

---

# EVALUACIÓN IN VITRO DEL EFECTO DE LA CONCENTRACIÓN Y EL TIEMPO DE APLICACIÓN DEL ÁCIDO FLUORHÍDRICO SOBRE LA ADHESIÓN AL DISILICATO DE LITIO

## IN VITRO EVALUATION OF THE EFFECT OF HYDROFLUORIC ACID CONCENTRATION AND APPLICATION TIME ON ADHESION TO LITHIUM DISILICATE

CARLOS CAPARROSO PÉREZ<sup>1</sup>, FEDERICO LATORRE CORREA<sup>2</sup>, LUZ JANETH ARROYAVE HOYOS<sup>3</sup>, CARLOS ANDRÉS

GRAJALES GAVIRIA,<sup>3</sup> VERÓNICA MARÍA MEDINA PIEDRAHITA<sup>3</sup>

**RESUMEN. Introducción:** el disilicato de litio como material cerámico restaurador ofrece resistencia superior a las cerámicas, unas excelentes características ópticas y la posibilidad de ser adherido al sustrato dentario por medio del grabado con ácido fluorhídrico. El propósito de este estudio fue evaluar in vitro el efecto del ácido fluorhídrico al 9,5 % y al 4,6 % en tiempos de 20, 40 y 60 s sobre la superficie del disilicato de litio en los procesos de adhesión a un sustrato resinoso. **Métodos:** se confeccionaron 6 cubos de porcelana IPS e-max<sup>®</sup> Press y 6 cubos de resina Filtek<sup>®</sup> Z250. Los cubos cerámicos fueron sometidos a un tratamiento de superficie obteniendo 6 grupos: El grupo control y los grupos 2 y 3 utilizaron ácido fluorhídrico al 4,6%, durante 20, 40 y 60 s respectivamente, los grupos 4, 5 y 6 usaron ácido fluorhídrico al 9,5%, en tiempos de 20, 40 y 60 s respectivamente. Se cementaron los cubos de porcelana con los de resina con cemento resinoso autoadhesivo y se generaron barras de 1 x 1 x 18 mm, obteniéndose 20 muestras en cada grupo y se midió su fuerza de adhesión. **Resultados:** los valores de resistencia adhesiva en MPa (SD) fueron G1 = 26,69 (± 7,99), G2 = 23,93 (± 7,99), G3 = 20,90 (± 7,91), G4 = 17,56 (± 6,61), G5 = 16,30 (± 11,68), G6 = 18,78 (± 10,22), con diferencias significativas entre el grupo 1 y los grupos 4-5. **Conclusiones:** las concentraciones de ácido fluorhídrico al 4,6%, presentaron mejores promedios de adhesión en comparación con los grabados al 9,6%. El grupo con concentración al 4,6% por 20 s presentó los mejores resultados.

**Palabras clave:** cerámica, porcelana dental, disilicato de litio, ácido fluorhídrico.

Caparroso CB, Latorre F, Arroyave LJ, Grajales CA. Evaluación in vitro del efecto de la concentración y el tiempo de aplicación del ácido fluorhídrico sobre la adhesión al disilicato de litio. Rev Fac Odontol Univ Antioq 2014; 26(1): 62-75.

**ABSTRACT. Introduction:** as a ceramic restorative material, lithium disilicate provides higher resistance to ceramic materials, excellent optical characteristics, and the ability to be bonded to tooth substrate by hydrofluoric acid etching. The purpose of this study was to perform in vitro assessment of the effect of 4.6 and 9.5% hydrofluoric acid at 20, 40 and 60 s on the surface of lithium disilicate during the processes of adherence to a resinous substrate. **Methods:** 6 IPS e-max<sup>®</sup> Press porcelain cubes and 6 Filtek Z250<sup>®</sup> resin cubes were made. The ceramic cubes were subjected to surface treatment obtaining 6 groups: control group and groups 2 and 3 were treated with 4.6% hydrofluoric acid during 20, 40 and 60 seconds respectively, and groups 4, 5 and 6 were treated with 9.5% hydrofluoric acid at 20, 40 and 60 s respectively. Porcelain cubes were cemented with the resin ones with self-adhesive resin cement and bars of 1 x 1 x 18 mm were produced, obtaining 20 samples in each group. Adhesive strength was measured. **Results:** adhesive strength values expressed in MPa (SD) were as follows: G1 = 26.69 (± 7.99), G2 = 23.93 (± 7.99), G3 = 20.90 (± 7.91), G4 = 17.56 (± 6.61), G5 = 16.30 (± 11.68), G6 = 18.78 (± 10.22), with significant differences between group 1 and groups 4-5. **Conclusions:** 4.6% hydrofluoric acid produced better adhesive averages compared with the 9.6% concentrations. The group with 4.6% concentration during 20 s offered the best results.

**Key words:** ceramics, dental porcelain, lithium disilicate, hydrofluoric acid.

Caparroso CB, Latorre F, Arroyave LJ, Grajales CA. In vitro evaluation of the effect of hydrofluoric acid concentration and application time on adhesion to lithium disilicate. Rev Fac Odontol Univ Antioq 2014; 26(1): 62-75.

- 
- 1 Odontólogo, especialista en Odontología Integral del Adulto, magister en Educación superior, profesor asociado, Facultad de Odontología, Universidad de Antioquia. Correo electrónico: ccaparroso@gmail.com.
  - 2 Odontólogo, especialista en Odontología Integral del Adulto, profesor asociado, Facultad de Odontología, Universidad de Antioquia. Correo electrónico: latorre.federico29@gmail.com.
  - 3 Estudiantes del posgrado de Odontología Integral del Adulto con énfasis en Prosthodontia, Facultad de Odontología, Universidad de Antioquia.

- 
- 1 Dentist, Specialist in Comprehensive Dentistry of Adults, Magister in Higher Education, Associate Professor, School of Dentistry, Universidad de Antioquia. Email address: ccaparroso@gmail.com.
  - 2 Dentist, Specialist in Comprehensive Dentistry of Adults, Magister in Higher Education, Associate Professor, School of Dentistry, Universidad de Antioquia. Email address: latorre.federico29@gmail.com.
  - 3 Graduate students, Comprehensive Dentistry of Adults with a focus on Prosthodontics. School of Dentistry, Universidad de Antioquia.

RECIBIDO: FEBRERO 8/2013-ACEPTADO: NOVIEMBRE 19/2013

SUBMITTED: FEBRUARY 8/2013-ACCEPTED: NOVEMBER 19/2013

## INTRODUCCIÓN

Las cerámicas feldespáticas tienen una estructura mixta compuesta por una fase cristalina y una fase vítrea.<sup>1</sup> Este material obtiene su retención de forma micromecánica, por medio de un arenado de la superficie o de un grabado ácido y químico con agentes de unión o silanos.<sup>2</sup> La fase cristalina da unas mejores características mecánicas, que serían las cerámicas de alto contenido de alúmina y zirconio, pero tienen la desventaja de disminuir los valores de adhesión y translucidez.<sup>2</sup> Las cerámicas a base de disilicato de litio tienen un porcentaje de 60-70 de cristales incluidos en una matriz vítrea, que les proporciona un aumento de resistencia con respecto a las cerámicas feldespáticas, y permiten ser acondicionadas por medio de la técnica de grabado ácido.<sup>3</sup>

La adhesión de un compuesto resinoso a cerámicas con feldespato, leucita y disilicato de litio, está bien establecida. El ácido fluorhídrico ataca la fase vítrea y forma una superficie retentiva para una adhesión micromecánica y el silano, como agente de unión, promueve un enlace químico entre la sílice de estas cerámicas y los grupos metacrilato de la resina.<sup>2</sup> El proceso de adhesión al sílice para la cementación de cerámicas de disilicato de litio se hace por medio del grabado de superficie con ácido fluorhídrico.<sup>4</sup> Las concentraciones más utilizadas son al 4,6 y 9,5%. La cerámica IPS e.max® Press se introdujo en la profesión en el año 2005, y está compuesta por 70% de cristales de disilicato de litio ( $\text{Li}_2\text{Si}_2\text{O}_5$ ), los cuales están incluidos en una matriz vítrea.<sup>5</sup> Para el caso de este material, la casa fabricante recomienda el uso de ácido fluorhídrico al 4,6% durante 20 s.<sup>6</sup>

Existen publicaciones que estudian el efecto del acondicionamiento de la superficie con ácido fluorhídrico en la adhesión al disilicato de litio. Kiyani y colaboradores<sup>7</sup> encontraron que el acondicionamiento de una superficie arenada y tratada con ácido fluorhídrico al 10%, genera niveles de adhesión alrededor de los 13,65 MPa. Spohr y colaboradores<sup>8</sup> encontraron que un grabado en las mismas condiciones, con y sin la aplicación del agente de unión o silano, los valores de adhesión fueron de 25,6 y 16,4 MPa respectivamente. Meyer y colaboradores,<sup>9</sup>

## INTRODUCTION

Feldspathic ceramics have a mixed structure composed of a crystalline phase and a glassy phase.<sup>1</sup> This material produces retention in a micromechanical way, by means of a sandblasted surface or by acid and chemical etching with bonding agents or silanes.<sup>2</sup> The crystalline phase offers better mechanical characteristics, such as the ceramics with a high content of alumina and zirconia, but as a disadvantage they decrease values of adhesion and translucency.<sup>2</sup> Lithium disilicate-based ceramics have 60-70% of crystals embedded in a vitreous matrix, which provide them with increased resistance compared to feldspathic ceramics; also, they can be prepared by acid etching.<sup>3</sup>

Resinous compounds' adhesion to ceramics with feldspar, leucite, and lithium disilicate has been well established. Hydrofluoric acid attacks the glassy phase and forms a retentive surface for micromechanical adhesion, and silane, as a bonding agent, promotes chemical bonding between these ceramics' silica and methacrylate resin groups.<sup>2</sup> The process of adhesion to silica for cementation of lithium disilicate ceramics is made by surface etching with hydrofluoric acid.<sup>4</sup> The most commonly used concentrations are 4.6 and 9.5%. IPS e.max® Press ceramics was first introduced in the profession in 2005, and consists of 70% of lithium disilicate crystals ( $\text{Li}_2\text{Si}_2\text{O}_5$ ), which are embedded in a vitreous matrix.<sup>5</sup> For this material, the manufacturer recommends using 4.6% hydrofluoric acid for 20 seconds.<sup>6</sup>

Some studies have analyzed the effect of surface treatment with hydrofluoric acid on lithium disilicate adhesion. Kiyani et al<sup>7</sup> found out that preparation of a sandblasted surface treated with 10% hydrofluoric acid produces adhesion values of about 13.65 MPa. Spohr et al<sup>8</sup> found out that etching under the same conditions with and without application of a bonding agent or silane produces adhesion values of 25.6 and 16.4 MPa respectively. By using the same surface treatment, Meyer et al<sup>9</sup>

usando el mismo tratamiento de superficie, hallaron valores de adhesión de 35,1 y 56,8 MPa respectivamente. Gökçe y colaboradores,<sup>10</sup> aumentando el tiempo de grabado a 30 s con la misma concentración, obtuvieron mayores niveles de adhesión al sustrato cerámico. Pollington y colaboradores<sup>11</sup> encontraron que al aumentar el tiempo de grabado a 60 s con la misma concentración del agente grabador, obtenían una fuerza de adhesión de 24,76 Mpa. Otros autores, como Kim y colaboradores,<sup>12</sup> usando una concentración de ácido fluorhídrico de 4% por 5 min, lograron niveles de adhesión de 17,7 Mpa. Estos estudios no hicieron comparaciones entre tiempos de aplicación y concentración del ácido fluorhídrico en sus protocolos de cementación.

El propósito de este estudio fue evaluar el efecto del ácido fluorhídrico al 9,5 y al 4,6%, en diferentes tiempos de aplicación de 20, 40 y 60 s, sobre la superficie del disilicato de litio en los procesos de adhesión a un sustrato resinoso. Con el resultado se pretende dar un sustento científico al proceso del grabado de la superficie de restauraciones en disilicato de litio con ácido fluorhídrico.

## MÉTODOS

Se confeccionaron 6 cubos de porcelana de 10 x 10 mm ( $\pm 0,2$  mm) en cerámica IPS e-max<sup>®</sup> Press, por medio de la técnica de cera perdida siguiendo las indicaciones de la casa fabricante Ivoclar Vivadent<sup>™</sup><sup>13</sup>. Las muestras se revistieron con material refractario Emax Press Speed, en una proporción de 32 ml de líquido especial por 22 ml de agua destilada y 200 gr de polvo, haciendo un mezclado al vacío con el equipo Easy Mix de la casa Bego por 90 s. Los anillos, después de un tiempo de fraguado de 45 min, se llevaron al horno a una temperatura de 850° C por 60 min. La inyección se hizo en el horno Programat EP5000 a una temperatura de 915° C. Cada muestra fue arenada con partículas de óxido de aluminio a dos bares (30 psi) de presión durante un tiempo aproximado de 14 s y a una distancia de 10 mm.<sup>9</sup>

Se hicieron 6 cubos de resina Filtek<sup>®</sup> Z250 con las mismas dimensiones, utilizando técnica incremental con

found adhesion values of 35.1 and 56.8 MPa respectively. By increasing etching time to 30 s with the same concentration, Gökçe et al<sup>10</sup> obtained higher levels of adherence to the ceramic substrate. Pollington et al<sup>11</sup> found that increasing etching time to 60 s with the same concentration of etching agent produces an adhesion strength of 24.76 MPa. Other authors, such as Kim et al,<sup>12</sup> using a concentration of 4% hydrofluoric acid for 5 min produced levels of adhesion of 17.7 MPa. These studies did not make comparisons between application times and hydrofluoric acid concentration in their cementation protocols.

The purpose of this study was to evaluate the effect of 4.6 and 9.5% hydrofluoric acid at different application times (20, 40 and 60 s) on lithium disilicate surface during the processes of adherence to a resinous substrate. The results pretend to provide a scientific basis to the process of etching the surface of lithium disilicate restorations with hydrofluoric acid.

## METHODS

Six 10 x 10 mm ( $\pm 0,2$  mm) porcelain cubes were made in IPS e-max<sup>®</sup> Press ceramics through the lost-wax technique following the manufacturer's instructions (Ivoclar Vivadent<sup>™</sup>)<sup>13</sup>. The samples were coated on Emax Press Speed refractory material, in a proportion of 32 ml of special liquid by 22 ml of distilled water and 200 g of powder, vacuum mixing with Bego Easy Mix equipment during 90 seconds. After forging for 45 min, the rings were taken to the oven to a temperature of 850° C for 60 min. The injection was done in a Programat EP5000 oven to a temperature of 915° C. Each sample was sandblasted with aluminum oxide particles at a pressure of two bars (30 psi) for about 14 s at a distance of 10 mm.<sup>9</sup>

Six Filtek<sup>®</sup> Z250 resin cubes were made with the same dimensions, using an incremental technique

períodos de 20 s de polimerización. A cada cubo se le hicieron dos pestañas de fijación en resina para el posicionamiento en el momento de los cortes. Todas las muestras fueron finalmente vaporizadas con la ayuda de la máquina vap 6<sup>a</sup>, de la casa Zhermack para retirar residuos finales<sup>13</sup> (tabla 1 y figura 1).

Tabla 1. *Materiales utilizados en este estudio*

Nombre	Casa fabricante	Composición
IPS e.max press™	Ivoclar Vivadent™, Principado de Liechtenstein	Disilicato de litio
Resina Filtek® Z250	3M-ESPE™, Seefeld, Alemania	Resina micro híbrida
Relix™ U 100™	3M-ESPE™, Seefeld, Alemania	Cemento resinoso auto adhesivo
Monobond-S™	Ivoclar Vivadent™, Principado de Liechtenstein	Solución alcohólica de metacrilato de silano
IPS Ceramic Etching Gel™	Ivoclar Vivadent™, Principado de Liechtenstein	Ácido fluorhídrico 4,6%
Ácido fluorhídrico	Eufar®, Bogotá, Colombia.	Ácido fluorhídrico al 9,6%

with polymerization periods of 20 s. Two fixing tabs were placed on each cube to secure them at the time of sectioning. Finally, all the samples were vaporized with a Zhermack VAP 6A machine in order to remove any remnants<sup>13</sup> (table 1 and figure 1).

Table 1. *Materials used in this study*

Name	Manufacturer	Composition
IPS e.max press™	Ivoclar Vivadent™, Principality of Liechtenstein	Lithium disilicate
Resin Filtek Z250®	3M-ESPE™, Seefeld, Germany	Micro hybrid resin
Relix™ U 100™	3M-ESPE™, Seefeld, Germany	Self-adhesive resin cement
Monobond-S™	Ivoclar Vivadent™, Principality of Liechtenstein	Alcoholic solution of methacrylate silane
IPS Ceramic Etching Gel™	Ivoclar Vivadent™, Principality of Liechtenstein	4.6% hydrofluoric acid
Hydrofluoric acid	Eufar®, Bogotá, Colombia	9.6% hydrofluoric acid

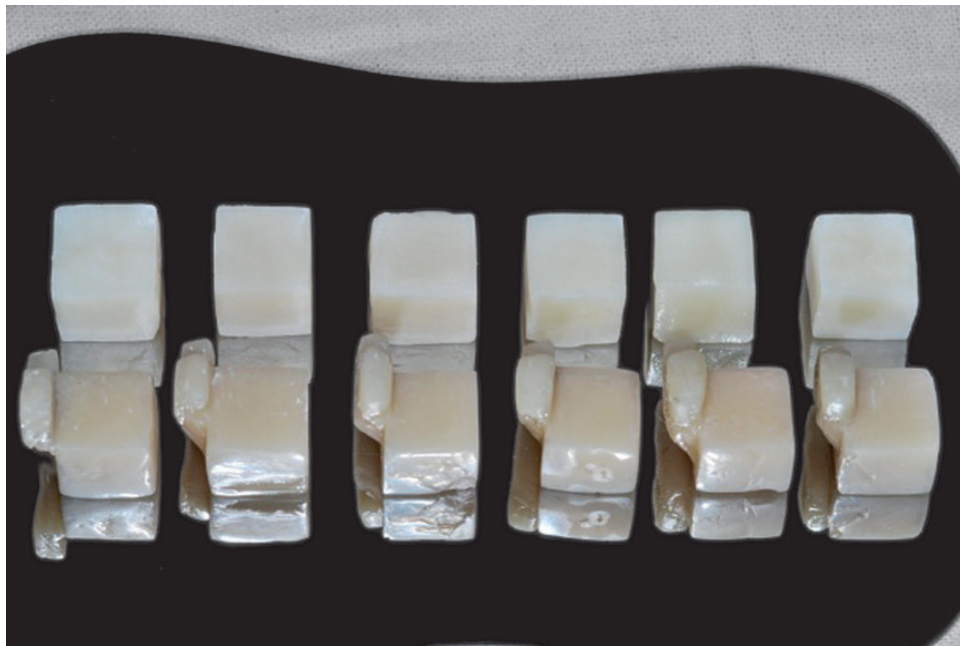


Figura 1. Cubos en disilicato de litio y en resina de 10 x 10 mm ( $\pm 0,2$  mm)

Figure 1. 10 x 10 mm ( $\pm 0,2$  mm) cubes on lithium disilicate and resin



Cada cubo de cerámica fue sometido a un tratamiento de superficie de acuerdo con la concentración de ácido fluorhídrico y con el tiempo de exposición, creando 6 grupos a evaluar: El grupo I (grupo control) utilizó ácido fluorhídrico IPS Ceramic Etching Gel al 4,6% durante 20 s (IPS-20). En los grupos II y III de investigación, se empleó la misma concentración del ácido, con unos tiempos de aplicación de 40 s (IPS-40) y de 60 s (IPS-60). En el grupo IV, V y VI, se aplicó ácido fluorhídrico Eufar® al 9,6% por 20 s (Eufar-20), 40 s (Eufar-40) y 60 s (Eufar-60), respectivamente (tabla 2).

Tabla 2. Grupos de estudio por tratamiento de superficie

Grupo	Tratamiento de superficie
Grupo I (control)	Grabado ácido con IPS Ceramic Etching Gel® al 4,6% por 20 s
Grupo II	Grabado ácido con IPS Ceramic Etching Gel® al 4,6% por 40 s
Grupo III	Grabado ácido con IPS Ceramic Etching Gel® al 4,6% por 60 s
Grupo IV	Grabado ácido con Ácido fluorhídrico Eufar® al 9,6% por 20 s
Grupo V	Grabado ácido con Ácido fluorhídrico Eufar® al 9,6% por 40 s
Grupo VI	Grabado ácido con Ácido fluorhídrico Eufar® al 9,6% por 60 s

Posterior al protocolo de grabado ácido, cada muestra fue lavada con abundante agua durante 30 s, se le aplicó Silano Monobond-S®, Ivoclar Vivadent® utilizando un pincel desechable, y se dejó secar al aire siguiendo las instrucciones del fabricante.

Los cubos de porcelana se cementaron a los cubos de resina utilizando cemento resinoso autoadhesivo (Relyx U100®, 3M-Espe), el cual es de uso rutinario en este tipo de restauraciones.<sup>14-16</sup> Este material fue preparado según las indicaciones del fabricante, y con la ayuda de una espátula plástica se llevó a la superficie de adhesión.<sup>17</sup> Se mantuvieron las muestras en posición utilizando presión digital y se polimerizaron con una fuente de luz de intensidad de luz de 1100 a 1250 mW/cm<sup>2</sup>. La manipulación y tiempo de polimerización fue de 40 s cada 90° en la interface de adhesión disilicato de litio-resina. La estandarización intraoperador e interoperador, se hizo para los procesos de elaboración y cementación de muestras.

Each ceramic cube was subjected to surface treatment with different hydrofluoric acid concentrations and exposure times, creating six groups to be assessed: In Group I (control group) we used IPS Ceramic Etching Gel 4.6% hydrofluoric acid during 20 s (IPS-20). In groups II and III we used the same concentration of acid, with application times of 40 s (IPS-40) and 60 s (IPS-60). In groups IV, V, and VI we used Eufar® 9.6% hydrofluoric acid for 20 s (Eufar-20), 40 s (Eufar-40) and 60 s (Eufar-60), respectively (table 2).

Table 2. Study groups per surface treatment

Group	Surface treatment
Group I (control)	Acid etching with 4.6% IPS Ceramic Etching Gel® for 20 s
Group II	Acid etching with 4.6% IPS Ceramic Etching Gel® for 40 s
Group III	Acid etching with 4.6% IPS Ceramic Etching Gel® for 60 s
Group IV	Acid etching with 9.6% Eufar® hydrofluoric acid for 20 s
Group V	Acid etching with 9.6% Eufar® hydrofluoric acid for 40 s
Group VI	Acid etching with 9.6% Eufar hydrofluoric acid® for 60 s

Following the acid etching protocol, each sample was washed with abundant water for 30 s, and applied Silano Monobond-S®, Ivoclar Vivadent® using a disposable brush; they were left to air dry according to the manufacturer's instructions.

The porcelain cubes were cemented to the resin cubes by means of a self-adhesive resinous cement (Relyx U100®, 3M-Espe), which is routinely used in this type of restorations.<sup>14-16</sup> This material was prepared according to the manufacturer's instructions and brought to the adhesive surface with a plastic spatula.<sup>17</sup> Samples were kept in position by means of digital pressure and polymerized with a source of light of 1100 to 1250 mW/cm<sup>2</sup> in intensity. The process of handling and curing lasted for 40 seconds every 90° at the lithium disilicate-resin interface. We also performed intra- and inter-operator standardization for the processes of sample formation and cementation.

Cada una de las muestras fue llevada a almacenamiento por 1 h al aire libre y 23 h en agua destilada a 37° C. Se hizo termociclaje de las muestras a 5,000 ciclos, con cambios de temperatura de 5 a 55° C, en un tiempo de 30 s y con un tiempo de transferencia de 2 s aproximadamente.

Los cubos resultantes se seccionaron de forma perpendicular al agente cementante, con un disco diamantado de 0,22 mm de espesor, con la Cortadora Buehler Isomet 1000 Precision, con una velocidad de corte de 250 RPM y un contrapeso de 200 g (figura 2), generando barras de 1 x 1 x 18 mm, ( $\pm 0,3$  mm). Cada una de las barras fue medida con un calibrador digital Mutitoyo para estandarizar las muestras y, posteriormente, determinar la fuerza por unidad de área necesaria para la falla en la prueba de adhesión. Los valores de adhesión se obtuvieron por medio de una prueba de microesfuerzo tensil, con las barras de 1 x 1 x 18 mm, con el objetivo de disminuir la probabilidad de encontrar un defecto en la interfase de adhesión y, por lo tanto, una reducción en su resistencia. Está demostrado que el área o interfase de adhesión modifica la resistencia tensil, a menor área, mayor confiabilidad en la prueba.<sup>18-21</sup>

Each sample was stored during 1 hour outdoors and 23 hours in distilled water at 37° C. Thermal cycling of samples was performed at 5,000 cycles, with temperature changes ranging from 5 to 55° C during 30 s and a transfer time of approximately 2 s.

The resulting cubes were sectioned perpendicularly to the cementing agent, with a 0.22 mm thick diamond disc, using a Buehler Isomet 1000 Precision cutting machine, at a cutting speed of 250 RPM and a counterweight of 200 g (figure 2), thus generating bars of 1 x 1 x 18 mm ( $\pm 0.3$  mm). Each bar was measured with a Mutitoyo digital gauge in order to standardize the sample and to determine the strength per unit of area required for failure during the adhesion test. Adhesion values were obtained by means of a micro tensile strength test, with 1 x 1 x 18 mm bars, in order to reduce the probability of defects at the adhesive interface and therefore a reduction in its strength. It has been shown that the adhesion interface modifies tensile resistance; the smaller the area, the greater the test reliability.<sup>18-21</sup>



Figura 2. Seccionado de una de las muestras en la cortadora Buehler Isomet 1000 Precision, posterior a su proceso de cementación

Figure 2. Sectioning of one sample in the Buehler Isomet 1000 Precision cutting machine, following its cementation process

Luego de hechos los cortes, en cada grupo se seleccionaron al azar 20 muestras de cada uno de ellos, quedando un total de 120 muestras para ser evaluadas (figura 3).

Once the sectioning phase was completed, 20 samples from each group were randomly selected for a total of 120 samples to be evaluated (figure 3).

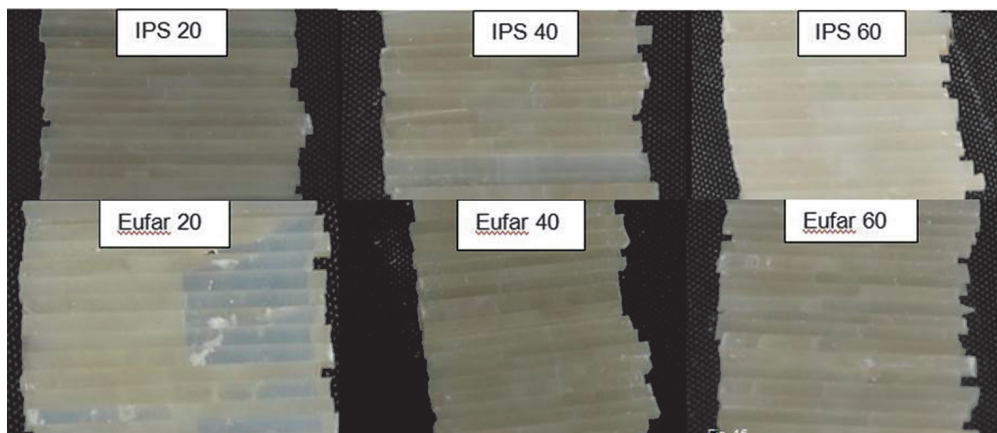


Figura 3. Muestras seccionadas y clasificadas en los grupos de investigación

Figure 3. Sectioned samples, sorted out into the research groups

La máquina universal de ensayos fue calibrada utilizando 20 muestras adicionales como prueba piloto. Las muestras fueron sometidas a carga en la máquina universal de ensayos Instron™, modelo 2519-105, con capacidad de 50 Newtons, donde se probó la fuerza adhesiva. Se usó una velocidad de carga de 10 mm/min y se registró la adhesión al disilicato de litio con fuerzas de tracción sobre el mismo eje axial de la barra, hasta lograr cualquier tipo de falla reportada en la curva de esfuerzo/deformación (figuras 4 y 5).

The universal testing machine was calibrated using 20 additional samples as a pilot test. The samples were subjected to a load in a 2519-105 Instron™ Universal Testing Machine, with a capacity of 50 Newtons, in order to test adhesive strength. A charge speed of 10 mm/min was used and adhesion to lithium disilicate was recorded until producing some kind of failure on the effort/strain curve (figures 4 and 5).

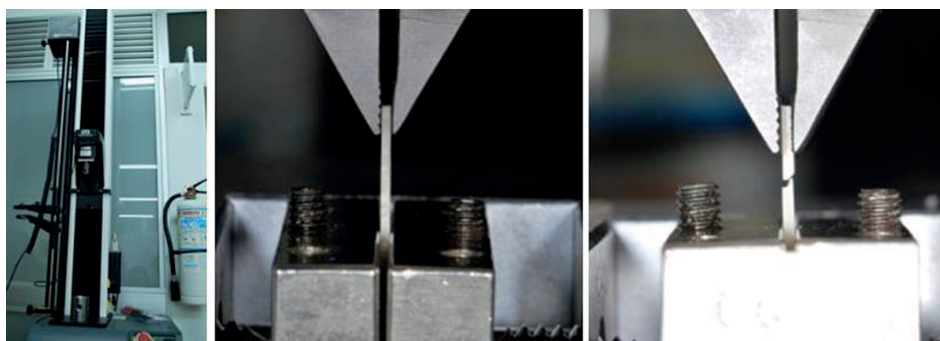


Figura 4. a. Vista panorámica de la maquina universal de ensayos Instron 2519-105. b. Muestra en posición antes de ser sometida a la prueba de tracción. c. Falla cohesiva en una de las muestras

Figure 4. a. Panoramic view of the 2519-105 Instron Universal Testing Machine. b. sample in position before being subjected to the traction test. c. Cohesive failure in one of the samples

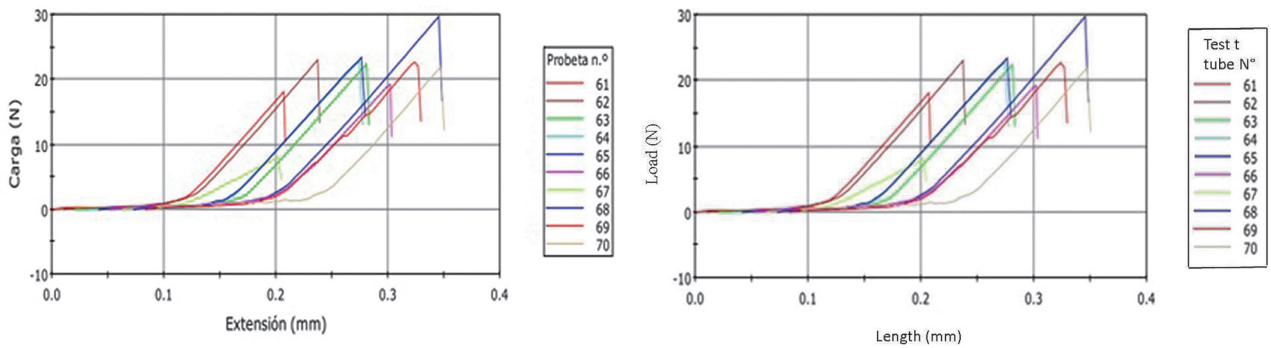


Figura 5. Curva de esfuerzo/deformación obtenida en las primeras diez muestras del grupo control (IPS 20). Obsérvese el comportamiento homogéneo en la fuerza de ruptura y en la deformación promedio.

Figure 5. Effort/strain curve obtained in the first ten samples of the control group (20 IPS). Note the homogeneous behavior in rupture strength and in average deformation.

La fuerza de ruptura fue medida en Newton, luego dividida por una sección transversal del área de cada muestra y luego expresada en Mega Pascales (MPa).<sup>11</sup> Donde la adhesión en MPa = P/A, donde P es la máxima fuerza (N) y A es el área de cada muestra (mm<sup>2</sup>).<sup>5</sup>

El análisis de los datos estadísticos se hizo con el programa SPSS versión 19. Los datos se expresaron en promedio con su respectiva desviación estándar (variables con distribución normal según la prueba de Kolmogorov-Smirnov). Se hicieron comparaciones aplicando un análisis de varianza ANOVA de una vía, y se consideró, en el caso de que al aplicar esta prueba, la P fuera > 0,05, se hiciera un análisis Post Hoc.

## RESULTADOS

Los valores de adhesión en cada grupo de investigación obtenidos a partir de la prueba de micro esfuerzo tensil hasta la falla, se presentan en la tabla 3 y en la figura 6.

Rupture strength was measured in Newtons, then divided by a transversal section of each sample's area, and finally expressed in Mega Pascals (MPa),<sup>11</sup> so that adhesion in MPa = P/A, where P is the maximum force (N) and A is the area of each sample (mm<sup>2</sup>).<sup>5</sup>

Statistical data analysis was made with version 19 of SPSS. Data were expressed in averages with their respective standard deviation (variables with normal distribution according to the Kolmogorov-Smirnov test). Comparisons were made by one-way ANOVA variance analysis, and it was decided that, if this test was ever applied obtaining P > 0.05, a Post Hoc analysis would be conducted.

## RESULTS

Each group's adhesion values were obtained by micro tensile strength test until failure; these values are shown in table 3 and figure 6.



Tabla 3. Promedio de la resistencia adhesiva del disilicato del litio

Grupo	N	Concentración y tiempo de aplicación del ácido fluorhídrico	Valores de adhesión en Mpa (SD)
1	20	IPS 20	26,69 (7,99)
2	20	IPS 40	23,93 (8,08)
3	20	IPS 60	20,90 (7,91)
4	20	Eufar 20	17,56 (6,61)
5	20	Eufar 40	16,30 (11,68)
6	20	Eufar 60	18,78 (10,22)

Table 3. Average of lithium disilicate adhesive strength

Group	N	Hydrofluoric acid concentration and application times	Adhesion values in MPa (SD)
1	20	IPS 20	26.69 (7.99)
2	20	IPS 40	23.93 (8.08)
3	20	IPS 60	20.90 (7.91)
4	20	Eufar 20	17.56 (6.61)
5	20	Eufar 40	16.30 (11.68)
6	20	Eufar 60	18.78 (10.22)

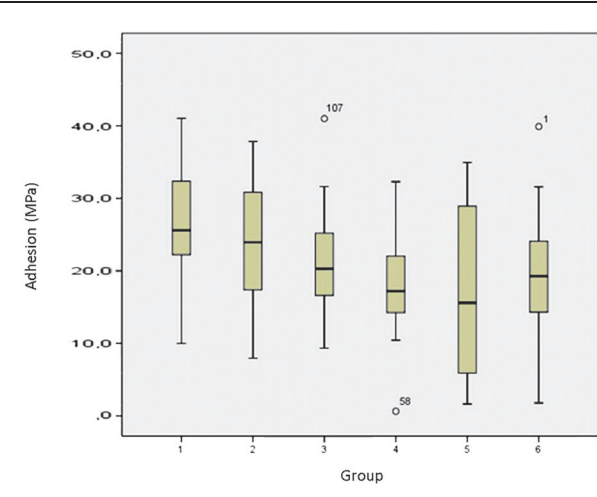
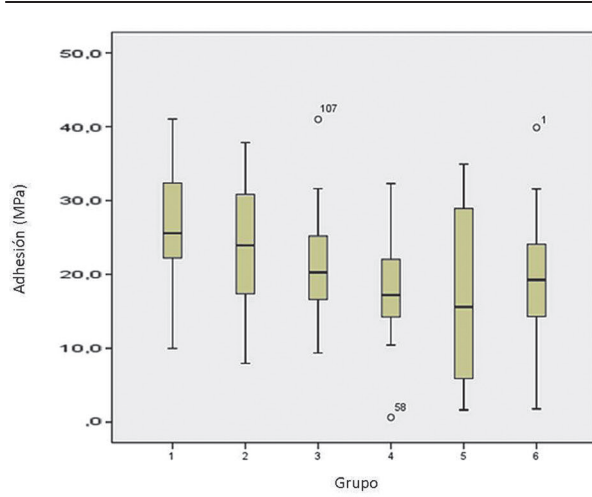


Figura 6. Promedios de adhesión en los grupos 1 al 6

Figure 6. Adhesion averages in groups 1 through 6

Obsérvese un mejor comportamiento en los tres primeros.

Note better performance in the first three.

Se encontró que los promedios de resistencia adhesiva y su desviación estándar fueron para el grupo control (IPS 20) de 26,69 ( $\pm$  7,99) Mpa. El grupo IPS 40 obtuvo un valor de 23,93 ( $\pm$  8,08) Mpa. El promedio de adhesión en el grupo IPS 60 fue de 20,9 ( $\pm$  7,91) Mpa. La resistencia adhesiva en los grupos Eufar 20, Eufar 40 y Eufar 60 fue de 17,56 ( $\pm$  6,61) Mpa, 16,30 ( $\pm$  11,68) Mpa y 18,78 ( $\pm$  10,22) Mpa respectivamente.

Adhesive strength averages and their standard deviation in the control group (IPS 20) turned out to be 26.69 ( $\pm$  7.99) MPa. The value in the IPS 40 group was 23.93 ( $\pm$  8.08) MPa. The average adhesion in the IPS 60 group was 20.9 ( $\pm$  7.91) MPa. Adhesive strength values in groups Eufar 20, Eufar 40, and Eufar 60 were 17.56 ( $\pm$  6.61) MPa, 16.30 ( $\pm$  11.68) MPa and 18.78 ( $\pm$  10.22) MPa respectively.

Al hacer el análisis de varianza Anova de una vía, se puede considerar que al menos uno de los grupos genera diferencias significativas con relación a la fuerza de adhesión del disilicato de litio, debido a que el valor de P obtenido (0,02) se encontró por debajo de 0,05. Debido a esto, se hizo un análisis Post Hoc para evaluar las diferencias que se presentan entre los grupos. Los resultados se especifican en la tabla 4.

Results of the one-way Anova variance test suggested that at least one of the groups presents significant differences regarding lithium disilicate adhesion strength, since P values were 0.02. As this value was below 0.05, a Post Hoc analysis was performed in order to analyze the differences among groups. The results are shown in table 4.

Tabla 4. Diferencia entre grupos con relación a la resistencia a la microtracción del disilicato de litio

Grupos	Diferencia de los promedios	P
1-2	2,77	0,882
1-3	5,79	0,218
1-4	<b>9,14</b>	<b>0,004</b>
1-5	<b>10,39</b>	<b>0,026</b>
1-6	7,92	0,094
2-3	3,02	0,836
2-4	6,37	0,094
2-5	7,63	0,184
2-6	5,15	0,499
3-4	3,34	0,697
3-5	4,60	0,691
3-6	2,12	0,976
4-5	1,26	0,998
4-6	-1,22	0,998
5-6	-2,48	0,979

P ≤ 0,05: diferencias significativas. Nótese diferencias significativas entre el grupo IPS 20 y los grupos Eufar 20 y Eufar 40 (1-4 y 1-5).

## DISCUSIÓN

Se han descrito diversos métodos para medir la fuerza de adhesión de las superficies cerámicas a bloques de resina de manera in-vitro. Estos incluyen las pruebas de resistencia a la tensión y a las fuerzas de cizallamiento. Para estas últimas, a pesar de ser las más utilizadas para este tipo de estudios, se cuestiona su confiabilidad porque no siempre representan los verdaderos esfuerzos que se generan en la interface de adhesión cerámica-resina.<sup>22, 23</sup> Della Bona y Van Noort<sup>23</sup> observaron que la fuerza de adhesión en la unión cerámica-resina, está dada por la resistencia cohesiva del material cerámico cuando es medida por fuerzas de cizallamiento; esto, debido a la gran concentración de esfuerzos en este material en el sitio de aplicación de la fuerza, lo cual genera una falla cohesiva a valores muy bajos de compresión. Por otro lado, las pruebas de resistencia a la tensión brindan datos más representativos de fuerza de adhesión en el área de unión, evidenciando un aumento de fallas adhesivas en las mediciones.

Table 4. Difference among groups regarding resistance to lithium disilicate micro-traction

Groups	Average difference	P
1-2	2.77	0.882
1-3	5.79	0.218
1-4	<b>9.14</b>	<b>0.004</b>
1-5	<b>10.39</b>	<b>0.026</b>
1-6	7.92	0.094
2-3	3.02	0.836
2-4	6.37	0.094
2-5	7.63	0.184
2-6	5.15	0.499
3-4	3.34	0.697
3-5	4.60	0.691
3-6	2.12	0.976
4-5	1.26	0.998
4-6	-1.22	0.998
5-6	-2.48	0.979

P ≤ 0.05: significant differences. Note significant differences between IPS 20 and groups Eufar 20 and Eufar 40 (1-4 and 1-5).

## DISCUSSION

Different in vitro methods to measure the bond strength of resin ceramic surfaces have been described, including tests of resistance to tension and shear forces. Concerning the latter, despite being the most commonly used for this type of study, their reliability is questioned because these tests do not always represent the real forces produced at the ceramic-resin interface.<sup>22, 23</sup> Della Bona and Van Noort<sup>23</sup> noted that adhesion strength of the ceramic-resin union is provided by the cohesive strength of the ceramics when measured by shear forces. This is due to high concentration of forces on this material at the site of force application, which produces a cohesive fault at very low compression values. On the other hand, tensile strength tests provide more representative data on adhesive strength at the union area, demonstrating an increase in adhesive failures when measuring.

Sano y colaboradores<sup>18</sup> desarrollaron la técnica de resistencia de adhesión a los microesfuerzos tensiles, con el ánimo de evaluar la fuerza de unión en pequeñas áreas adheridas. Los autores demostraron que, en la medida en que se usaran áreas de adhesión más pequeñas, las fuerzas de unión que se observaban en la resistencia a la tensión, aumentaban.

En nuestro estudio, el rango de los valores de adhesión que se obtuvo se encuentra en el rango reportado por la gran mayoría de autores en la literatura con esta técnica. Spohr en 2003,<sup>8</sup> Meyer en 2004<sup>9</sup> y Pollington en 2010,<sup>11</sup> utilizando la prueba de resistencia a los microesfuerzos tensiles, lograron valores similares de adhesión, usando diversos protocolos de acondicionamiento cerámico en disilicato de litio.

Los resultados de nuestra investigación sugieren que el acondicionamiento de superficie del disilicato de litio, con una concentración de ácido fluorhídrico al 4,6% durante 20 s, como grupo control, mostró el mejor comportamiento, con un promedio de 26,69 ( $\pm$  7,99) MPa de adhesión a un sustrato resinoso. Este valor presentó diferencias significativas con el grupo 4, con una discrepancia de 9,14 MPa y un valor de  $P \leq 0,05$  (0,004), al igual que con el grupo 5, con el cual presentó una diferencia de 10,39 MPa y  $P > 0,026$ . En los otros grupos, la concentración y el tiempo de aplicación del ácido fluorhídrico, no afectó significativamente la resistencia adhesiva en la prueba de micro esfuerzo tensil hecha en este estudio.

Existen numerosas técnicas que buscan mejorar los valores de resistencia adhesiva de la cerámica a su sustrato. Blatz y colaboradores,<sup>2</sup> en su revisión de literatura en 2003, reportan que el alto contenido de fase cristalina del disilicato de litio podría expresarse en mayores valores de adhesión que la leucita o la cerámica feldespática, independientemente del acondicionamiento de superficie a los cuales sean sometidos estos materiales. Esto podría explicar los resultados similares obtenidos en los grupos, sin diferencia significativa en la mayoría de ellos, independientemente del acondicionamiento de superficie hecho en este estudio.

Sano et al<sup>18</sup> developed the technique of micro-tensile bond strength, with the intention of assessing bond strength on small adhered areas. The authors showed that, if smaller adhesion areas are used, tensile strength bonding forces increase.

In our study, the obtained range of adhesion values coincides with the range reported by most authors using this technique. Spohr in 2003,<sup>8</sup> Meyer in 2004,<sup>9</sup> and Pollington in 2010,<sup>11</sup> by using the micro-tensile bond strength test, obtained similar adhesion values, using different protocols of preparation of lithium disilicate ceramics.

The results of our study suggest that treating lithium disilicate surfaces with 4.6% hydrofluoric acid during 20 s, as a control group, provided the best performance, with an average of 26.69 ( $\pm$  7.99) MPa of adhesion to a resinous substrate. This value presented significant differences compared to Group 4, with a discrepancy of 9.14 MPa and a value of  $P \leq 0.05$  (0.004), as well as with Group 5, which showed a difference of 10.39 MPa and  $P > 0.026$ . In the other groups, hydrofluoric acid concentration and time of application did not significantly affect adhesive strength during the micro-tensile bond strength test.

There are numerous techniques that seek to improve the values of ceramics' adhesive strength to its substrate. In their 2003 literature review, Blatz et al<sup>2</sup> reported that the high content of lithium disilicate crystalline phase may produce higher adhesion values than those of leucite or feldspathic ceramics, regardless of the surface treatment these materials are subjected to. This may explain the similar results obtained among the groups of this study, with no significant difference in most of them regardless of the surface treatment used.

Otros estudios, como los de Kiyani y colaboradores en 2007,<sup>7</sup> Gökçe y colaboradores en 2007<sup>10</sup> y Kim y colaboradores en 2005,<sup>12</sup> a pesar de utilizar técnicas convencionales de resistencia a la tensión, confirman el efecto que tiene la concentración y el tiempo de aplicación del ácido fluorhídrico en los valores de adhesión a un sustrato resinoso. En donde, a mayor concentración y tiempo de aplicación, hay una tendencia a disminuir los valores de adhesión en este tipo de materiales.

Nuestro estudio demostró que el grabado con ácido fluorhídrico al 4,6%, durante 20 s, obtiene los mejores resultados con relación a la fuerza adhesiva del disilicato de litio, seguido por la misma concentración, pero con un tiempo de aplicación de 40 y de 60 s. También se evidenció disminución en los valores de adhesión, cuando se aumentó la concentración y el tiempo de aplicación del agente grabador.

Los resultados obtenidos ofrecen pautas clínicas para considerar durante el proceso de cementación de las restauraciones en disilicato de litio. Los valores máximos de adhesión, confirman al grabado de la superficie en disilicato de litio con ácido fluorhídrico al 4,6% durante 20 s y la aplicación del silano, como la regla de oro en la adhesión de este tipo de restauraciones.

Se sugiere hacer futuros trabajos que correlacionen los valores de adhesión obtenidos por pruebas de microesfuerzo tensil del disilicato de litio adherido a un sustrato resinoso, y las características superficiales del material observados en un microscopio electrónico de barrido, para encontrar una mayor fundamentación del efecto que tiene la concentración y el tiempo de aplicación sobre los valores de adhesión en restauraciones hechas en disilicato de litio y cementadas con materiales resinosos.

## CONCLUSIONES

Con las limitaciones de este estudio, podemos concluir que:

Other studies, such as those of Kiyani et al in 2007,<sup>7</sup> Gökçe et al in 2007,<sup>10</sup> and Kim et al in 2005,<sup>12</sup> despite using conventional tensile strength techniques, confirm the effect of hydrofluoric acid concentration and time of application on the values of adhesion to a resinous substrate. So higher concentrations and application times result in a tendency to decreasing adhesion values on this type of materials.

Our study showed that etching with 4.6% hydrofluoric acid during 20 s provided the best results in terms of lithium disilicate adhesive strength, followed by the same concentration but with a time of application of 40 and 60 s. It also showed a decrease in adhesion values when increasing the etching agent's concentration and time of application.

These results provide clinical parameters to be considered during the process of cementation of lithium disilicate restorations. The maximum adhesion values confirm etching lithium disilicate surfaces with 4.6% hydrofluoric acid for 20 s and silane application as the golden rule in adhering this type of restorations.

We recommend to conduct further studies to correlate the obtained adhesion values by testing the tensile micro-strength of lithium disilicate adhered to a resinous substrate, as well as the material's surface characteristics observed in a scanning electron microscope, in order to provide greater foundations to the effect of concentration and time of application on the adhesion values in restorations made on lithium disilicate and cemented with resinous materials.

## CONCLUSIONS

Even with the limitations of this study, we can conclude that:



Los mayores promedios de fuerza adhesiva del disilicato de litio, unido a un sustrato resinoso, se obtuvieron en los grupos que fueron acondicionados con el ácido fluorhídrico al 4,6%, en comparación con los grabados al 9,6%.

Los valores promedios de resistencia adhesiva que se obtuvieron en nuestro estudio, pueden representar valores clínicamente aceptables para un buen desempeño clínico según estudios previos.

### CONFLICTO DE INTERES

Los autores declaran no tener conflictos de intereses.

### CORRESPONDENCIA

Carlos Caparoso P.  
Facultad de Odontología  
Universidad de Antioquia  
Medellín, Colombia  
Correo electrónico: ccaparoso@gmail.com

The highest lithium disilicate adhesive strength averages, coupled with a resinous substrate, were obtained in groups that were treated with 4.6% hydrofluoric acid, compared with those etched at a concentration of 9.6%.

The average adhesive strength values obtained in our study may represent clinically acceptable values for a good clinical performance, according to previous studies.

### CONFLICTS OF INTEREST

The authors declare having not conflicts of interest.

### CORRESPONDING AUTHOR

Carlos Caparoso P.  
Facultad de Odontología  
Universidad de Antioquia  
Medellín, Colombia  
Email address: ccaparoso@gmail.com

### REFERENCIAS / REFERENCES

1. Guess PC, Schultheis S, Bonfante EA, Coelho PG, Ferencz JL, Silva NR. All-ceramic systems: laboratory and clinical performance. *Dent Clin North Am* 2011; 55(2): 333-352.
2. Blatz MB, Sadan A, Kern M. Resin-ceramic bonding: a review of the literature. *J Prosthet Dent* 2003; 89(3): 268-274.
3. Manso AP, Silva NR, Bonfante EA, Pegoraro TA, Dias RA, Carvalho RM. Cements and adhesives for all-ceramic restorations. *Dent Clin North Am* 2011; 55(2): 311-332.
4. Valandro LF, Della Bona A, Bottino MA, Neisser MP. The effect of ceramic surface treatment on bonding to densely sintered alumina ceramic. *J Prosthet Dent* 2005; 93(3): 253-259.
5. Zortuk M, K Kilic, Gurbulak AG, Kesim B, Uctasli S. Tensile bond strength of a lithium-disilicate pressed glass ceramic to dentin of different surface treatments. *Dent Mater J* 2010; 29(4): 418-424.
6. Della Bona A, Anusavice KJ, Mecholsky JJ Jr. Failure analysis of resin composite bonded to ceramic. *Dent Mater* 2003; 19(8): 693-699.
7. Kiyani VH, Saraceni CH, Silveira BL, Aranha AC, Eduardo CP. The influence of internal surface treatments on tensile bond strength for two ceramic systems. *Oper Dent* 2007; 32(5): 457-465.
8. Spohr AM, Sobrinho LC, Consani S, Sinhoreti MA, Knowles JC. Influence of surface conditions and silane agent on the bond of resin to IPS Empress 2 ceramic. *Int J Prosthodont* 2003; 16(3): 277-282.
9. Meyer FA, Clovis CL. Effect of different ceramic surface treatments on resin microtensile bond strength. *J Prosthodont* 2004; 13(1): 28-35.
10. Gökçe B, Özpınar B, Dündar M, Çömlekoglu E, Sen BH, Güngör MA. Bond strengths of all-ceramics: acid vs laser etching. *Oper Dent* 2007; 32(2): 173-178.

11. Pollington S, Fabianelli A, Van Noort R. Microtensile bond strength of a resin cement to a novel fluorocanite glass-ceramic following different surface treatments. *Dent Mater* 2010; 26(9): 864-872.
12. Kim BK, Bae HE, Shim JS, Lee KW. The influence of ceramic surface treatments on the tensile bond strength of composite resin to all-ceramic coping materials. *J Prosthet Dent* 2005; 94(4): 357-362.
13. Brentel AS, Ozcan M, Valandro LF, Alarça LG, Amaral R, Bottino MA. Microtensile bond strength of a resin cement to feldspathic ceramic after different etching and silanization regimens in dry and aged conditions. *Dent Mater* 2007; 23(11): 1323-1331.
14. Hooshmand T, Van Noort R, Keshvad A. Bond durability of the resin-bonded and silane treated ceramic surface. *Dent Mater* 2002; 18(2): 179-188.
15. Matinlinna JP, Vallittu PK. Bonding of resin composites to etchable ceramic surfaces —an insight review of the chemical aspects on surface conditioning. *J Oral Rehab* 2007; 34(8): 622-630.
16. Aida M, Hayakawa T, Mizukawa K. Adhesion of composite to porcelain with various surface conditions. *J Prosthet Dent* 1995; 73(5): 464-470.
17. Kamada K, Yoshida K, Atsuta M. Effect of ceramic surface treatments on the bond of four resin luting agents to a ceramic material. *J Prosthet Dent* 1998; 79(5): 508-513.
18. Sano H, Shono T, Sonoda H, Takatsu T, Ciucchi B, Carvalho R et al. Relationship between surface area for adhesion and tensile bond strength —evaluation of a micro-tensile bond test. *Dent Mater* 1994; 10(4): 236-240.
19. Burrow MF, Thomas D, Swain MV, Tyas M J. Analysis of tensile bond strengths using Weibull statistics. *Biomaterials* 2004; 25(20): 5031-5035.
20. Pashley DH, Carvalho RM, Sano H, Nakajima M, Yoshiyama M, Shono Y et al. The microtensile bond test: a review. *J Adhes Dent* 1999; 1(4): 299-309.
21. Arias VG, Ambrosano GMB, Pimenta LAF. Determination of the sample and plot size for microtensile testing. *J Dent Res* 2006; 85: 8-18.
22. Van Noort R, Noroozi S, Howard IC, Cardew G. A critique of bond strength measurements. *J Dent* 1989; 17(2): 61-67.
23. 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.