

# Preheated silane effect in shear bond of ceramic lithium disilicate and cements

## Efecto del silano precalentado en la resistencia de unión de las cerámicas de disilicato de litio y cementos

Tatiana Sofía Nuñez-Sarmiento<sup>1</sup>, Mauricio Peña-Castillo<sup>2</sup>, Osnara María Mongruel-Gomes<sup>3</sup>, John Alexis Domínguez<sup>4</sup>

<sup>1</sup>Residente Posgrado Rehabilitación Oral, Universidad Hispano Guaraní, Paraguay. E-mail: tatij103@hotmail.com

<sup>2</sup>Director Posgrados, Universidad Hispano Guaraní, Paraguay. E-mail: mauricio@eduandes.com

<sup>3</sup>Directora de Posgrado en Odontología, Universidad Estatal de Ponta Grossa, Brasil. E-mail: osnaramgomes@uol.com.br

<sup>4</sup>Director de Investigaciones Universidad Hispano Guaraní, Doctorando Dentística Restauradora, Universidad Estatal de Ponta Grossa. E-mail: johnalexis.dominguez@gmail.com

Recibido: febrero de 2014. Aprobado: mayo de 2014

### Abstract

#### Introduction and objective:

The favorable values of bonding strength with the preheating of the silane in various types of ceramics, it is proposed, To evaluate the effects of heat silane on the bond strength to microshear two types of cements disilicato lithium ceramics.

#### Materials and methods:

They were made 48 discs of 16 mm diameter and 1 mm thick ceramic based lithium disilicate ( Ivoclar Vivadent, Ellwangen, Deutschland, Germany ) were randomized into 4 groups; GNS hydrofluoric acid 9.6% , GS hydrofluoric acid 9.6% + silane application , GSC , 9.6% hydrofluoric acid + silane + implementation of blow-drying , GSH 9.6% hydrofluoric acid + silane + drying application with oven, each group were made tygon two cement types each with ( n = 6 ) ( Relyx ARC and U200 ) . Data were analyzed with two-way ANOVA test with post test Bonferrini.

#### Results:

For the cement Relyx ARC were: 09.3 ± 3.46 - GNS ; GS- 12.4 ± 3.20; GSS- 13.5 ± 3.75 ; GSH- 12.9 ± 4.21; and cement U200 : GNS- 12.1 ± 4.89; GS- 12.1 ± 3.71; GSS- 14.4 ± 3.33; GSH- 22.6 ± 4.33.

#### Conclusion:

Preheating of the silane increases the values of bonding strength between cement and ceramic lithium disilicate.

#### Key words:

Silano, Microshear, Dental Ceramics.

Forma de citar: Nuñez-Sarmiento TS, Peña-Castillo M, Gomes OMM, Domínguez JA. Efecto del silano precalentado en la resistencia de unión de las cerámicas de disilicato de litio y cementos. Rev CES Odont. 2014; 27(1) pág 11-17

## Resumen

### Introducción y objetivo:

Debido a los valores favorables sobre la resistencia de unión con el precalentamiento del silano, en varios tipos de cerámicas, se propone evaluar los efectos del calentamiento del silano sobre la resistencia de unión al microcizallamiento de dos tipos de cementos en cerámicas de disilicato de litio.

### Materiales y métodos:

Fueron fabricados 48 discos de 16 mm de diámetro y 1 mm de espesor de cerámica a base de disilicato de litio (Ivoclar Vivadent, Ellwangen, Deutschland, Alemania) fueron asignados aleatoriamente en 4 grupos; GNS ácido fluorhídrico 9,6%, GS ácido fluorhídrico 9,6% + aplicación de silano, GSC, ácido fluorhídrico 9,6% + aplicación de silano + secado con secador, GSH ácido fluorhídrico 9,6% + aplicación de silano + secado con horno. En cada grupo (n=6) se evaluaron los dos tipos de cementos Relix ARC y Relix U2000. Los datos fueron analizados con prueba de ANOVA de dos vías con prueba Bonferrini.

### Resultados:

La resistencia de unión a las fuerzas de microcizallamiento en MPA para el cemento Relyx U200 fueron: GNS-  $9,3 \pm 3,46$ ; GS-  $12,4 \pm 3,20$ ; GSS-  $13,5 \pm 3,75$ ; GSH-  $12,9 \pm 4,21$ ; y para el cemento Relix ARC: GNS-  $12,1 \pm 4,89$ ; GS-  $12,1 \pm 3,71$ ; GSS-  $14,4 \pm 3,33$ ; GSH-  $22,6 \pm 4,33$ .

### Conclusión:

El pre-calentamiento del silano aumenta los valores de resistencia de unión entre ambos cementos y cerámica de disilicato de litio.

### Palabras clave:

Silano, Microcizallamiento, Cerámicas dentales.

## Introducción

Las cerámicas han aumentado la frecuencia de uso debido a su alta resistencia a la abrasión, compresión, estabilidad, estética, translucidez y fluorescencia.(1)

Existen varios tipos de cerámicas como: feldespáticas, IPS Empress (leucita) que deben su resistencia a una dispersión de microcristales de leucita, repartidos de forma uniforme en la matriz vítrea. IPS Empress II (Ivoclar Vivadent, Ellwangen, Deutschland, Alemania) está reforzada solamente con cristales de disilicato de litio; debido a esto presenta mayor homogeneidad de la fase

cristalina,(2-4) y posee una gran adaptación marginal, estabilidad en el color, biocompatibilidad y estética,(5) esto puede ser atribuido a la eliminación de agua, alcohol o ácido acético en la porcelana silanizada.(6)

El silano tiene la capacidad de mejorar la humectabilidad superficial provocando un mejor contacto e infiltración del cemento a las irregularidades causadas por el grabado ácido.(7,8) Los agentes de acoplamiento del silano fomentan la adhesión de la fase inorgánica de la cerámica y la fase orgánica de los agentes cementantes

por medio de la unión siloxano donde los grupos reactivos se adhieren químicamente a las moléculas encontradas en el adhesivo.(9-11)

Cuando el silano es aplicado a la superficie cerámica se forman tres capas estructurales en el agente de acoplamiento. Las capas externas están compuestas de oligómeros que son absorbidos hacia el vidrio de tal forma que puedan ser lavados por solventes orgánicos o agua. Las capas intermedias están compuestas de uniones de siloxano que conectan los oligómeros y son hidrolizables con agua caliente. Las capas más profundas forman una red tridimensional la cual es hidrolíticamente estable. Solamente esta última capa mejora la adhesión. El tratamiento con calor consolida estas capas conformándose en una monocapa, dando como resultado la eliminación del alcohol, agua y otros subproductos, mejorando la adhesión química a la cerámica, así como dentro del compuesto del silano. Además ayuda a complementar la reacción de condensación entre el sílice y el silano aumentando la formación de una unión covalente en la interfase silano- cerámica. (12-14)

Corraza y colaboradores (2013) (15) pre calentaron el silano bajo horno en 77°C en cerámicas tipo felsdespato, aumentando los valores de resistencia de unión a la microtracción. Sakai y colaboradores (2011)(16), encontraron mejoras en los valores de resistencia de unión precalentando el silano a 100°C en cerámica reforzada en leucita.

Debido a los valores favorables la resistencia de unión con el precalentamiento del silano en varios tipos de cerámicas, se propone evaluar los efectos del calentamiento del silano sobre la resistencia de unión al microcizallamiento de dos tipos de cementos en cerámicas de disilicato de litio.

## Materiales y métodos

Fue realizado un estudio Experimental In Vitro, con una muestra por conveniencia, los bloques de cerámica fueron divididos por medio de una

distribución aleatoria simple con el programa Bioestat 5.3.

### Preparación de la superficie cerámica

Fueron fabricados 48 discos de 16 mm de diámetro y 1 mm de espesor de cerámica a base de disilicato de litio® (Ivoclar Vivadent, Ellwangen, Deutschland, Alemania) usando la técnica de la cera perdida y por medio de inyección con presión de los lingotes de cerámica en un horno Empress 500® (Ivoclar Vivadent Ellwangen, Deutschland, Alemania). Los ciclos de cocción siguieron las recomendaciones del fabricante.

Los discos cerámicos fueron asignados aleatoriamente en 4 grupos los cuales se describen:

#### *Cemento Relix U200*

**Grupo No Silano (GNS):** 6 Discos fueron grabados con 9,6% de ácido fluorhídrico (Laboratorio Eufar, Bogota, Cundinamarca-Colombia) durante 20 segundos, lavado con spray de agua por un minuto, secado por 15 segundos, aplicación de ácido fosfórico al 37% (Dentsply Catanduva, Sao Paulo-Brasil) por un minuto, lavado con spray de agua por 1 minuto, seco por 15 segundos; luego se aplicó el cemento adhesivo (Relix U 2000 o Relix ARC) y se realizó procedimiento de colocación de Tygon.

**Grupo Silano (GS):** Se realizó el mismo procedimiento que el (GNS) hasta la aplicación de ácido fosfórico, después, se aplicó silano por un minuto Prosil (FGM, Joinville, Sanata Catarina-Brasil) se dejó secar a temperatura ambiente por 2 minutos; luego se aplicó el cemento adhesivo (Relix U 2000 o Relix ARC) y se realizó procedimiento de colocación de Tygon.

**Secador (GSS):** Se realizó el mismo procedimiento que el (GS) secando el silano con un secador de cabello (Secador Mini Proline 1000w Ultron Sibel) 60°C; luego se aplicó el cemento adhesivo (Relix U 2000 o Relix ARC) y se realizó procedimiento de colocación de Tygon.

Silano Secado con Horno (GSH): Se realizó el mismo procedimiento que el (GS) y secado durante un minuto, con un horno caliente a 100° Programat EP 5000 (Ivoclar Vivadent Ellwangen, Deutschland-Alemania); luego se aplicó el cemento adhesivo (Relix U 2000 o Relix ARC) y se llevó a procedimiento de colocación de Tygon (Figura 1).

### Procedimiento de colocación de tygon

El tygon presentaba 0,6 mm de diámetro fue cortado con una hoja de bisturí número 11 (Surgical Blades, Ningbo, Zhejiang, China), a 1

mm de altura se colocó sobre una loseta de vidrio y se observó que estaba liso, posteriormente se llevó el cemento de resina, al tygon, el cual fue colocado sobre la superficie cerámica (Figura 1) . Este fue fotocurado durante 40 segundos con una lámpara Led's Bluephase G2 de Ivoclar Vivadent® (Ellwangen, Deutschland, Alemania) (Tabla 1). Fue retirado el tygon, quedando un cilindro de resina cementante adherido al disco (Figura 2). Los especímenes fueron sumergidos en agua destilada a 37° C durante 24 horas antes de someter al procedimiento de microcizallamiento.



**Figura 1.** Tygon sobre disco. Cementante



**Figura 2.** Resina Cementante

**Tabla 1.** Materiales usados en la preparación de la superficie cerámica

Material	Empresa	Composición	Lote
Relix ARC	3M ESPE	Bisfenol-A-diglicidiléter dimetacrilato (BisGMA) y Polímero trietilen glicol dimetacrilato (TEDGMA). La Pasta A: contiene las aminas y el sistema fotoiniciador. La Pasta B: contiene la porción de peróxido de la química de auto polimerización	N369465
Relix U200	3M ESPE	Pasta Base: Monómeros metacrilato conteniendo grupos de ácido fosfórico, rellenos silanizados, estabilizadores, componente iniciador, aditivos reológicos. Pasta Catalizador: Monómeros metacrilato, relleno alcalinizado, componente iniciador, estabilizadores, pigmentos, aditivos.	J764590
Silano	FGM	Solucion Etanólica de 3-Metacriloxipropiltrimetoxisilanol	150212
Lampara	Bluephase G2	No aplica	457869

## Microcizamiento

Se lleva el cuerpo de prueba a la máquina de ensayo universal (Kratos Modelo K 500 S Cotia, Sao Paulo-Brasil) de la Universidad Estatal de Ponta Grossa, se colocó el cincel lo más próximo a la interface adhesiva y se aplicó para cada espécimen una carga a una velocidad de 0,5 mm/ min hasta llegar a la falla o fracaso, la cual se midió en MPa (Mega pascals)

## Análisis estadístico

Se organizaron los resultados en software estadístico Bioestat 5.3, realizó test de normalidad D

Agostino, las medias de los diferentes tratamientos realizados en la cerámica con los dos cementos fueron analizadas con la prueba de ANOVA dos vías y con la prueba complementaria de análisis de rangos múltiples con la prueba de Bonferroni. Siempre se asumió un nivel de significancia de 0.05

## Resultados

Los datos de Media y desviación estándar en MPa de resistencia de unión al microcizamiento están expresados en la (Tabla 2.)

**Tabla 2.** Media  $\pm$  Desviación estándar de Microcizamiento en Mpa, de los cementos y diferentes tratamientos

	No silano	Silano	Silano + secador	Silano + 100 °C
RELIX U200	9,3 $\pm$ 3,46A	12,4 $\pm$ 3,20B	13,5 $\pm$ 3,75B	12,9 $\pm$ 4,21B
RELIX ARC	12,1 $\pm$ 4,89B	12,1 $\pm$ 3,71B	14.4 $\pm$ 3,33B	22,6 $\pm$ 4,33C

Letras mayúsculas diferentes, denotan diferencias significativas en cada grupo para cada tipo de cemento

Letras minúsculas diferentes, denotan diferencias significativas en cada tratamiento del silano entre los cementos

En el cemento Relix U200 la aplicación de silano aumenta significativamente ( $p < 0,05$ ) los valores de resistencia de unión, el calor no obtuvo diferencias significativas, pero aumentaron levemente.

En el cemento Relix ARC, no se vio diferencia significativa aplicación de silano o no, pero aumento significativamente ( $p < 0,05$ ) con aplicación de calor, y mayor cuando el calor generado por horno ( $p < 0,05$ ) fue de 100°C.

De todos los tratamientos con silano el calor con horno ocasiono el valor máximo de resistencia de unión al microcizamiento ( $p < 0,005$ )

## Discusión

La aplicación combinada de ácido fluorhídrico y silano mejora la resistencia de la unión entre el

marco de cerámica IPS Empress 2 y el agente de resina,(17) este resultado se puede evidenciar en este estudio encontrando valores de resistencia de unión más bajos cuando se utilizó solo el ácido fluorídrico.

Un monómero de silano tiene un grupo funcional y un doble enlace  $C = C$  polimerizable que son capaces de unirse dióxido de silicio ( $SiO_2$ ) y metacrilatos, cuando el grupo funcional del silano se hidroliza con moléculas de agua, el monómero de silano hidrolizado reacciona con los grupos hidroxilo de la superficie de cerámica, formando enlaces covalentes o de hidrógeno.(18) El tratamiento térmico evapora el exceso de agua, promoviendo así la condensación de monómeros de silano sobre una superficie de cerámica, esto acelera la interacción química entre los monómeros de silano y la superficie de cerámica,(19,20) lo que provoca un aumento en los valores de resistencia de unión en el presente estudio.

Stokes y Colaboradores,(21) Plueddeman (22) reportaron que el tratamiento con calor elimina agua, alcohol y otros subproductos y ayuda a complementar la reacción de condensación silano – sílice fomentando la formación de una adhesión covalente, el tratamiento térmico reportado en la literatura va desde 50°C,(23) 60°C, y 100°C,(24) reconociendo que a mayor temperatura el silano presenta mayor humectabilidad, unión entre sus capas y difusión en la matriz cerámica.

También es importante reconocer que no existe mucha bibliografía sobre el pre tratamiento térmico del silano, y la gran mayoría de las evaluaciones de resistencia de unión, se realiza por medio de teste de microtracción (Microtensile) lo que ocasiona la interacción de dos interfaces adhesivas (Diente-Cemento y Cemento Cerámica), ocasionando un posible sesgo, con microcizallamiento, estamos

evaluando bajo una área de adhesión menor, y la resistencia al estrés generado solo en una interface adhesiva (Cemento-Cerámica).

### Conclusiones

Teniendo en cuenta las limitaciones del estudio se concluye:

- La utilización del silano en el proceso de cementación es indispensable para obtener valores aceptables de resistencia de unión.
- La realización de calentamiento al silano mejora los valores de resistencia de unión en cerámicas de disilicato de litio.
- La realización de calentamiento del silano con horno caliente a 100° presenta un aumento de los valores de resistencia de unión con cemento convencionales.

### Referencias

1. Gomes EA, Assunção WG, Rocha EP, Santos PH. Ceramic in dentistry: current situation. *Cerâmica* 2008; 54: 319-325.
2. Van Dijken JW. All-ceramic restorations: classification and clinical evaluation. *Comp Cont Educ Dent* 1990; 20:1115-1136.
3. Severance G. Presentación de una nueva cerámica vítrea de disilicato de litio: IPS Empress 2. *Signature Int* 1999;4:1-3.
4. Sorensen J'A, Cruz M, Mito WT. Resultados de la investigación de un sistema restaurador de disilicato de litio: IPS Empress 2. *Signature Int* 1999; 4: 4-10.
5. Nikzad S, a. Azari A, Dehgan S. Ceramic (Feldspathic & IPS Empress II) vs. Laboratory composite (Gradia) veneers; a comparison between their shear bond strength to enamel; an in vitro study. *J Oral rehabil* 2010 37;(7): 569-574.
6. Hooshmand T, Van Noort R, Keshvad A. Bond durability of resin-bonded and silane treated ceramic surface. *Dent Mater* 2002; 18: 179-188.
7. Rosen MR. From treating solution to filler surface and beyond. *J Coatings Technol* 1978; 50:70-82.
8. Roulet JF, Soderholm KJ, Longmate J. Effects of treatment and storage conditions on ceramic/ composite bond strength. *Journal of Dental Research* 1995; 74: 381-387.

9. Matinlinna JP, Vallittu PK. Bonding of resin composites to etchable ceramics surface: An insight review of the chemical aspects on surface conditioning. *J Oral Rehabil* 2007; 34: 622-630.
10. Versluis A, Tantbirojn D, Douglas WH. Why do shear bond tests pull out dentin *J Dent Res* 1997; 76: 1298-1307.
11. Spohr AM, Sobrinho LC, Consani S, et al: Influence of surface conditions and silane agent on the bond of resin to IPS Empress 2 ceramic. *Int J Prosthodont* 2003; 16:277-282.
12. Ishida H. Structural gradient in the silane coupling agent layers and its influence on the mechanical and physical properties of composites. In: Ishida H, Kumar G, editors. *Molecular characterization of composite interfaces*. New York: Plenum Press, 1985. P. 25-50.
13. Ishida H, Koenig JL. A Fourier- transform infrared spectroscopic study of the hydrolytic stability of silane coupling agents on E-glass fibers. *J Polymer Sci, Polymer Physics* 1980; 18:1931-43.
14. Schrader ME, Lerner I, D' Oria FG. Radioisotope study of coupling agents in reinforced plastics. *Modern PLastics* 1967; 45:195-282.
15. Corazza PH, Cavalcanti SC, Queiroz JR, Bottino MA, Valandro LF. Effect of post-silanization heat treatments of silanized feldspathic ceramic on adhesion to resin cement. *J Adhes Dent*. 2013 ;15(5):473-9.
16. Sakai M, Taira Y, Sawase T. Silane primers rather than heat treatment contribute to adhesive bonding between tri-n-butylborane resin and a machinable leucite-reinforced ceramic. *Dent Mater J*. 2011 25. [Epub ahead of print].
17. 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):277-82.
18. Matsumura H, Kawahara M, Tanaka T, Atsuta M. A new porcelain repair system with a silane coupler, ferric chloride, and adhesive opaque resin. *J Dent Res* 1989; 68: 813-818.
19. Barghi N, Berry T, Chung K. Effects of timing and heat treatment of silanated porcelain on the bond strength. *J Oral Rehabil* 2000; 27: 407-412.
20. Roulet JF, Söderholm KJM, Longmate J. Effects of treatment and storage conditions on ceramic/composite bond strength. *J Dent Res* 1995; 74: 381-387.
21. Stokes AN, Hood JA: Thermocycling, silane priming and resin/ porcelain interfaces – an electrical leakage study. *Dent Mater* 1989;5: 369-370.
22. Plueddemann EP. *Silane coupling agents*. New York: Plenum Press, 1991:3-6.
23. Hooshmand T, van Noort R, Keshvad A. Bond durability of the resin-bonded and silane treated ceramic surface. *Dent Mater* 2002;18:179-188.
24. Barghi N, Berry T, Chung K. Effects of timing and heat treatment of silanated porcelain on the bond strength. *J Oral Rehabil* 2000;27: 407-412.