearson's r-test identified the degree of correlation between surface roughness and microtractional strength. Statistical tests were handled at an alpha value of 0.05 in the IBM SPSS Statistics 23 statistical package.

RESULTS

Samples from the control group were lost because the specimens were fractured during the cuts to obtain

LVU/dentin beams. Statistical analysis was performed on 9,10 and 11 beams from groups 4 (MS+FA+UA); 2 (MS+UA) and 3 (FA+UA) respectively. The descriptive results are shown in *Table 1*. There were no statistically significant differences between the MS+UA and HF+UA groups. The group that combined the MS+HF+UA presented the highest values of micro tractional adhesive strength being statistically superior to that found in the MS+UA and HF+UA groups ($p < 0.05$).

The highest value for surface roughness (Ra) was found in the group that combined the two LVU surface treatment techniques with MS and HF (*Figures 1 and 2*). The predominant failure mode in all study groups was adhesive, with 81.4% followed by cohesive (18.6%) in all groups ($p > 0.99$). In a correlation test, it was identified that the higher the surface roughness (Ra) of LVU the higher the micro-tractional resistance ($r = 0.88$) thus determining a statistically significant correlation ($p < 0.011$).

DISCUSSION

Micro tensile tests that seek to assess the adhesive strength of different techniques and resinous and/or ceramic materials to dentin should be characterized by providing accuracy in the measurement of the bond strength at the interface between the material and the substrate to be bonded. In the present investigation, it was observed that the highest percentage of failure in the μ TBS tests was the adhesive kind; this supports the reliability of the micro tensile tests by providing data that led us to identify the true adhesive strength.^{23,24} The obtained results indicate that it is possible to obtain a higher adhesive strength to dentin when LVU is treated with MS with 50 μm Al_2O_3 particles followed by 10% HF. Other materials such as Enamic and Cerasmart blocks treated only with MS and using a self-adhesive cement (G-CEM LinkAce, GC) have reported values of 40.5 Mpa;¹⁰ these results are similar to those observed in our study with LVU etched with MS plus HF (43.4 Mpa). For their part, Strasser et al.²⁵ reported that MS with 50 μm Al_2O_3 particles at 2 bar air pressure increases surface roughness up to 225%. According to Tekce et al.,²⁶ it is important to take care that the MS time with 50 μm Al_2O_3 does not exceed 30 s since the μ TBS force decreases.

The findings obtained from HF etching coincide with those of other authors, such as the work of Duzyol et al.¹² where they reported that HF mainly attacks the leucite phase of feldspathic ceramics forming small holes around the leucite crystals. Similarly, Do Amaral et al.¹³ reported greater

dissolution of the vitreous phase and exposure of crystals in samples of Enamic CAD/CAM blocks (ceramic composite with resin matrix), LVU, IPS Empress CAD (leucite-based vitreous ceramic) and IPS e.max (lithium disilicate ceramic), observing more irregular surfaces in samples treated with 10% HF as was noted in the present investigation. The aforementioned studies help to understand the adhesive strength found with MS-treated samples and the advantage that this method offers when combined with HF etching. The SEM observation at 3000X showed that MS left a surface with cracks and grooves, with elevated and depressed areas on the surface, while the HF created micropores. Therefore, the surface treatment with HF added to the previous effect of the MS conditions to leave irregular retentive reliefs on the surface of the LVU nanoceramic resin. This irregular surface in LVU samples etched with MS and HF was superior to the roughness observed by each etching technique performed independently. The roughness found with the combination of MS and HF etching methods was confirmed with the 3D topographic representation given by the atomic force microscope which revealed a heterogeneous and irregular surface with high and low ridges in LVU samples. Based on the above, it is understandable to find that the correlation analysis established that the higher the roughness the higher the micro tensile strength. Further studies with different study methods and treatment protocols will be necessary to deepen the knowledge of the ideal bonding conditions needed in CAD/CAM blocks with different characteristics and compositions to implement clinical protocols to investigate the long-term results of these materials.

CONCLUSIONS

The nanoceramic resin LVU requires the combination of mechanical and chemical etching methods to create a rough and micro-retentive surface that along with the application of a universal adhesive increases the micro-tractional adhesive strength to dentin. Surface treatment of LVU with MS followed by 10% HF favored higher surface roughness. MS treatment using 50 μm Al_2O_3 particles followed by etching of specimens with 10% HF and a UA layer conditioned to a higher microtractional force than that observed with LVU etching using MS with 50 μm Al_2O_3 particles or 10% HF. These methods for etching nanoceramic resin may provide higher bond strength of LVU to dentin, favor an optimal marginal seal and increase the longevity of this kind of indirect restoration.

REFERENCIAS / REFERENCES

1. Alghazzawi TF. Advancements in CAD/CAM technology: options for practical implementation. *J Prosthodont Res.* 2016;60(2):72-84. doi: 10.1016/j.jpor.2016.01.003.
2. Lucsanzky IJR, Ruse ND. Fracture toughness, flexural strength, and flexural modulus of new CAD/CAM resin composite blocks. *J Prosthodont.* 2020;29(1):34-41. doi: 10.1111/jopr.13123
3. Peumans M, Valjakova EB, De Munck J, Mishevskva CB, Van Meerbeek B. Bonding effectiveness of luting composites to different CAD/CAM materials. *J Adhes Dent.* 2016;18(4):289-302. doi: 10.3290/j.jad.a36155.
4. Bellan MC, Cunha PFJSD, Tavares JG, Spohr AM, Mota EG. Microtensile bond strength of CAD/CAM materials to dentin under different adhesive strategies. *Braz Oral Res.* 2017;31:e109. doi: 10.1590/1807-3107BOR-2017.vol31.0109.
5. Capa N, Say EC, Celebi C, Casur A. Microtensile bond strengths of adhesively bonded polymer-based CAD/CAM materials to dentin. *Dent Mater J.* 2019;38(1):75-85. doi: 10.4012/dmj.2017-442.
6. Elsaka SE, Elnaghy M. Effect of surface treatment and aging on bond strength of composite cement to novel CAD/CAM nanohybrid composite. *J Adhes Dent.* 2020;22(2):195-204. doi: 10.3290/j.jad.a44284.
7. Schepke U, Meijer HJA, Vermeulen KM, Raghoobar GM, Cune MS. Clinical bonding of resin nano ceramic restorations to zirconia abutments: a case series within a randomized clinical trial. *Clin Implant Dent Relat Res.* 2016;18(5):984-992. doi: 10.1111/cid.12382.
8. Awada A, Nathanson D. Mechanical properties of resin-ceramic CAD/CAM restorative materials. *J Prosthet Dent.* 2015;114(4):587-593. doi: 10.1016/j.prosdent.2015.04.016.
9. Flury S, Schmidt SZ, Peutzfeldt A, Lussi A. Dentin bond strength of two resin-ceramic computer-aided design/computer-aided manufacturing (CAD/CAM) materials and five cements after six months storage. *Dent Mater J.* 2016;35(5):728-735. doi: 10.4012/dmj.2016-095.
10. Lise DP, Van Ende A, De Munck J, Vieira LCC, Baratieri LN, Van Meerbeek B. Microtensile bond strength of composite cement to novel CAD/CAM materials as a function of surface treatment and aging. *Oper Dent.* 2017;42(1):73-81. doi: 10.2341/15-263-L.
11. Sismanoglu S, Gürçan AT, Yildirim-Bilmez Z, Turunc-Oguzman R, Gümüstas B. Effect of surface treatments and universal adhesive application on the microshear bond strength of CAD/CAM materials. *J Adv Prosthodont.* 2020;12(1):22-32. doi: 10.4047/jap.2020.12.1.22.
12. Duzylol M, Sagsoz O, Polat Sagsoz N, Akgul N, Yildiz M. The effect of surface treatments on the bond strength between CAD/CAM blocks and composite resin. *J Prosthodont.* 2016;25(6):466-471. doi: 10.1111/jopr.12322.
13. Colombo LDA, Murillo-Gómez F, De Goes MF. Bond Strength of CAD/CAM restorative materials treated with different surface etching protocols. *J Adhes Dent.* 2019; 21(4):307-317. doi: 10.3290/j.jad.a42931
14. Papadopoulos K, Pahinis K, Saltidou K, Dionysopoulos D, Tsitrou E. Evaluation of the surface characteristics of dental CAD/CAM materials after different surface treatments. *Materials (Basel).* 2020;13(4):981. doi: 10.3390/ma13040981.
15. Rinastiti M, Ozcan M, Siswomihardjo W, Busscher HJ. Immediate repair bond strengths of microhybrid, nanohybrid and nanofilled composites after different surface treatments. *J Dent.* 2010;38(1):29-38. doi: 10.1016/j.jdent.2009.08.009
16. Park JH, Choi YS. Microtensile bond strength and micromorphologic analysis of surface-treated resin nanoceramics. *J Adv Prosthodont.* 2016;8(4):275-284. doi: 10.4047/jap.2016.8.4.275.
17. 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):1-21. doi: 10.1186/s13005-019-0206-8.
18. 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):606-615. doi: 10.2341/16-215-L
19. 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. doi: 10.2341/14-133-L.
20. Sano H, Takatsu T, Ciucchi B, Russell CM, Pashley DH. Tensile properties of resin-infiltrated demineralized human dentin. *J Dent Res.* 1995;74(4):1093-1102. doi: 10.1177/00220345950740041001
21. Sano H, Ciucchi B, Matthews WG, Pashley DH. Tensile properties of mineralized and demineralized human and bovine dentin. *J Dent Res.* 1994;73(6):1205-1211. doi: 10.1177/00220345940730061201.
22. Cura M, González-González I, Fuentes V, Ceballos L. Effect of surface treatment and aging on bond strength of composite resin onlays. *J Prosthet Dent.* 2016;116(3):389-396. doi: 10.1016/j.prosdent.2016.02.016.
23. El Zohairy AA, De Gee AJ, Mohsen MM, Feilzer AJ. Microtensile bond strength testing of luting cements to prefabricated CAD/CAM ceramic and composite blocks. *Dent Mater.* 2003;19(7):575-583. doi: 10.1016/s0109-5641(02)00107-0.
24. Della Bona A, Van Noort R. Shear vs. tensile bond strength of resin composite bonded to ceramic. *J Dent Res.* 1995;74(9):1591-1596. doi: 10.1177/00220345950740091401.
25. Strasser T, Preis V, Behr M, Rosentritt M. Roughness, surface energy, and superficial damages of CAD/CAM materials after surface treatment. *Clin Oral Investig.* 2018;22(8):2787-2797. doi: 10.1007/s00784-018-2365-6.
26. Tekce N, Tuncer S, Demirci M. The effect of sandblasting duration on the bond durability of dual-cure adhesive cement to CAD/CAM resin restoratives. *J Adv Prosthodont.* 2018;10(3):211-217. doi: 10.4047/jap.2018.10.3.211.

Correspondencia / Correspondence:
Jorge Humberto Luna Domínguez
 E-mail: jhluna@docentes.uat.edu.mx