Universidad de Granada Facultad de Odontología Departamento de Estomatología Programa de Doctorado en Medicina Clínica y Salud Pública UNIVERSIDAD DE GRANADA



#### INFLUENCIA DEL SELLADO DENTINARIO INMEDIATO SOBRE LA ADHESIÓN A DENTINA DE RESTAURACIONES CAD-CAM Y DEL GRADO DE CONVERSIÓN DE ADHESIVOS UNIVERSALES.

#### HASSAN FAEZ ABDULLAH GAILANI

Bajo la supervisión y dirección de:

SANTIAGO GONZÁLEZ LÓPEZ

Editor: Universidad de Granada. Tesis Doctorales Autor: Hassan Faez Abdullah Gailani ISBN: 978-84-1117-675-0 URI: <u>https://hdl.handle.net/10481/79998</u>

#### Agradecimientos

Me gustaría dedicar este trabajo, en primer lugar y por encima de todo, mostrando mi agradecimiento infinito a Dios, siempre magnífico, siempre agradecido, por su ayuda y sus bendiciones. Estoy totalmente seguro de que, sin Él como guía, este trabajo no podría haberse convertido en una realidad.

Me gustaría mostrar mi profunda gratitud a nuestra universidad, a la Universidad de Granada, por la oportunidad concedida para llevar a cabo este trabajo.

También estoy muy agradecido a aquellas personas que me han acompañado desde el inicio hasta el final de esta investigación. En particular, a mi supervisor, el *Dr. Santiago González López,* quien siempre ha mostrado su generosidad durante todas las etapas de esta investigación y a quien también me gustaría agradecerle su ayuda y su preciado tiempo.

Estoy inménsamente agradecido a *Dra. Cristina Benavides Reyes y Dra. María Victoria Bolaños Carmona* por la gran ayuda desinteresada que me han prestado.

También me gustaría mostrar mi agradecimiento al *Dr. Jose Antonio Gil Montoya*, por su apoyo incondicional.

A mi madre, quien siempre ha sido y es un ejemplo de paciencia. Desde la infancia, siempre has sido un apoyo en cualquier aspecto de mi vida. También a mi padre, a quien le estoy profundamente agradecido por sus sabias enseñanzas y su experiencia en el ámbito de la odontología, el *Dr. Faez Abdullah AL-Gaylanie*.

A mi querido hermano y a mis queridas hermanas. Ellos siempre están a mi lado cuando llega el desaliento.

A mi querida novia *Diana Hasan*, por permanecer siempre a mi lado durante todo el largo camino.

También me gustaría aprovechar la oportunidad para compartir un cálido agradecimiento a mis amigos *Cristian Sánchez Vaca y María José Gerez Muñoz, Gamal Salah Amar, Carolina Cecilia Cifuentes Jiménez, Yudi Gómez Villaescusa, Juan Sebastian Zuluaga Morales y Elena Mata López* por todo su apoyo durante el desarrollo de mi tesis.



Santiago González López Profesor Titular del Departamento de Estomatología de la Facultad de Odontología de la Universidad de Granada

CERTIFICA:

Que HASSAN FAEZ ABDULLAH GAILANI ha realizado el trabajo titulado "Influencia del sellado dentinario inmediato sobre la adhesión a dentina de restauraciones CAD-CAM y del grado de conversión de adhesivos universales." en el seno del Departamento de Estomatología. Dicho trabajo se encuentra terminado y reúne los requisitos precisos para que sea admitido a lectura y

defensa como Tesis Doctoral en esta Universidad.

Y para que conste y surta los efectos oportunes, firmo el presente en Granada a 6 de junio del 2022.



Firmado digitalmente por GONZALEZ LOPEZ SANTIAGO -24140456R Nombre de reconocimiento  $(DN) \cdot c = FS$ serialNumber=IDCES-2414045 6R, givenName=SANTIAGO, cn=GONZALEZ LOPEZ SANTIAGO - 24140456R Fecha: 2022.06.02 09:27:12 +02'00'

Prof. Dr. Santiago González López

Facultad de Odontología | Colegio Máximo, s/n, Campus de Cartuja. 18071, Granada. Teléfono +34 958 240912 | odonto@ugr.es | odontologia.ugr.es

Pág. 1 de 1

# ÍNDICE

Lista de Abreviaturas	V
Resumen	VI
Introducción	VII
Metodología	/III
Resultados	IX
Conclusiones	Х
Capítulo 1: Introducción	31
1.1. Fuerza de adhesión de las restauraciones indirectas utilizando el sellado dentinario inmediato (IDS)	32
1.2. Hechos prácticos y clínicos que apoyan el IDS	33
1.2.1. Identificación de la dentina	34
1.2.2. Profundidad de la preparación	35
1.2.3 Técnica adhesiva	35
1.2.4. Interacción con el material de impresión	38
1.2.5. Tipo de restauraciones provisionales	39
1.2.6. Métodos de acondicionamiento de la superficie	40
1.3. Protocolo IDS	41
1.4.Resistencia de la adhesión a la microtracción (µTBS)	50
1.4.1. Investigación in vitro/in vivo	51
1.4.2. Inspección del ensayo µTBS	51
1.5. Grado de conversión (%DC)	54
1.5.1. Determinar el grado de conversión	56
Capítulo 2: Justificación, hipótesis y objetivos	63
2.1. Justificación	65
2.2. Hipótesis	67
2.3. Objetivos	68

,					
т		- 1			
н	n	$\alpha$	1	$^{\circ}$	ρ
		u		v	C
_		_	_	_	_

Capítulo 3: Materiales y Métodos	71	
3.1. Preparación de las muestras	73	
3.2. Material	73	
3.3. Resistencia de la adhesión a la microtensión	77	
3.3.1. Análisis de fallos	83	
3.4. Grado de conversión (%DC)		
3.4.1. Análisis espectral	84	
3.5. Análisis estadístico	87	
3.5.1. Resistencia de la adhesión a la microtensión (µTBS)		
3.5.2. Grado de conversión %DC		
Capítulo 4: Resultados	89	
4.1. Resistencia de la adhesión a la microtensión (µTBS)		
4.2. Grado de conversión %DC	116	
Capítulo 5: Discusión	125	
5.1. Resistencia de la adhesión a la microtensión (µTBS)	127	
5.2. Grado de conversión %DC	132	
Capítulo 6: Conclusión	139	
Referencias	143	
Producción Científica	165	

## LISTA DE ABREVIATURAS

- (CAD/CAM) Computer-Aided Design / Computer-Aided Manufacturing.
- (IDS) Immediate dentin sealing.
- (DDS) Delay dentin sealing.
- (A-C) Adhesive/resin-cement.
- ( $\mu$ TBS) Micro-tensile bond strength.
- (DC) Fracture between Dentin/cement.
- (LC) Fracture between Lava Ultimate/cement.
- (H) Hybrid Fracture.
- (D) Dentin Failure.
- (OIL) Oxygen Inhibition Layer.
- (SPP) Simulated Pulp Pressure.
- (IPP) Intra-Pulpal Pressure.
- (PT) Pretesting Failure.
- (%DC) Degree of Conversion.
- (UAds) Universal Adhesives.
- (DBAs) Dentin Bonding Adhesives.

- (DSC) Differential Scanning Calorimetry.
- (DTA) Differential Thermal Analysis.
- (MRS) Micro-Raman Spectroscopy
- (FTIR) Fourier Transformed Infrared Spectroscopy
- (ATR) Attenuated total reflectance
- (EPR) Electronic Paramagnetic Resonance
- (NMR) Nuclear Magnetic Resonance
- (OpFL/Max-E) OptibondFL/Maxcem Elite
- (OpU/Max-E) OptiBond Universal/Maxcem Elite
- (PBA/CaliC) Prime and Bond ActiveUniversal/Calibra Ceram Cemento
- (SBU/Rel-U) Scotchbond universal/Relyx Ultimate Cemento
- (ABU/Duo) All bond Universal/ Duo-Link Universal
- (AU/VL) Adhese Universal/Variolink
- (OC7U/SolC) OneCoat7 Universal/Solocem Cemento
- (FBU/RebC) Futurebond Universal/ Rebilda DC Cemento
- (UPD/Duo) Universal Primer Dual Cured/ Duo-Link Universal

## RESUMEN

#### Introducción:

Las restauraciones estéticas indirectas son cada vez más populares, especialmente para cavidades amplias, debido a que ofrecen diversas ventajas sobre las técnicas directas, como la mejora de la forma anatómica, el contorno, la estética y la resistencia a la fractura (Hironaka *et al* 2018). Tradicionalmente, para la cementación adhesiva de este tipo de restauraciones, se realiza el sellado dentinario retardado (DDS), donde el adhesivo dentinario se aplica después de la fase de provisionalización y justo antes de la cementación adhesiva (Qanungo *et al* 2016). El enfoque del sellado dentinario inmediato (IDS) fue propuesto por Magne *et al* debido a que la dentina recién cortada es el sustrato ideal para la adhesión porque aumenta la fuerza adhesiva a la dentina de las restauraciones estéticas indirectas (Magne *et al* 2005).

La correcta manipulación de los tejidos dentales entre la preparación, la provisionalización y la cementación adhesiva de la restauración final son pasos importantes para el éxito final de la restauración indirecta estética. Cuando se polimeriza un composite o un adhesivo dental, se forma una fina capa superficial blanda y pegajosa no polimerizada denominada capa inhibida de oxígeno (OIL), con un grosor de hasta  $40\mu$  (Koga *et al* 2011; Sinjari *et al* 2019; Suh, 2004). La OIL produce una baja tasa de conversión de la resina y puede reaccionar con el material de impresión dando lugar a un material de impresión no endurecido. Además, la mayoría de los materiales de restauración provisional pueden adherirse a la IDS complicando la retirada de las restauraciones provisionales (Koga *et al* 2011; Qanungo *et al* 2016).

En los materiales a base de resina, el grado de conversión (%DC) representa el porcentaje de dobles enlaces de carbono que se convierten en enlaces simples durante la polimerización. El %DC está significativamente correlacionado con varias características importantes del material, como las propiedades mecánicas, la contracción volumétrica, la resistencia al desgaste y la elución de monómeros (Leprince *et al* 2013). La conversión de la matriz polimérica durante la fotopolimerización nunca llega a ser del 100 %, el rango en la mayoría de los materiales oscila entre 52 y 77 % (Asmussen, 1982; Ruyter & Øysaed, 1987).

El %DC de los adhesivos dentinarios se utiliza para predecir su rendimiento clínico. Un %DC más alto del adhesivo puede conducir a una transferencia de carga más deseable a través de la interfase adhesiva con el tiempo, además de una mayor durabilidad de la unión resina-dentina (Oguri *et al* 2012; Takahashi *et al* 2002). Por otro lado, unas bajas propiedades mecánicas y un aumento de la permeabilidad de los adhesivos pueden

predecirse con un %DC bajo (Milena Cadenaro *et al* 2005; J. L. Ferracane *et al* 2011; Van Landuyt *et al* 2007). Además, se sabe que el efecto de la presencia de una OIL disminuye los valores de %DC (Phaneuf *et al* 2019).

Los objetivos generales de esta tesis fueron:

En primer lugar, comparar la micro resistencia a la tensión ( $\mu$ TBS) de especímenes CAD/CAM cementados con diferentes parejas de adhesivos y cementos de resina utilizando dos enfoques, el sellado dentinario inmediato (IDS) en comparación con el sellado dentinario retardado (DDS).

En segundo lugar, estudiar los cambios en el grado de conversión de ocho adhesivos universales y un adhesivo de tres pasos de grabado y lavado a través de los distintos pasos clínicos comúnmente utilizados en el protocolo de cementado adhesivo cuando se ha realizado el IDS.

#### Metodología:

135 molares fueron cortados a nivel medio coronal y conectados a un sistema de presión pulpar simulada (PPS). Posteriormente, se utilizaron las siguientes parejas de adhesivos/cementos de resina denominados por el nombre del fabricante, para el cementado de bloques CAD-CAM Lava Ultimate: el adhesivo de tres pasos Kerr - OptibondFL/Maxcem Elite (OpFL/Max-E) y seis adhesivos universales de fotocurado, Kerr U - OptiBond Universal/Maxcem Elite (OpU/Max-E), Dentsply - Prime and Bond Active/Calibra Ceram Cement (PBA/CaliC), 3M - Scotchbond universal/Relyx Ultimate Cement (SBU/Rel-U), Bisco U - All bond Universal/ Duo-Link Universal (ABU/Duo), Ivoclar - Adhese Universal/Variolink (AU/VL) y Coltene - OneCoat7 Universal/Solocem Cement (OC7U/Sol), y dos adhesivos universales de curado dual, Voco - Futurebond Universal/ Rebilda DC Cemento (FBU/RebC) y Bisco D- Universal Primer Dual Cured/ Duo-Link Universal (UPD/Duo).

Para la μTBS, 108 molares fueron divididos en nueve grupos (n=12) según el adhesivo/ cemento (A-C) asignado. Bloques de Lava<sup>TM</sup> Ultimate (4x10x10mm) fueron cementados siguiendo diferentes estrategias: IDS1 (cementación después del sellado de la dentina), DDS (sellado de la dentina y cementación a las 2 semanas), IDS2 (sellado inmediato de la dentina y cementación a las 2 semanas). Las muestras se seccionaron en barritas de 1x1 mm y se traccionaron hasta el punto de fractura para determinar la μTBS. El modo de fallo se clasificó como dentina/cemento (DC), en Lava<sup>TM</sup> Ultimate/cemento (LC) e híbrido (H). Se utilizó el test Kruskal-Wallis and Mann-Whitney's U para explorar la influencia del tipo de fallo sobre la μTBS mediante un análisis de supervivencia con riesgo competitivo.

Para el %DC, 27 especímenes fueron divididos al azar en nueve grupos (n=3). Se tomaron tres espectros Raman en cada espécimen después de la fotopolimerización durante 15 s (P), después de la aplicación de gel de glicerina y 10 s de polimerización adicional (GP), a las dos semanas (2W), y después "soft air abrasion" de la capa de adhesivo (SAA). Se utilizó la prueba HSD Tukey post hoc y la prueba de t de Student para muestras relacionadas. La significación se estableció en p<0,05.

#### **Resultados:**

La mayoría de los valores de  $\mu$ TBS fueron iguales o superiores en IDS2 que en DDS. Las parejas A-C con el adhesivo de tres pasos de grabado y lavado de Kerr y los adhesivos universales de Dentsply, Ivoclar, 3M y Coltene obtuvieron los valores más altos de adhesión. En general, el análisis de supervivencia con riesgo competitivo entre los valores de DC+H y LC mostró que algunos A-C aumentarían significativamente los valores de  $\mu$ TBS para IDS2. Los A-C con los valores más altos de adhesión mostraron un alto porcentaje de fracturas en la interfase LC, lo que sugiere que la adhesión en la interfase adhesiva/dentina sería mayor.

Después de la polimerización, el %DC de los adhesivos dentinarios fue >60% (excepto para PBA y UPB). Para los adhesivos universales, la polimerización adicional durante 10 s sobre la glicerina no aumentó significativamente el %DC de los adhesivos universales (excepto ADU). A las dos semanas (2W), todos los adhesivos utilizados alcanzaron un %DC en torno al 80 %. Solo los adhesivos de curado dual FBU y UPD aumentaron significativamente el %DC a 2W en comparación con los valores de %DC obtenidos después de GP y P.

#### **Conclusiones:**

Los valores de  $\mu$ TBS de los adhesivos universales/cementos de resina son principalmente material dependiente. La mayoría de los valores de  $\mu$ TBS fueron iguales o superiores en IDS2 que en DDS. Los adhesivos/cementos de resina con los valores de adhesión más altos mostraron un alto porcentaje de fracturas en la interface Lava<sup>TM</sup> Ultimate/ cemento, lo cual sugiere que los valores de adhesión en la interface adhesivo/dentina serían más altos.

Todos los adhesivos Universal y el adhesivo de tres pasos de grabado y lavado OpFL alcanzaron un %DC clínicamente aceptable después de la polimerización adicional durante 10 s a través de glicerina con diferencias entre ellos. A las dos semanas todos los adhesivos alcanzaron un %DC superior al 70 %.



# CAPÍTULO

### INTRODUCCIÓN

#### 1. Introducción

Actualmente, ha aumentado la demanda de restauraciones indirectas estéticas debido, principalmente, al desarrollo de la odontología mínimamente invasiva, a la mejora en los materiales de restauración para la confección de este tipo de restauraciones y a las técnicas adhesivas. Estas restauraciones incluyen carillas de cerámica, incrustaciones y coronas de cerámica completas. Con el descubrimiento de la adhesión de la cerámica al esmalte grabado con ácido fosfórico hubo un incremento en el uso de frentes laminados de cerámica en dientes anteriores (Elbishari *et al* 2021). Sin embargo, la extensión de la preparación del diente depende de la severidad y el tamaño de la lesión que afecta a la estructura dentaria. Los inlays, onlays y coronas suelen estar indicadas para restaurar dientes gravemente dañados con amplias zonas de dentina expuesta (Edelhoff & Sorensen, 2002a, 2002b).

Las restauraciones indirectas (aunque su precio es más elevado y requieren más tiempo en comparación con las restauraciones directas) proporcionan una reducción de la contracción de la polimerización, mejores propiedades estéticas, físicas y mecánicas mediante la post-polimerización de la restauración con luz/calor, una morfología oclusal ideal; contactos interproximales y compatibilidad con el desgaste originado por los dientes antagonistas. Por estas razones, se han desarrollado multitud de materiales estéticos para su confección, softwares de diseño digital y herramientas que han convertido este tipo de tratamiento en un nuevo reto para la comunidad odontológica.

En 1985, se realizó la primera incrustación CAD/CAM en consulta odontológica, utilizando un bloque de cerámica feldespática de grano fino (Vita Mark I, Vita Zahnfabrik). Desde la década de los ochenta, se han desarrollado diferentes sistemas como el conocido CEREC. Los sistemas han evolucionado a través de una serie de softwares y hardwares, y actualmente ofrecen un programa de diseño tridimensional (3D) mediante los cuales se pueden fabricar inlays, onlays, carillas y coronas, así como puentes y pilares pare implantes personalizados. En un inicio, los materiales debían ser mecánicamente resistentes, pero también fácilmente manejables. Inicialmente, se utilizaron cerámicas feldespáticas para la confección de pequeñas incrustaciones oclusales (CEREC I). Posteriormente, el paso del tiempo y el deseo de ampliar las indicaciones de las restauraciones CAD/CAM, ha llevado a la profesión a desarrollar cerámicas reforzadas para conseguir restauraciones más resistentes mecánicamente. Para un fresado rápido, algunas de estas cerámicas se comercializan en una fase de precristalización. Una cristalización posterior al fresado será necesaria para acceder al color final y a la resistencia mecánica.

También se han desarrollado materiales más blandos y menos susceptibles a la fractura. Se trata de resinas composite, mucho menos resistentes mecánicamente pero que tienen la propiedad de deformarse antes de la fractura, a diferencia de las cerámicas. El siguiente paso fue aumentar las propiedades mecánicas de estas resinas con la incorporación de partículas cerámicas. En la actualidad, los fabricantes intentan combinar las ventajas de estas dos familias de materiales proporcionando una red de cerámica infiltrada con polímeros de resina. También existen bloques metálicos, pero su uso hoy en día es inusual (Lambert *et al* 2017).

Actualmente, los fabricantes ofertan una gran variedad de bloques CAD-CAM para su utilización en el consultorio dental. Los bloques están disponibles en diferentes tamaños, tonos y translucidez, y pueden requerir un tratamiento posterior al fresado, que sería diferente según el tipo de material. Esta amplia oferta de bloques CAD-CAM y su marketing correspondiente puede generar problemas a los odontólogos a la hora de elegir el material adecuado para cada situación clínica. Cada bloque de composite, cerámica o híbrido presenta características únicas, y el protocolo de adhesión puede ser diferente para cada uno de ellos (Kim *et al* 2017). Uno de estos materiales CAD/CAM de resina-cerámica es Lava Ultimate (3M ESPE), que contiene partículas nanocerámicas de sílice y circonio unidas en una matriz de resina (Awada & Nathanson, 2015; Lava, n.d.). Otra resina-cerámica CAD/CAM es VITA ENAMIC (VITA Zahnfabrik), también denominada "cerámica dental híbrida" que contiene una red de polímeros de refuerzo y de cerámica de base feldespática (Nguyen *et al* 2012; Vita, 2013).

## 1.1. Fuerza de adhesión de la restauración indirecta utilizando el sellado dentinario inmediato (IDS).

Tradicionalmente, la aplicación de un adhesivo dentinario sobre la dentina expuesta se realiza justo antes de la cementación de la restauración indirecta estética, lo que se denomina sellado dentinario retardado (DDS), lo cual permitía la adaptación adecuada de la restauración a los márgenes de la preparación después del cementado. Sin embargo, la preparación dentaria para coronas expone una gran cantidad de dentina, lo que incrementa su permeabilidad, el desarrollo de sensibilidad posoperatoria, así como la posibilidad de irritación de la superficie de la dentina a través de los restos de los cementos utilizados durante la fase provisional puede afectar negativamente a la fuerza de adhesión entre la estructura dental y las restauraciones indirectas cementadas adhesivamente, por lo que se puede poner en peligro la longevidad clínica de la restauración indirecta adherida (Elbishari *et al* 2021).

Pashley *et al* demostraron que la aplicación de adhesivo de resina inmediatamente después de la preparación de la corona y antes de la toma de impresión puede reducir la permeabilidad de la dentina, lo que se denomina sellado dentinario inmediato (IDS) (Pashley *et al* 1992; Faez *et al* 2021) (Figura 1.1.). Partiendo de la base de que cuanto más fuerte sea la adhesión, mejor resistirá las tensiones generadas durante la función, en este sentido, varios estudios han demostrado sistemáticamente que el uso de la técnica IDS produce una resistencia media a la adhesión significativamente mayor en comparación con la DDS. En función de los métodos y materiales ensayados, los valores de resistencia de adhesión para la IDS oscilan entre 11 y 66 MPa, mientras que los de la DDS oscilan entre 2 y 41 MPa (Elbishari *et al* 2021).



Figura 1.1. Preguntas relativas a cada paso clínico del protocolo restaurador que contiene la técnica IDS (Samartzi *et al* 2021)

#### 1.2. Hechos prácticos y clínicos que apoyan el IDS.

La técnica de IDS aporta una serie de ventajas clínicas como el confort del paciente durante el período de provisionalización, la limitación de la necesidad de anestesia durante la cementación final de la restauración, la reducción de la sensibilidad después de la cementación (E. L. Pashley *et al* 1992), la máxima preservación de la estructura dental, el aumento significativo de la retención y el incremento de la fuerza cohesiva del diente (Johnson *et al* 2004). El IDS puede, por lo tanto, constituir una herramienta

útil para mejorar la retención cuando se trata de coronas clínicas cortas y preparaciones excesivamente cónicas, permitiendo, además, el acondicionamiento separado del esmalte y la dentina. (Spohr, Borges and Platt, 2013; Magne, P,J. Prosthet. Dent.2005; Magne 2006).

#### 1.2.1. Identificación de la dentina.

La técnica de IDS aporta una serie de ventajas clínicas como el confort del paciente durante el período de provisionalización, la limitación de la necesidad de anestesia durante la cementación final de la restauración, la reducción de la sensibilidad después de la cementación (E. L. Pashley *et al* 1992), la máxima preservación de la estructura dental, el aumento significativo de la retención y el incremento de la fuerza cohesiva del diente (Johnson *et al* 2004). El IDS puede, por lo tanto, constituir una herramienta útil para mejorar la retención cuando se trata de coronas clínicas cortas y preparaciones excesivamente cónicas, permitiendo, además, el acondicionamiento separado del esmalte y la dentina (Spohr, Borges and Platt, 2013; Magne, P,J. Prosthet. Dent.2005; Magne 2006).



**Figura 1.2.** Se puede realizar un ligero desgaste con una fresa de diamante antes del sellado inmediato de la dentina, independientemente de la configuración del margen del esmalte oclusal, y se pueden ignorar inicialmente las zonas retentivas (Magne, 2006).



Figura 1.3. Inmediatamente después de la preparación del diente, las superficies de dentina no contaminadas se graban durante 5 a 15 segundos (Magne, 2006).

#### 1.2.2 Profundidad de la preparación

El grosor de la capa de DBA puede alcanzar varios micrómetros cuando se aplica en zonas cóncavas. En el caso de las carillas de porcelana, la aplicación y polimerización del DBA reduciría significativamente el espacio que queda para la cerámica, lo que puede afectar negativamente a la distribución de la tensión dentro de la porcelana (Qanungo *et al* 2016). Por ello, la profundidad de la preparación del diente debe ser adecuada para dejar un espacio para la capa originada por el IDS y la nueva capa de la DBA, la restauración, razón por la cual la IDS no está indicada para cavidades poco profundas o dentina expuesta poco profunda (Magne, 2006).

#### 1.2.3 Técnica adhesiva

La cementación adhesiva de restauraciones indirectas con una exposición sustancial de la estructura dentinaria se considera una de las tareas más difíciles de las restauraciones indirectas adheridas. La técnica adhesiva depende de la generación del adhesivo dentinario y de sus pasos clínicos (dos pasos o tres pasos). En las últimas décadas se han desarrollado muchos sistemas de adhesivos dentinarios. Desde un punto de vista clínico se pueden clasificar en adhesivos de grabado y lavado, de autograbado y universales.

Varios factores como el tipo de adhesivo de resina, la elección de los materiales de impresión, así como las restauraciones provisionales pueden afectar a las propiedades de adhesión en el IDS. El primero y más importante es la deshidratación excesiva de la dentina. La eliminación del exceso de humedad puede lograrse mediante el uso del secado por succión (presión de aire negativa), sin aplicar presión positiva a la dentina desmineralizada (Figuras 1.4. A y B) (Magne, 2006).



**Figura 1.4.:** A y B, Tras el lavado se aspira el exceso de agua. Debe evitarse el contacto directo entre la dentina y la punta de succión (Magne, 2006).Otros estudios sugieren que la técnica de adhesión dual mejora la resistencia de la adhesión de las restauraciones indirectas como resultado de una capa híbrida más fuerte formada en la dentina recién cortada, en comparación con la técnica DDS, en la que la contaminación y el colapso de la capa híbrida podrían haber ocurrido después de la fase provisional (Elbishari *et al* 2021).

Además del tipo de adhesivo dentinario, el grosor de la capa de resina adhesiva también puede desempeñar un papel importante en la fuerza de adhesión. Como la aplicación inmediata del adhesivo de resina después de la preparación del diente permite una mejor penetración de los monómeros de resina para formar una capa híbrida, se observó una mayor resistencia de adhesión cuando se utilizó un adhesivo de resina con microrrelleno en comparación con el adhesivo de resina sin relleno. Se cree que esto se debe a la capa uniforme polimerizada más gruesa proporcionada por el adhesivo de resina de baja viscosidad que contiene relleno, lo cual permite que la capa híbrida actúe como un amortiguador elástico para absorber la tensión interna o externa como resultado de la contracción de polimerización del agente de cementación suprayacente o cuando se somete a tensiones funcionales. Una ventaja adicional de una capa de resina adhesiva gruesa es que la limpieza posterior a la retirada de las restauraciones provisionales expondrá menos la dentina. Los resultados consistentes obtenidos con el adhesivo con relleno Optibond FL se atribuyeron a su mayor grosor uniforme (de unos 80 µm) en comparación con los adhesivos sin relleno (Elbishari *et al* 2021).

La dentina es un tejido duro hidratado en los dientes vitales. El fluido dentinario fluye a través de los túbulos dentinarios con una presión pulpar positiva de aproximadamente 15 cm H<sub>2</sub>O (Ciucchi *et al* 1995). El agua provoca daños en el procedimiento adhesivo y conduce a la disminución de las propiedades mecánicas y a la desintegración hidrolítica de la resina y de las fibrillas de colágeno. (Hashimoto *et al* 2003; Andre F. Reis, Giannini, *et al* 2007).

El uso de adhesivos multipasos de grabado y lavado origina la completa eliminación del barrillo dentinario y los tapones que sellan los túbulos dentinarios, lo que también conduce a aumentar el flujo de salida del fluido dentinario (Milena Cadenaro, Breschi, Rueggeberg, Agee, *et al* 2009). También hay algunos sistemas adhesivos que actúan como una membrana semipermeable, lo que aumenta la salida del fluido dentinario incluso después de la polimerización (Tay *et al* 2002; Sauro *et al* 2007). Esto aumentaría la sensibilidad postoperatoria después de los procedimientos de adhesión y la degradación prematura de la interfase resina-dentina e incluso podría originar daño pulpar (Christensen 2002; André F. Reis *et al* 2004; de Souza Costa, Hebling, and Randall 2006; Andre F. Reis *et al* 2007; Andre F. Reis, Giannini, and Pereira 2007).

Pereria *et al* encontraron en su estudio que los adhesivos de autograbado no mostraban diferencias regionales significativas en la fuerza de adhesión (sin presión pulpar, presión pulpar de 15 cm H<sub>2</sub>O y dentina deshidratada), mientras que los adhesivos de grabado y lavado mostraron una fuerza de adhesión significativamente más baja en la zona de los cuernos pulpares. La capa de barrillo dentinario y los tapones en los túbulos podrían bloquear la salida adicional de fluido cuando se usan adhesivos de autograbado. Por otro lado, esta capa de barrillo se disolvió completamente con los adhesivos de grabado y lavado, lo que condujo a una adhesión pobre en la región del cuerno pulpar (P. N. R. Pereira *et al* 1999; Hidehiko Sano *et al* 2020).

Además, varios estudios han evaluado la resistencia de la adhesión a la  $\mu$ TBS con la presión pulpar simulada durante el procedimiento adhesivo (Mitchem, Terkla, and Gronas 1988). En un estudio se encontró que la presión pulpar afecta negativamente a la  $\mu$ TBS (Hiraishi *et al* 2009). Por otro lado, Santana encontró que la presión pulpar simulada disminuye la calidad de la interfase resina-dentina con los sistemas adhesivos de varios pasos y no afectó a la fuerza de adhesión con los adhesivos de autograbado. También encontró que el IDS aumenta la calidad de la interfase resina-dentina con todos los adhesivos testados y reduce los efectos negativos del SPP (Santana VB, Oper Dent. 2016).

#### 1.2.4. Interacción con el material de impresión

La polimerización del agente adhesivo deja una capa superficial no polimerizada inhibida por el oxígeno con un grosor de hasta 40 micras (OIL) (Elbishari *et al* 2021; Qanungo *et al* 2016; Rueggeberg & Margeson, 1990; Shawkat *et al* 2009). Cuando realizamos la técnica de IDS, debido a que, el adhesivo dentinario se aplica antes de la toma de impresión, la capa de OIL no polimerizada impide el fraguado correcto de los materiales de impresión, lo que da lugar a impresiones inexactas. Para evitar este inconveniente se recomienda aplicar una capa de gel de glicerina o alcohol (bloqueo de aire) con fotopolimerización adicional de 10s para polimerizar la capa de inhibición de oxígeno (OIL) y evitar la interacción entre el OIL y el material de impresión (especialmente los poliéteres) (Figuras 1.5. y 1.6.) (Magne and Nielsen 2009; Qanungo *et al* 2016; Rueggeberg and Margeson 1990; Santana *et al* 2016; Shawkat *et al* 2009; Sinjari *et al* 2020).

Sinjari encontró en su estudio que el uso de la pasta Prophy y el jabón de Marsella representan la mejor opción de superar la interacción entre los materiales de impresión y las superficies dentales con IDS (Sinjari *et al* 2019). Este problema se ha superado con la utilización de la nueva tecnología CAD/CAM en la que la toma de impresión se realiza mediante impresión óptica (Papadopoulos K, Materials 2020).



**Figura 1.5.** Se aplica una capa gruesa de gel de glicerina a la superficie sellada y se fotopolimeriza 10 segundos adicionales para polimerizar la capa de resina inhibida por oxígeno. La glicerina puede eliminarse fácilmente mediante un aclarado (Magne, 2006).



Figura 1.6. La impresión se realiza, preferentemente, con una técnica de doble mezcla en un solo paso: material de baja viscosidad inyectado en la preparación (azul) y material más pesado en la cubeta (morado) (Magne, 2006)

#### 1.2.5. Tipo de restauraciones provisionales

Las restauraciones estéticas indirecta realizadas con la técnica convencional requieren la colocación de restauraciones provisionales hasta la inserción de la restauración final. Hay que tener en cuenta que la contaminación de la capa superficial adhesiva por el cemento provisional durante la fase provisional puede afectar a la resistencia adhesiva de la restauración final. Varios estudios han demostrado que la contaminación de la capa de adhesivo con los cementos provisionales reduce la fuerza de adhesión del cemento de resina utilizado en la cementación final. Se ha demostrado que el uso de cemento de hidróxido de calcio y óxido de zinc sin eugenol produce poco o ningún efecto sobre la resistencia adhesiva de base de óxido de zinc eugenol y resina. Es importante que el método de limpieza que se utilice elimine todos los restos de cemento provisional de la superficie de la primera capa adhesiva de resina para permitir una adhesión óptima con la segunda capa que se aplica durante la cementación final. Se han encontrado resultados contradictorios entre los estudios que investigan los distintos métodos de limpieza del cemento provisional sobre la fuerza de adhesión (Elbishari *et al* 2021).

Para superar los problemas relacionados con la contaminación del cemento provisional, los defensores del IDS recomiendan la colocación de restauraciones provisionales sin cementos provisionales. Dado que las restauraciones provisionales están hechas de materiales a base de metacrilato o resina compuesta, pueden adherirse a la capa adhesiva de resina subyacente, lo que dificultará su posterior retirada. Para superar esto, cuando se aplica y fotopolimeriza la restauración provisional, se recomienda encarecidamente aplicar una capa de medio separador (por ejemplo, una capa de vaselina) antes de la colocación de la restauración provisional para evitar la interacción entre el provisional y el DBA, y facilitar de este modo su retirada para la cementación de la restauración final (Elbishari *et al* 2021).

#### 1.2.6. Métodos de acondicionamiento de la superficie

Se pueden utilizar diferentes métodos de acondicionamiento de la superficie para activar la capa de IDS antes de la adhesión de la restauración indirecta, lo que puede influir en la fuerza de adhesión del cemento de resina. El pulido y la abrasión con partículas de óxido de aluminio recubierto de sílice o glicina demuestran ser igualmente eficientes. La abrasión con partículas de óxido de aluminio o pasta de piedra pómez sin flúor también dieron buenos resultados de fuerza de adhesión (Falkensammer *et al* 2014; Magne, 2006; Özcan *et al* 2007; C. R. van den Breemer *et al* 2019).

#### 1.3. Protocolo clínico de IDS (Samartzi et al 2021)

1. La dentina recién cortada y libre de contaminantes proporciona el sustrato óptimo para la adhesión. Posteriormente, se aplica un DBA y se polimeriza con luz según las instrucciones del fabricante. (Figuras 1.7. y 1.8.).



Figura 1.7. Preparación del diente para una restauración indirecta (Magne, 2006).



**Figura 1.8.** Aplicación de la DBA inmediatamente después de su preparación (Magne, 2006).
2. Antes de tomar la impresión, el DBA se polimeriza adicionalmente a través del gel de glicerina (bloqueo de aire) durante otros diez segundos para reducir la capa de inhibición de oxígeno (OIL) y se lava con spray de aire/agua (Figura 1.5. y 1.6.).

3. La restauración provisional debe proteger la superficie del diente subyacente y no poner en peligro la integridad de la preparación después de su retirada, la aplicación de un medio separador combinado con puntos específicos de adhesión es importante para retirar la restauración provisional fácilmente.

4. La retirada de la restauración provisional se debe hacer de forma mecánica y eliminar los restos de material mediante abrasión con partículas de aire (sand-blasting).

5. A continuación, se puede acondicionar toda la superficie de preparación del diente como se haría en ausencia de exposición a la dentina, es decir, grabado con ácido ortofosfótico (H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>) (30 segundos), lavado y secado (Figura 1.9.) (Magne, 2006).



Figura 1.9. Grabado de todo el diente con H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>.

6. Aplicación de otra capa de adhesivo. Esta vez, no está indicado el precurado del adhesivo porque impediría la inserción completa de la restauración, por eso se prefiere el fotocurado conjunto.

Autores y año de publicación Tipo de estudio	Parámetros evaluados	Diseño del estudio	Hallazgos principales
(Van den Breemer <i>et</i> al 2021) Ensayo clínico prospectivo	Rendimiento clínico	Se evaluó el rendimiento clínico de 765 restauraciones posteriores parciales de vitrocerámica (IPS e.max) cementadas con un composite de resina convencional fotoactivado junto con IDS (Clearfil SE Bond).	Las restauraciones posteriores parciales de cerámica de vidrio tratadas con IDS tuvieron un excelente pronóstico a medio plazo.
(Ashy <i>et al</i> 2020) In vitro	Adaptación marginal y adaptación interna	Estudiar las adaptaciones marginales e internas de las restauraciones de incrustaciones cerámicas colocadas con la técnica (IDS) frente a la (DDS).	<ol> <li>La adaptación marginal tras el termociclado no fue significativamente diferente entre las dos técnicas.</li> <li>Las incrustaciones cerámicas tienen una mejor adaptación marginal y una mejor adaptación interna después del termociclado cuando se utiliza la técnica IDS.</li> </ol>
(Cesca <i>et al</i> 2020) In vitro	Carga de tracción	Comparación de cofias de resina directas/indirectas para sobredentaduras, cementadas con DDS o IDS (Syntac+ Variolink II/Tetric Ceram).	El grupo IDS produjo una carga de tracción significativamente mayor.
(Sag & Bektas, 2020) In vitro	Fuerza de adhesión	Se comparó la fuerza de adhesión de diferentes cementos de resina (RelyX Unicem/RelyX Ultimate Clicker) sobre un composite indirecto (Solidex) y un bloque de resina nanocerámica CAD/ CAM (Lava Ultimate) con o sin IDS (Clearfil SE Bond+ Filtek Ultimate).	IDS mejoró la fuerza de adhesión de las restauraciones indirectas.

Tabla 1.1. Publicaciones que evalúan diversos factores que influyen en la técnica IDS.

(Shafiei <i>et al</i> 2020) In vitro	Resistencia a la fractura	Se investigó el efecto del pretratamiento de la dentina con poliantocianidina (PA) combinado con IDS (Futurabond) o DDS sobre la resistencia a la fractura de las incrustaciones cerámicas premolares cementadas con un cemento de resina autoadhesivo (BiFix SE)	IDS con/sin PA aumentó la resistencia a la fractura de los premolares. La combinación de ambos alcanzó el nivel de un diente sano.
(Hofsteenge <i>et al</i> 2020) <i>In vitro</i>	Envejecimiento y resistencia a la fractura	Se evaluó el efecto del envejecimiento, la resistencia a la fractura, el modo de fallo y la reparabilidad de los inlays y onlays de disilicato de litio en relación con IDS (Optibond FL) o DDS.	La aplicación de IDS y el diseño de la preparación influyeron en la resistencia a la fractura, respectivamente. La aplicación de IDS no interactuó con el efecto del diseño de la preparación sobre la resistencia a la fractura.
(Akehashi <i>et al</i> 2019) In vitro	Fuerza de adhesión	Se investigó la fuerza de adhesión proporcionada por diferentes combinaciones de materiales de resina utilizados con IDS (Clearfil SE Bond 2 + Protect Liner F/Clearfil Majesty LV/ Panavia V5) en restauraciones indirectas de composite cementadas con un cemento de resina de curado dual (Panavia V5/Panavia F2.0).	Los valores de µTBS de la combinación Clearfil SE Bond2 + Panavia V5 y la cementación con Panavia F2.0 fueron idénticos a los de una restauración directa de composite.
(Gresnigt <i>et al</i> 2019) Ensayo clínico prospectivo	Supervivencia, tasa de éxito, satisfacción del paciente	Se evaluó la supervivencia, la tasa de éxito y la satisfacción con respecto a las carillas de laminado recibidas por 104 pacientes, en los que se realizó IDS, después de 11 años de función.	IDS benefició significativamente a los dientes con >50% de exposición de la dentina.

(Sinjari <i>et al</i> 2019) <i>In vitro</i>	Interacción con los materiales de impresión	Se evaluaron las interacciones entre dos materiales de impresión (Extrude medium/ Impregum Penta) e IDS (Optibond FL). Muestras sometidas a dos protocolos de limpieza antes de la toma de impresión (pasta de profilaxis/ pasta de profilaxis + jabón de Marsella).	Independientemente del material de impresión utilizado, se observó una eliminación completa de cualquier interacción en el grupo de pasta profiláctica + jabón de Marsella.
(Verma <i>et al</i> 2019) In vivo	Interacción con los materiales de impresión	Se evaluaron las interacciones entre IDS (Adper Single Bond 2/Clearfil SE Bond) y dos materiales de impresión (Aquasil/ Impregum Soft) tras el bloqueo de aire solo o combinado con pulido con piedra pómez.	El bloqueo del aire y el pulido con piedara pómez debe de realizarse cuando se van a tomar impresiones de silicona. El poliéter no se recomienda con IDS.
(Rigos <i>et al</i> 2019) In vitro	Fuerza de adhesión	Se evaluó la fuerza de adhesión de zirconio monolític pretratado y adherido a la dentina utilizando IDS (Optibond FL) y dos cementos de resina autoadhesivos (Panavia F2.0/Permacem Dual Smartmix).	Las estrategias de adhesión para las restauraciones monolíticas de óxido de zirconio podrían beneficiarse de IDS independientemente del sistema de cementación adhesivo utilizado.
(Van Den Breemer <i>et al</i> 2019) In vitro	Fuerza de adhesión	Evaluar la tasa de supervivencia de la restauración indirecta de cerámica con y sin IDS.	Las restauraciones parciales de cerámica cementadas adhesivamente tienen un buen pronostico, sin embargo el IDS no mostró ninguna diferencia en el porcentaje de supervivencia después de 3 años.
(Hayashi <i>et al</i> 2019) <i>In vitro</i>	Fuerza de adhesión	Se investigó el efecto de IDS (Clearfil Universal Bond + Clearfil Majesty ES Flow) y de los materiales de restauración temporal (Protemp4, TempBond NE) sobre la fuerza de adhesión de las coronas cerámicas CAD/CAM después de la carga.	IDS aumentó la fuerza de adhesión, mientras que la restauración temporal no la afectó en absoluto. El IDS sin restauración temporal produjo la máxima fiabilidad de adhesión.

(van den Breemer <i>et</i> al 2019) In vitro	Fuerza de adhesión	Se evaluó el efecto de dos DBA (Clearfil SE Bond/ Optibond FL) utilizados para tres combinaciones de IDS (una capa/dos capas/una capa + resina de baja viscosidad) y dos métodos de acondicionamiento de la superficie (piedra pómez/ piedra pómez + recubrimiento de sílice) sobre la fuerza de adhesión de un cemento de resina (Variolink II) a la dentina.	Independientemente de la combinación, el IDS mejoró la resistencia de la unión en comparación con el DDS. No se observaron diferencias significativas entre los métodos de acondicionamiento probados.
(Reboul <i>et al</i> 2018) In vitro	Fuerza de adhesión	Se evaluó la fuerza de adhesión de los recubrimientos vitrocerámicos colocados mediante diferentes técnicas de adhesión (Panavia V5 + IDS- Optibond FL/Panavia V5 sin IDS/ Composite calentado + IDS).	Panavia V5 + IDS ofreció la mejor resistencia a las fuerzas de cizallamiento. IDS aumentó la fuerza de adhesión.
(Murata <i>et al</i> 2018) In vitro	Fuerza de adhesión	Se evaluó el efecto de diferentes aplicaciones de IDS sobre la fuerza de adhesión de incrustaciones cerámicas CAD/ CAM sometidas a carga.	El IDS mejoró la μTBS, así como la fiabilidad de la adhesión y la durabilidad de las restauraciones probadas. El grupo El grupo con preparaciones terminadas en pendiente obtuvo el mejor rendimiento.
(Ishii <i>et al</i> 2017) In vitro	Fuerza de adhesión	Evaluar la adhesión de restauraciones indirectas sin metal con dos de los bloques de composite más usados y un bloque de cerámica de vidrio (VITABLOCS Mark II) después de la carga cíclica, con y sin el IDS.	El IDS mejoró la fuerza de adhesión interna y la fiabilidad de la adhesión de las restauraciones onlay CAD/CAM sin metal.
(Yazigi <i>et al</i> 2017) <i>In vitro</i>	Resistencia a la fractura	Se investigó el efecto del IDS (grabado total/grabado selectivo) en la resistencia a la fractura de las carillas oclusales CAD/CAM.	El grabado selectivo del esmalte fue tan eficaz como el grabado total. Se recomendó el IDS si la dentina estaba expuesta.

(Van den Breemer CRG <i>et al</i> 2017) <i>In vitro</i>	Fuerza de adhesión	Se investigó el efecto de IDS (Clearfil SE Bond + Tetric Evoflow) en la resistencia a la fractura de dos materiales de restauración indirecta (disilicato de litio: IPS e.max, composite de resina multifase: Lava Ultimate).	El IDS mejoró significativamente la resistencia a la fractura del disilicato de litio, pero no la de un composite de resina multifase.
(Santana <i>et al</i> 2016b) In vitro	Fuerza de adhesión	El IDS mejoró significativamente la resistencia a la fractura del disilicato de litio, pero no la de un composite de resina multifase.	Independientemente de la presión pulpar simulada, el IDS aumentó la fuerza de adhesión de Panavia F, Clearfil SA Luting y RelyX Unicem, pero no influyó en RelyX ARC.
(Leesungbok <i>et al</i> 2015) <i>In vitro</i>	Fuerza de adhesión	Se comprobó el efecto del IDS (All Bond II) sobre la resistencia de la adhesión de las restauraciones cerámicas bajo varios periodos de termociclado (1, 2, 7 y 14 días).	Las restauraciones cerámicas deben adherirse en el plazo de una semana después de la IDS.
(Dalby <i>et al</i> 2012) In vitro	Fuerza de adhesión	Se investigó el efecto de IDS con cuatro DBAs (Optibond FL, One Coat Bond, Single Bond, Go) sobre la fuerza de adhesión al cizallamiento de restauraciones cerámicas cementadas con un cemento de resina autoadhesivo (RelyX Unicem).	El IDS no influyó en la fuerza de adhesión al cizallamiento de la restauración cementada con RelyX Unicem.
(Magne <i>et al</i> 2011) <i>In vitro</i>	Fuerza de adhesión	Se evaluó el efecto de diferentes aplicaciones de resina opaca (IDS solo- Optibond FL)/IDS + opacador/ IDS mezclado con opacador) sobre la resistencia de la adhesión.	Una resina opaca para enmascarar la resina descolorida redujo la fuerza de adhesión.

(Duarte <i>et al</i> 2009) <i>In vitro</i>	Microfiltración y fuerza de adhesión.	Determinar la eficacia del IDS utilizando adhesivos dentinarios de grabado total o de autograbado sobre la microfiltración y la resistencia de adhesión a la microtensión.	El IDS dio lugar a una elevada resistencia de adhesión para ambos adhesivos; sin embargo, la microfiltración observada fue similar a la obtenida con la técnica de cementación adhesiva convencional Este estudio demostró que las técnicas de cementación utilizadas actualmente para las restauraciones indirectas no son capaces de producir un sellado completo de la dentina expuesta, dejando una vía potencial para la infiltración bacteriana.
(Magne <i>et al</i> 2007) <i>In vitro</i>	μTBS	Determinar si había diferencias en la µTBS a la dentina humana mediante la técnica IDS al comparar 2, 7 y 12 semanas de DDS.	<ol> <li>No hay diferencias significativas en la μTBS de IDS con adhesivos de grabado-lavado de 3 pasos o de autograbado de 2 pasos en comparación con la obtenida con un adhesivo recién colocado.</li> <li>La fuerza de adhesión no se ve afectada hasta 12 semanas antes de la colocación de la restauración definitiva.</li> </ol>
(Magne <i>et al</i> 2005) <i>In vitro</i>	μTBS	Determinar las diferencias en µTBS a la dentina humana con y sin IDS.	<ol> <li>IDS con DBS de 3 pasos de grabado y lavado mejoró los valores de μTBS.</li> <li>IDS elimina cualquier preocupación sobre el espesor de la película.</li> </ol>
(Magne, 2006) <i>Review</i>	μTBS	Revisar los principios basados en la evidencia que podrían ayudar a optimizar la adhesión de la dentina para las restauraciones indirectas de composite y porcelana	El IDS mejoró la fuerza de adhesión, redujo las formaciones de gaps, disminuyó la filtración bacteriana y redujo la sensibilidad de la dentina.

Oxygen inhibition layer			
(Sinjari <i>et al</i> 2020) <i>In vitro</i>	Interacción con el material de impresión	Evaluar la posible penetración del material de impresión en la dentina recién cortada.	El material de impresión puede permanecer en el túbulo dentinario y afectar a la fuerza de adhesión.
(Sinjari <i>et al</i> 2019) In vitro	Interacción con el material de impresión	Evaluar la interacción entre el DBA y el material de impresión debido al OIL.	El uso de pasta de pulido o agente tensioactivo permiten eliminar la interacción entre el material de impresión y el OIL y obtener una impresión correcta.
(Magne & Nielsen, 2009) <i>In vitro</i>	Interacción con el material de impresión	Evaluar la interacción entre dos materiales de impresión diferentes y dos agentes adhesivos distintos.	El IDS debe ir seguido de un bloqueo de aire y un pulido para obtener una correcta impresión.

# 1.4. Resistencia de la adhesión a la microtracción (µTBS)

El método de  $\mu$ TBS se ha convertido en el más aceptado científicamente y el más frecuentemente empleado para medir la resistencia adhesiva a la dentina debido a sus ventajas sobre los otros métodos (tabla 1.2.).

El método de  $\mu$ TBS fue introducido por Sano *et al* en 1994. Se observó que la resistencia de adhesión a la tracción estaba inversamente relacionada con el área adhesiva de 0,25 a 12 mm<sup>2</sup> y que el área de adhesión transversal y el modo de fallo están correlacionados. Por debajo de 2 mm<sup>2</sup>, todas las muestras de ensayo fallaron adhesivamente en la interfase. (Ulrich Salz, 2010).

Ventajas	Desventajas
<ol> <li>Más fallos de adhesión, menos fallos de cohesión.</li> <li>Mayor resistencia inicial de la adhesión.</li> <li>Permiten medir la fuerza de adhesión regional.</li> <li>Pueden calcularse las medias y las desviaciones para dientes individuales.</li> <li>Permite probar la adhesión a superficies irregulares.</li> <li>Permite realizar pruebas en áreas muy pequeñas.</li> <li>Facilita el examen SEM de la superficie de fallo ya que es aproximadamente 1mm<sup>2</sup>.</li> </ol>	<ol> <li>Trabajo intensivo, técnicamente exigente.</li> <li>Difícil de medir la fuerza de adhesión &lt; 5MPa.</li> <li>Requiere un equipo especial.</li> <li>Las muestras son tan pequeñas que se deshidratan rápidamente.</li> </ol>

Tabla 1.2. Ventajas y desventajas del ensayo µTBS.

#### 1.4.1. Investigación in vitro/in vivo

Lo ideal es establecer una sólida correlación entre los datos in vitro e in vivo, que permita predecir el rendimiento clínico a partir de los datos de laboratorio. Se han propuesto diferentes procedimientos para simular situaciones clínicas, principalmente el tratamiento de dientes vitales programados para su posterior extracción por motivos periodontales u ortodónticos. Estos métodos, aunque son laboriosos y consumen mucho tiempo, permiten una simulación casi perfecta del entorno oral y sus efectos sobre los adhesivos y las cavidades preparadas adhesivamente. Se han llevado a cabo varias investigaciones sobre la adaptación marginal y la calidad de las restauraciones colocadas in vitro para predecir el rendimiento in vivo del sistema adhesivo/composite correspondiente.

Desafortunadamente, los distintos equipos obtuvieron resultados diferentes, y/u obtuvieron conclusiones distintas de sus datos. Para proporcionar datos de la mayor fiabilidad posible en un entorno muy sensible a la técnica, existen algunas recomendaciones generales sobre la preparación de las muestras y el método de ensayo, como, por ejemplo, las siguientes:

1. Los investigadores deben utilizar materiales frescos siempre que sea posible y la aplicación debe describirse detalladamente.

2. Solo una persona debe preparar la muestra para cada grupo de muestras.

3. Debe incluir un producto gold estándar apropiado como referencia interna.

4. El protocolo de investigación, nombre y tipo de máquina de ensayo, velocidad de cruceta, geometría y alineamiento del espécimen con respecto a la dirección de la fuerza.

5. Con el ensayo de microtensión debe describirse el tipo y la velocidad de rotación de la sierra circular de corte y los protocolos de corte automatizado utilizado.

#### 1.4.2. Ensayo de µTBS

Los especímenes con forma de reloj de arena fueron los primeros utilizados en los ensayos de  $\mu$ TBS (Sano H, Dent Mater, 1994) a partir del diseño de las muestras realizada por Akimoto (Akimoto T. Jpn Soc Dent Mater Dev, 1991) en un estudio de resistencia a la tracción sobre dentina mineralizada y desmineralizada (H. Sano *et al* 1994), donde la interfase entre la resina y la dentina se situaba en la zona más estrecha de la muestra con el objetivo de aumentar la concentración de tensiones en la interfase adhesiva para inducir la ruptura catastrófica adhesiva (Figura 1.10. A y B), (Hidehiko Sano *et al* 2020).

Originalmente, la µTBS se realizaba utilizando las mordazas Bencor Multi-Test (Danville Engineering Co., USA) en una máquina de ensayo universal (Sano H, Dent Mater 1994). A partir de este diseño original, se han diseñado máquinas de ensayo más compactas, portátiles y con una amplia variedad de mordazas para fijar los especímenes que tienen un coste más bajo y que han hecho del ensayo de µTBS un recurso de investigación accesible y un método popular en la odontología adhesiva (Armstrong *et al* 2017a).

Desde la introducción del test de  $\mu$ TBS se han publicado una gran cantidad de artículos que han ayudado a los investigadores a estudiar y entender de mejor manera la adhesión dental (Armstrong *et al* 2017a; D. H. Pashley *et al* 1995) y a una mejor planificación de sus investigaciones para su posterior publicación (Hidehiko Sano *et al* 2020).



**Figura 1.10.** Representación esquemática de la preparación de la muestra para el ensayo de μTBS, mostrando: A, Trimming Technique; y B, No-trimming Technique (Hidehiko Sano *et al* 2020).

La eliminación de la mitad o del tercio oclusal de la corona del molar para exponer una superficie plana de dentina expone diferentes zonas con relevancia para la adhesión como son la región central, periférica y del cuerno pulpar. Debido a la extensión radial de los túbulos dentinarios con ligera curvatura desde el cuerno pulpar hasta la superficie plana de dentina (Figura 1.11.), los cortes laterales de los especímenes muestran que los cuernos pulpares están más cerca de la superficie dentinaria profunda expuesta que

el resto de la dentina, estas áreas pueden implicar una sección transversal variable de aproximadamente 1 mm<sup>2</sup> para la adhesión lo que va a resultar en una gran dispersión de la fuerza de adhesión obtenida (Hidehiko Sano *et al* 2020). La región del cuerno pulpar y la dentina profunda son similares en el sentido de que ambas muestran una baja fuerza de adhesión (Fernandes Pegado *et al* 2010; Ting *et al* 2018; P. N. R. Pereira *et al* 2000; Pereira *et al* 1999; Sano *et al* 2020).

Cuando el grosor de la dentina supracameral es inferior a 1 mm, la prueba  $\mu$ TBS es técnicamente más difícil y es necesario obturar con composite la cámara pulpar antes de realizar el corte del espécimen para asegurar una longitud adecuada de las barritas y, de este modo, poder fijarlas en la probeta de ensayo (Figura 1.12) (Fernandes Pegado *et al* 2010). Es muy importante realizar, sobre la superficie dentinaria a testar, una reconstrucción con composite de suficiente altura o realizar la cementación de la restauración indirecta antes de llenar la cámara pulpar con resina compuesta para poder obtener especímenes de longitud apropiada para la realización del test de  $\mu$ TBS. Otro procedimiento importante para la preparación de especímenes es determinar si la región que se va a testar es sobre dentina sana o no (Hidehiko Sano *et al* 2020).



**Figura 1.11.** Proximidad entre el cuerno pulpar y la superficie dentinaria preparada. Los túbulos dentinales se extienden desde la pulpa hasta la superficie dentinaria preparada.



**Figura 1.12.** Representación esquemática del procedimiento de medición de la fuerza de adhesión (μTBS) a la dentina profunda (Hidehiko Sano *et al* 2020).

# 1.5. Grado de conversión (%DC) (tabla 1.3)

El grado de conversión (%DC) puede definirse como el porcentaje de monómeros que reaccionan para formar polímeros, o como la proporción de dobles enlaces C = C que se transforman en enlaces simples C-C (Yoshida & Greener, 1994). Un alto grado de polimerización es una característica esencial del material para obtener propiedades físicas y mecánicas óptimas y para garantizar su biocompatibilidad (Knežević *et al* 2001; Krifka *et al* 2012) y tiene un impacto crucial en el éxito de las restauraciones de resina compuesta. El %DC puede afectar a múltiples propiedades como la dureza, la resistencia, el módulo elástico, la absorción de agua, la solubilidad, la estabilidad dimensional con su consiguiente microfiltración, la caries secundaria y la posible reacción pulpar (Ferracane 2011; Krifka *et al* 2012; Calherios *et al* 2008).

Diversos factores como el tamaño, el porcentaje de partículas de relleno, el tipo y la cantidad de monómeros, el tipo y la concentración del iniciador de la polimerización (Turssi, Ferracane, and Vogel 2005; Miletic and Santini 2012), el tono y la translucidez del material (Tarle *et al* 1998), la intensidad y la longitud de onda de la fuente de luz y el tiempo de irradiación (Uctasli *et al* 2005) pueden influir en el %DC de estos materiales. En los materiales a base de resina y en los adhesivos dentinarios el %DC se utiliza para predecir su rendimiento clínico. Un %DC más alto de un adhesivo dentinario puede

conducir a una transferencia de carga más deseable a través de la interfase adherida a lo largo del tiempo y a una mayor durabilidad de la unión resina-dentina (Oguri *et al* 2012; Takahashi *et al* 2002).

Por otro lado, unas propiedades mecánicas bajas y un aumento de la permeabilidad de los adhesivos dentinarios pueden predecirse con un %DC bajo (Breschi *et al* 2007; Milena Cadenaro *et al* 2005; J. L. Ferracane *et al* 2011; Van Landuyt *et al* 2007). Además, se sabe que la presencia de la capa de inhibida de oxígeno (OIL) disminuye los valores de %DC (Phaneuf *et al* 2019).

Actualmente, se han incrementado el uso de Adhesivos Universales (UAds) debido a su fácil uso y buen comportamiento clínico. Estos adhesivos pueden aplicarse con cualquier estrategia de adhesión y ofrecen una gran versatilidad de uso con una gran variedad de materiales restauradores directos e indirectos (Nagarkar *et al* 2019). Sin embargo, los adhesivos universales son mezclas muy complejas de monómeros hidrofílicos e hidrofóbicos, agua y disolventes. En consecuencia, se ha informado de algunos inconvenientes que incluyen una menor durabilidad, una absorción excesiva de agua, un aumento de microfiltraciones y separación de fases (en adhesivos pobres en 2-hidroxietilmetacrilato [HEMA] o sin HEMA) y una vida útil reducida (Van Meerbeek *et al* 2011). La inevitable hidrofilia resultante de la presencia de monómeros hidrofílicos y agua sigue siendo un problema, ya que la difusión de agua en la capa adhesiva después de la polimerización puede conducir a la degradación hidrolítica y, por tanto, a una menor durabilidad (Pucci *et al* 2018; Tay & Pashley, 2003).

El aumento de la absorción de agua se asocia principalmente a la presencia de HEMA (Ito *et al* 2005; Nishitani *et al* 2007), pero no puede eliminarse este monómero sin más, debido al efecto positivo del HEMA en las propiedades de humectación de los adhesivos y a la capacidad de evitar la separación de fases. También se ha informado que el HEMA tiene efectos negativos en las propiedades mecánicas, la resistencia de la unión y la polimerización de los adhesivos (Yiu *et al* 2004).

Algunos adhesivos recientemente comercializados sustituyen parcial o totalmente el HEMA por monómeros de acrilamida, que, según se afirma, reducen los inconvenientes mencionados. Además del HEMA, la polimerización de los adhesivos de un solo paso puede verse afectada negativamente por el disolvente residual (Nunes *et al* 2005) y el agua (Paul *et al* 1999b), porque su evaporación completa es clínicamente difícil (Ikeda *et al* 2005a).

Como consecuencia, los adhesivos de un solo paso se asocian con un menor grado de conversión (%DC) en comparación con los adhesivos de varios pasos, que suelen

incluir una resina sin disolvente como paso final. Por lo tanto, se han introducido adhesivos sin HEMA y con nuevos solventes como el isopropanol o el tert-butanol, así como fotoiniciadores más eficientes (Ilie & Hickel, 2008) para mejorar el %DC (Tichy *et al* 2020).

Sato *et al* (2017) han informado de que un mayor %DC de los adhesivos de autograbado de dos pasos resiste el envejecimiento por agua y mejora las resistencias de adhesión iniciales y la durabilidad de la unión resina-dentina (Qanungo *et al* 2016; Sato *et al* 2017). Tenemos que destacar que no hay estudios del grado de conversión de adhesivos dentinarios universales cuando se utilizan en el protocolo IDS.

# 1.5.1. Determinar el grado de conversión (%DC)

El grado de conversión de los materiales compuestos a base de resina se ha investigado mediante diversos métodos, entre los que se incluyen: la espectroscopia infrarroja transformada de Fourier (FTIR), la reflectancia total atenuada (ATR) (Stansbury & Dickens, 2001), la espectroscopia Micro-Raman (MRS) (Gauthier *et al* 2005), Resonancia Paramagnética Electrónica (EPR) (Šušterčič *et al* 1997), Resonancia Magnética Nuclear (NMR) (Morgan *et al* 2000), Calorimetría Diferencial de Barrido (DSC) y Análisis Térmico Diferencial (DTA) (Imazato *et al* 2001).

La Espectroscopia Micro-Raman (MRS) es uno de los métodos más utilizados para determinar el %DC de monómeros en polímeros. En general, la espectroscopia usa la luz, el sonido o la emisión de partículas para estudiar las propiedades de la materia. De particular interés para la ciencia de los materiales dentales es la espectroscopia vibracional, que se basa en la interacción entre la luz y las moléculas de la materia. (Larkin 2011, Siesler 2012, Yu, Yap and Wang, 2017).

Autores y año de publicación <mark>Tipo de estudio</mark>	Prueba (Método de prueba)	Diseño del estudio	Hallazgos principals
(Felicitas <i>et al</i> 2021) In vitro	%DC (MRS)	Examinar el %DC, la dureza Martens, el módulo de indentación y la resistencia a la flexión de tres composites de resina de recubrimiento curados con cinco dispositivos de polimerización después de diferentes intervalos de almacenamiento.	<ol> <li>La polimerización con Otoflash G171 y Labolight DUO permitió aumentar el %DC, la dureza Martens y el módulo de indentación elástica.</li> <li>Ceramage Incisal presentó el menor %DC y los mayores valores de dureza Martens y módulo de indentación elástico, mientras que SR Nexco Paste mostró el mayor %DC y los menores resultados de dureza Martens y del módulo de indentación elástico.</li> <li>Dentro de los grupos polimerizados con Otoflash G171, Laboligth DUO y PCU LED, la mayor resistencia a la flexión se observó para Ceramage Incisal.</li> <li>El almacenamiento no mostró ninguna influencia sobre el %DC, la dureza Martens y el módulo de indentación elástica de las muestras polimerizadas con Otoflash G171 o Labolight DUO.</li> </ol>
(Aldhafyan <i>et al</i> 2021) <i>In vitro</i>	%DC (FTIR)	Explorar el efecto de los modos de curado de los cementos de resina de doble curado sobre su %DC y su contracción de polimerización (PS) durante períodos específicos de post- activación	El éxito de un procedimiento de restauración depende en gran medida del %DC y de la contracción de polimerización.

Tabla 1.3. Estudio seleccionado que evalúa el %DC.

(Agha <i>et al</i> 2020) In vitro	%DC (FTIR)	Se utilizaron el tetrahidrofurfurilmetacrilato (THFM) y el hidroxipropilmetacrilato (HPM) para sustituir parcial o totalmente al HEMA en los cementos de ionómero de vidrio modificados con resina (RMGIC) experimentales. Los materiales experimentales se compararon con productos comerciales y comerciales en términos de %DC, contracción de polimerización y exotérmica.	El monómero THFM mostró resultados prometedores y podría ser potencialmente útil en el desarrollo de nuevos RMGIC con propiedades mejoradas.
(Al-Hamdan <i>et al</i> 2020) <i>In vitro</i>	%DC (FTIR)	Se sintetizó un adhesivo experimental incorporando diferentes concentraciones de partículas de nanohidroxiapatita (n-HA) y se analizó la interacción con la dentina, la µTBS y %DC.	El mayor %DC se observó en el grupo del adhesivo experimental (CEA), seguido del adhesivo de hidroxiapatita (HAA-5%). HAA-5% demostró una μTBS superior en comparación con el HAA-10% y el adhesivo de control. El %DC del HAA-5% fue comparable al del adhesivo de control.
(Barutcigil & Büyükkaplan, 2020) <i>In vitro</i>	El efecto del grosor y la translucidez en el %DC (FTIR)	Determinar el %DC de los cementos de resina fotopolimerizables y de curado dual utilizados en la cementación de restauraciones de cerámica sin metal con diferentes espesores cerámica translúcido (T) y altamente translúcido (HT) y de cerámica infiltrada por polímeros (PICN).	Se puede sugerir el uso de cemento de resina de doble curado para la cementación del material PICN, especialmente para espesores de 1,5 mm y superiores

(Tichy <i>et al</i> 2020) <i>In vitro</i>	Correlación entre el %DC y μTBS (ATR-FTIR)	Evaluar la relación entre el %DC y el μTBS.	El μTBS y el %DC están positivamente correlacionados.
(Alkhudhairy <i>et al</i> 2018) <i>In vitro</i>	%DC (FTIR)	Evaluar el %DC y la profundidad (extensión) de curado de cuatro cementos de resina (Variolink E, Calibra, NX3 y Variolink N) utilizando FTIR y microdureza Vickers (MH).	El cemento Variolink-E con Ivocerin mostró un alto %DC y grado de polimerización en comparación con los cementos de cementación convencionales de fotocurado y de doble curado.
(Sato <i>et al</i> 2017) In vitro	%DC (FTR-FTIR)	Evaluar la μTBS inicial y a largo plazo de un adhesivo de autograbado de dos pasos con diferentes %DC, el módulo elástico y la absorción de agua.	El mayor %DC de los adhesivos de autograbado de dos pasos resiste el envejecimiento por agua y mejora la fuerza de adhesión inicial y la durabilidad de la unión resina-dentina.
(De Souza <i>et al</i> 2015) Review	%DC (ATR)	Realizar una revisión exhaustiva de los factores que intervienen en el %DC de los sistemas de cementación a base de resina y el impacto del %DC en las propiedades del sistema de cementación.	El éxito clínico de una restauración indirecta no sólo se atribuye al %DC del cemento de resina o a sus propiedades mecánicas.
(Dos Santos <i>et al</i> 2014) <i>In vitro</i>	%DC (Espectrofotómetro)	Evaluar la relación entre la biocompatibilidad y el %DC del composite utilizado para unir el bracket al esmalte, la porcelana, la resina o la superficie metálica en diferentes intervalos de tiempo.	Transbond XT Color Change mostró un mayor %DC que Egle Bond a los 15 y 30 días.

(Pongprueksa <i>et al</i> 2014) <i>In vitro</i>	%DC (MRS)	Evaluar el efecto del fotoiniciador sobre %DC y la elución de Bis-GMA y HEMA para 8 formulaciones adhesivas de un solo paso.	El tipo y la concentración del fotoiniciador afectan al % DC y a la elución Bis-GMA/HEMA. Ttrimethylbenzoyl phosphine oxide (TPO) puede utilizarse como fotoiniciador alternativo a la CQ/amina.
(Hass <i>et al</i> 2013)	Correlación entre el %DC y nanofiltración (MRS)	Correlacionar el %DC medido dentro de la capa híbrida con la μTBS y la absorción de nitrato de plata (SNU) o y nanofiltración para cinco sistemas adhesivos simplificados de grabado y lavado.	La medición del %DC dentro de la capa híbrida puede proporcionar cierta información sobre el rendimiento de la adhesión de los sistemas adhesivos, ya que esta propiedad mostró una buena correlación con la fuerza de adhesión resina-dentina y los valores de SNU.
(Borges <i>et al</i> 2012) In vitro	%DC (ATR-FTIR)	Evaluar el efecto de cinco métodos de volatilización de disolventes en el %DC de nueve sistemas adhesivos de una botella	El %DC de los sistemas adhesivos probados dependía del material. Los sistemas adhesivos a base de etanol y agua estudiados se beneficiaron de un mayor tiempo de volatilización del disolvente con o sin aplicación de aire. Los sistemas adhesivos a base de acetona no se vieron influidos por las técnicas de volatilización del disolvente.
(Yan <i>et al</i> 2010) In vitro	%DC (FTIR)	Evaluar los sucesivos cambios en el %DC y la microdureza de seis cementos de resina comerciales (fotopolimerizables, químicos y de doble curado) en las primeras 24 horas y a los 7 días.	La microdureza fue más sensible que la espectroscopia FTIR para detectar pequeños cambios en la conversión del monómero después de que el material de resina se endureciera hasta un cierto grado.

(Cadenaro M. <i>et al</i> 2009) In vitro	%DC (DSC)	Examinar el efecto del contenido de clorhexidina (CHX) en el %DC y el módulo E de mezclas adhesivas experimentales. La hipótesis comprobada fue que el aumento de las concentraciones de CHX da lugar a una disminución del DC y del módulo E en relación con la hidrofilia del adhesivo.	Las concentraciones crecientes de CHX disueltas en las mezclas de resina tuvieron poco efecto adverso sobre el %DC, pero disminuyeron el módulo E entre un 27 y un 48% en comparación con los controles.
(Cadenaro M. <i>et al</i> 2008) In vitro	%DC (DSC)	Evaluar el %DC cinco sistemas adhesivos experimentales en relación con su hidrofilia	Los altos porcentajes de etanol (>50% en volumen) pueden comprometer la cinética de polimerización de los adhesivos dentales.





# JUSTIFICACIÓN, HIPÓTESIS Y OBJETIVOS

### 2.1. Justificación

En la actualidad, las restauraciones estéticas indirectas son cada vez más populares, especialmente para cavidades extensas, ya que presentan varias ventajas sobre las técnicas directas, como la mejora de la forma anatómica, el contorno, la estética y la resistencia a la fractura (Hironaka et al 2018). Tradicionalmente para la cementación adhesiva de restauraciones indirectas se ha realizado el sellado dentinario retardado (DDS) donde el adhesivo dentinario se aplica después de la fase de provisionalización y justo antes de la cementación adhesiva (Qanungo et al 2016). El sellado inmediato de la dentina (IDS) consiste en la aplicación del agente adhesivo dental inmediatamente después de la preparación del diente y antes de la toma de impresión. Fue propuesto por Magne et al (2005) ya que la dentina recién cortada es el sustrato ideal para la adhesión porque aumenta la fuerza adhesiva de los materiales a base de resina a la dentina en las restauraciones indirectas. Se ha informado que el IDS protegen la dentina recién cortada contra la contaminación, además, el colágeno de la capa híbrida está protegido contra el colapso y posteriormente los procedimientos de adhesión de las restauraciones indirectas dan lugar a valores de adhesión más elevados (Rigos et al 2019), mejorando el sellado marginal, reduciendo la sensibilidad post-cementación y mejorando la adaptación de la restauración indirecta a la preparación cavitaria. También aumenta la comodidad del paciente durante la etapa de restauración provisional y además reduce la necesidad de colocar anestesia en la cita de cementación de la restauración definitiva (Van Den Breemer et al 2019). Por lo general, se han propuesto agentes de resina adhesiva de grabado y lavado para la técnica IDS, sin embargo, también se ha utilizado los últimos adhesivos de autograbado y adhesivos universales para mejorar la fuerza de adhesión (Rigos et al 2019).

La técnica CAD/CAM (Diseño Asistido por Ordenador/Fabricación Asistida por Ordenador) se utiliza cada vez más en odontología, y una de sus ventajas es la posibilidad de cementar la restauración indirecta en la misma visita (Awada & Nathanson, 2015a), existiendo una gran variedad de bloques cerámica, resina compuesta y materiales híbridos disponibles en el mercado para fabricar inlays, onlays y coronas de alta calidad. Uno de los materiales más utilizados es Lava Ultimate CAD/CAM Block, es un composite de resina nano-cerámica que contiene aproximadamente el 80% de su peso de partículas nanocerámicas en una matriz de resina, con un módulo de elasticidad similar al de la dentina de 12,8 GPa (Krejci & Daher, 2017). Cuando esta tecnología no está disponible en la clínica dental, la restauración indirecta requiere el uso de una restauración provisional.

En los materiales a base de resina, el grado de conversión (%DC) representa el porcentaje de dobles enlaces de carbono que se convierten en enlaces simples durante la polimerización. El %DC está significativamente correlacionado con varias otras características importantes del material, como las propiedades mecánicas, la contracción volumétrica, la resistencia al desgaste y la elución de monómeros (Leprince et al 2013). La conversión de la matriz polimérica durante la fotopolimerización nunca llega a ser 100% completa, el rango en la mayoría de los materiales está entre 52 y 77 % (Asmussen, 1982; Ruyter & Øysaed, 1987). Los dobles enlaces no convertidos pueden representar grupos reactivos laterales o monómeros libres. El %DC final está influenciado por factores intrínsecos como la estructura química de los monómeros, las propiedades del relleno, la concentración de fotoiniciador y por factores extrínsecos como la temperatura atmosférica y la intensidad de la luz de polimerización (Leprince et al 2013; I. Sideridou et al 2002). El %DC se utiliza para predecir el rendimiento clínico de los adhesivos dentinarios, los cementos de resina y los materiales compuestos. Un %DC más alto de un adhesivo dentinario puede conducir a una transferencia de carga más deseable a través de la interfase adhesiva a lo largo del tiempo y a una mayor durabilidad de la unión resina-dentina (Oguri et al 2012; Takahashi et al 2002). Por otro lado, unas bajas propiedades mecánicas y un aumento de la permeabilidad de los adhesivos dentinarios pueden predecirse con un bajo %DC (Milena Cadenaro et al 2005; J. L. Ferracane et al 2011; Van Landuyt et al 2007).

La correcta manipulación de los tejidos dentales entre la preparación de la cavidad, la provisionalización y la cementación adhesiva de la restauración final es un paso importante para el éxito de las restauraciones indirectas adhesivas. Cuando un composite de resina o un adhesivo dental se polimeriza en el aire, se forma una fina capa superficial blanda y pegajosa no polimerizada denominada capa inhibida de oxígeno (OIL) (Koga et al 2011; Sinjari et al 2019; Suh, 2004). El oxígeno reacciona con los radicales libres a base de carbono de una manera controlada para formar radicales de peróxido. Estos radicales reaccionan preferentemente con el oxígeno, lo que retrasa significativamente la reacción de polimerización (Lee et al 2004). El OIL tiene un grosor de hasta 40 micras, y se debe a una tasa de conversión cada vez más baja de la resina y puede reaccionar con el material de impresión dando lugar a un material de impresión no polimerizado. Además, la mayoría de los materiales de restauración provisional pueden adherirse al IDS haciendo que la eliminación de las restauraciones provisionales sea complicada (Koga et al 2011; Qanungo et al 2016). Se sabe que la presencia de una la capa inhibida de oxígeno (OIL) disminuye los valores de %DC (Phaneuf et al 2019). La mayoría de los autores (De Alexandre et al 2014; De Munck et al 2005; Koga et al 2011;

Magne & Douglas, 1999; Qanungo *et al* 2016; C. R.G. van den Breemer *et al* 2019) recomendaron la aplicación de un gel de glicerina sobre la capa de adhesivo dentinario adhesivo después de la técnica IDS, seguida de 10s adicionales de fotopolimerización (Magne *et al* 2005) para eliminar la formación de OIL.

Se ha investigado el %DC de los composites con base de resina utilizando una gran variedad de métodos. Estos incluyen la prueba de raspado ISO, la prueba de microdureza, el infrarrojo por transformación de Fourier (FTIR) y, más recientemente, la espectroscopia Raman, que se ha utilizado también para evaluar el %DC en los agentes adhesivos dentales (Yu *et al* 2017). Sato *et al* (2017) han informado que un %DC más alto de los adhesivos de autograbado de dos pasos resiste el envejecimiento por agua y mejora las resistencia de adhesión inicial y la durabilidad de la unión resinadentina (Qanungo *et al* 2016; Sato *et al* 2017). En la actualidad, se ha incrementado el uso de los denominados Adhesivos Universales (UAds) debido a que se pueden usar con cualquier estrategia de adhesión y ofrecen la versatilidad de uso con una variedad de materiales restauradores directos e indirectos (Nagarkar *et al* 2019).

En este trabajo se han simulado diferentes situaciones clínicas que pretenden ayudar al clínico en la toma de decisiones a la hora de realizar una restauración indirecta con Lava<sup>TM</sup>: 1) La preparación de la cavidad, el sellado de la dentina y la cementación de la restauración indirecta CAD/CAM se realizan en la misma sesión clínica; 2) La preparación de la cavidad y una restauración provisional se realiza en una primera cita, y en una segunda cita se realiza el sellado de la dentina y la cementación de la restauración CAD/CAM; y 3) La preparación de la cavidad, el sellado inmediato de la dentina y la restauración provisional se realiza en una segunda cita se realiza la cementación de la restauración CAD/CAM.

#### 2.2. Hipótesis.

La hipótesis principal de este estudio fue que, no existen diferencias significativas en la  $\mu$ TBS de las restauraciones indirectas CAD-CAM cementadas con diferentes adhesivos (Universales y de tres pasos) y su correspondiente cemento de resina, cuando se utilizan las técnicas de sellado inmediato de la dentina (IDS) y sellado retardado de la dentina (DDS), y tampoco hay diferencias significativas en el grado de conversión (%DC) después de la polimerización (P), la aplicación de glicerina sobre el adhesivo dentinario y la polimerización adicional durante 10s (GP), después de 2 semanas bajo presión pulpar simulada (2W), y después del "soft air abrasion" de la capa adhesiva (SB).

# 2.3. Objetivos.

Los objetivos de este trabajo de investigación fueron los siguientes:

1. Comparar la adhesión a la dentina ( $\mu$ TBS) de las restauraciones Lava Ultimate CAD/ CAM cementadas con ocho adhesivos universales y un adhesivo de grabado y lavado de tres pasos y sus correspondientes cementos de resina cuando el sellado de la dentina y la cementación de la restauración indirecta CAD/CAM se realiza en la misma visita (Protocolo IDS1), a las 2 semanas (Protocolo DDS) y 2 semanas después del sellado dentinario (Protocolo IDS2).

2. Comparar las diferencias de  $\mu$ TBS entre los tres protocolos adhesivos, sellado inmediato de la dentina (IDS1, IDS2) y sellado retardado de la dentina (DDS).

3. Evaluar la superficie de fractura y correlacionarla con el valor de adhesión.

4. Comparar el %DC inmediatamente después de la polimerización (P), después de la aplicación de glicerina sobre el adhesivo dentinario y la polimerización adicional durante 10s (GP), después de 2 semanas bajo presión pulpar simulada (2W), y después del "Soft air abrasión" de la capa adhesiva (SB) entre ocho adhesivos universales y un adhesivo de tres pasos.



# CAPÍTULO MATERIA

El protocolo de este trabajo de investigación fue aprobado por el Comité de Ética de la Universidad de Granada (#1005/CEIH/2019).

# 3.1. Preparación de las muestras.

Ciento treinta y cinco molares humanos sanos, extraídos por motivos periodontales, fueron limpiados y almacenados en una solución de timol al 0,1% hasta la preparación final de la muestra. Las raíces de todos los dientes fueron seccionadas con una máquina de corte a baja velocidad (Struers, Copenhague, Dinamarca), con irrigación acuosa a 2 mm por debajo de la unión amelocementaria. Después la cámara pulpar se limpió con hipoclorito de sodio al 2,5%. Las muestras se conectaron a un sistema de presión pulpar simulada (SPP) mediante un método previamente descrito (Lucena-Martin *et al* 1999), manteniendo el diente en condiciones de presión y humedad adecuadas durante todo el experimento. El tercio oclusal de la corona se eliminó con una máquina de corte a baja velocidad (Struers, Copenhague, Dinamarca) a 300 rpm para exponer la superficie de la dentina. Finalmente, la dentina expuesta se pulió con papel SiC de grano 600 con irrigación acuosa (Armstrong *et al* 2017b; Hidehiko Sano *et al* 2020).

# **3.2.** Material.

La marca, la composición, el número de lote y los detallas del fabricante de cada material se muestran en la Tabla 3.1.

Fabricante	Material y Adhesivo (Numero de lote) pH	Composición química	Cemento (Número de lote)	Composición química
Kerr (Kerr, Orange, CA,USA)	OptiBond FL pH= 2.0 (84018)	Primer: HEMA, GPDM, PAMM, etanol, agua, fotoiniciador. Adhesivo: TEGDMA, UDMA, GPDM, HEMA, bis-GMA, filler, fotoiniciador.	Maxcem Elite cemento (6504758)	19%-40% Monómeros de éter de metacrilato, otras cargas minerales inertes, estabilizadores, colorantes, YF.

 Tabla 3.1. Marca, fabricante y composición química principal de los diferentes productos utilizados

Kerr U (Kerr, Orange, CA, USA)	OptiBond Universal pH=2,5-3 Ultra Mild (6769529)	37,5% H₃PO₄, Bis-GMA, GPDM, HEMA, PAMM, vidrio de bario, sílice, sodio, hexafluorodilicato, etanol.	Maxcem Elite cemento (6504758)	19%-40% Monómeros de éter de metacrilato, otras cargas minerales inertes activadores estabilizadores, colorantes, YF.
Dentsply (Dentsply, Konstanz, Germany)	Prime& Bond Active Universal pH=2,5 Ultra Mild (181000042)	Resina de acrilato modificada con ácido fosfórico, acrilato multifuncional, acrilato bifuncional, isopropanol, iniciador, estabilizador.	Calibra Ceram Cemento de resina adhesiva (1710171)	Di-metacrilato de uretano, resina de di-y- metacrilato, resina de acrilato modificada con ácido fosfórico, Bario, Fluoruro Alumino Silicato de Vidrio, fotoiniciador de alcanforquinona (CQ), Fotoiniciador de óxido de fósforo, Aceleradores, Hidroxitolueno butilado, Estabilizador UV, Dióxido de titanio, Óxido de hierro, Dióxido de silicio hidrofóbico, Partículas de relleno inorgánico entre 16nm y 7 µm, tamaño medio de partícula 3. 8% µm, el relleno total es del 46,3% en volumen.
3M (3M St Paul, MN, USA)	Scotchbond Adhesivo Universal pH=2,7 Ultra Mild (70918A)	MDP, resinas de dimetacrilato, HEMA, copolímero de ácido polialkenoico modificado con metacrilato, relleno, etanol, agua, fotoiniciadores, silano.	Relyx Ultimate Cemento de resina adhesiva (3472645)	Pasta base: monómeros de metacrilato, cargas alcalinas (básicas) radiopacas, iniciador, estabilizador, aditivos reológicos Pasta catalizadora: monómeros de metacrilato, cargas alcalinas (básicas) radiopacas, iniciador, estabilizador, pigmentos, aditivos reológicos, colorante fluorescente, activador de curado oscuro para Scotchbond Universal.

VOCO (Voco, Cuxhaven, Germany)	Future Bond Universal Single Bond pH=2,3 Mild (1807614)	Ácido orgánico, UDMA, HEMA, CQ, BHT	Rebilda DC Cemento ( <b>1704534</b> )	Bis-GMA, UDMA, DDDMA, sílice, dl- canforquinona, cerámica de vidrio de borosilicato de bario, peróxido de dibenzoilo, aceleradores, contenido de relleno: 71 wt%, 57,3 vol%.
Bisco D (Bisco Universal, Schaumburg, IL, USA)	Universal Primer Adhesivo de curado dual pH=3.1 (1600358474)	Primer A: Acetona, Etanol, Na-N-totygycine glycidylmethacrylate. Primer B: Acetona, etanol, dimetacrilato de bifenilo.	Duo-Link Universal (1600358244)	Base: Bis-GMA, trietilenglicol, dimetacrilato, UDMA, relleno de vidrio Catalizador: Bis-GMA, TEGDMA, Relleno de vidrio
Bisco U (Bisco Universal, Schaumburg, IL, USA)	All Bond Universal pH=3,1-3,2 Ultra Mild (1800002797)	Bisfenol A diglicidil metacrilato (5- 30%) trietilenglicol dimetacrilato (5-20%) Relleno de vidrio (5-80%)	Duo-Link Universal (1600358244)	Base: Bis-GMA, trietilenglicol, dimetacrilato, UDMA, relleno de vidrio Catalizador: Bis-GMA, TEGDMA, Relleno de vidrio.
Ivoclar (Ivoclar vivadent, Schaan, Liechtenstein)	Adhese Universal pH=2,5-3 Ultra Mild <b>(W41872)</b>	Metacrilatos, etanol, agua, dióxido de silicio altamente disperso, iniciadores y estabilizadores.	Variolink ( <b>W95570</b> )	Dimetacrilatos, adhesivo, monómero, rellenos, iniciador, estabilizadores.
Coltene (Coltene, Cuyahoga Falls, OH, USA)	One coat7 Universal Bond pH=2,8 Ultra Mild <b>(H39695)</b>	Metacrilatos, incluido el 10-MDP, fotoiniciadores, etanol, agua.	Solocem cemento (G72424)	UDMA, TEGDMA, 4-META, 2-HEMA, DBP; BP
Gel de glicerina	Agua purificada,	glicerina, metilparabeno, proj fosfato disódico, fosfato s	pilparabeno, propiler sódico, EDTA tetrasó	nglicol, hidroxietilcelulosa, odico.

3M St Paul, MN, USA	Lava Ultimate ( <b>N895998)</b>	<ul> <li>-80 tw% (65 vol%) de partículas nanocerámicas (relleno de circonio (4-11 nm), relleno de sílice (20n), relleno de clústeres de circonio/sílice agregados).</li> <li>-20 % en peso (35 % en volumen) de matriz polimérica altamente reticulada (a base de metacrilato).</li> <li>-Silano</li> </ul>
Coltene, Cuyahoga Falls, OH, USA	Total Etch ( <b>H43207</b> )	35% ácido fosfórico
Ivoclar vivadent, Schaan, Liechtenstein	Telio Onlay restauración provisional (Y51870)	La matriz de monómero consiste en metacrilatos monofuncionales y difuncionales (36wt%). Las cargas son dióxido de silicio y copolímeros altamente dispersos (62,6wt%). El flúor (1500 ppm), los iniciadores, los estabilizadores y los pigmentos (0,6wt%) son ingredientes adicionales.

HEMA: metacrilato de hidroxietilo; GPDM: dimetacrilato de glicero-fosfato; PAMM: metacrilato de monoetilo de ácido ftálico; TEGDMA: dimetacrilato de trietilenglicol; UDMA: dimetacrilato de uretano; bisGMA: metacrilato de bisfenol A-glicidilo; YF: fluoruro de iterbio; CQ: Camphorquinone; UV: ultravioleta; MDP: metacriloxidecyl dihydrogen phosphate; DDMA: dodecandiol-dimethacrylate; BHT: butylated hydroxytoluene; META: methacryloyloxyethyl-trimellitate-anhydride; DBP: dibenzoyl peroxide; BP: benzoylperoxide; EDTA: Ethylenediaminetetraacetic acid; wt. %: porcentaje en peso; vol. %: porcentaje en volumen.

### 3.3. Resistencia de la adhesión a la microtensión.

Ciento ocho especímenes se dividieron aleatoriamente en nueve grupos (n=12), según la pareja de adhesivo dentinario y cemento de resina (A-C) asignado.



**Diagrama 3.1.** Flujo de preparación y análisis de muestras en los diferentes grupos. SPP: Presión Pulpar Simulada; A + C: Adhesivo + Cemento; DDS: Sellado dental retardado; e IDS: Sellado Dental Inmediato.

Se cortaron muestras de 4 mm de grosor × 10 mm de ancho × 10 mm de longitud a partir de bloques CAD/CAM Lava<sup>TM</sup> Ultimate (3M ESPE, St. Paul, Minnesota, EE.UU.) mediante una máquina de corte a baja velocidad bajo refrigeración con agua, a fin de obtener una superficie uniforme para la adhesión (Figura 3.1.).


Figura 3.1. Preparación de muestras de Lava<sup>™</sup> Ultimate (3M ESPE, St. Paul, Minnesota, USA) mediante una máquina de corte a baja velocidad.

A continuación, cada grupo se dividió en 3 subgrupos (n=4) para cada protocolo de sellado de la dentina:

1. Protocolo 1 (IDS1): Se aplicó un agente adhesivo en cada espécimen y luego se cementó un bloque de Lava<sup>TM</sup> Ultimate a superficies de dentina plana con el cemento de resina correspondiente (Figura 3.2.).



Figura 3.2. Cementación de Lava Ultimate block inmediatamente después de la preparación.

2. Protocolo 2 (DDS): La superficie dentinaria oclusal de cada espécimen se cubrió con una capa de material de restauración provisional de 3 mm de grosor (Telio CS onlay, Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein) y se polimerizó durante 15 segundos. Posteriormente (Figura 3.3. A), los especímenes se dejaron bajo SPP a temperatura ambiente. Después de dos semanas, se retiró la obturación provisional y se limpió la superficie de la dentina con un cepillo bajo irrigación de agua y, finalmente, se aplicó el adhesivo dentinario y se cementó un bloque de Lava<sup>™</sup> Ultimate con el cemento de resina correspondiente (Figura 3.3. B).



Figura 3.3. A, Superficie de dentina cubierta con una capa de material de restauración provisional (Telio CS onlay, Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein); B, Cementación Lava™ Ultimate.

3. Protocolo 3 (IDS2): El agente adhesivo se aplicó inmediatamente después de la preparación y se fotopolimerizó, luego la capa adhesiva se cubrió con gel de glicerina y se volvió a fotopolimerizar otros 10 segundos para evitar el OIL (Figura 3.5. A). Finalmente, la dentina oclusal se cubrió con 3mm de grosor con material de restauración provisional como en el protocolo 2 (Figura 3.3. A). Después de dos semanas, se retiró la obturación provisional y la dentina oclusal se pulió con polvo limpiador Prophy Mate "Carbonato de calcio" usando una pieza de mano Perio-Mate (NSK, Kanuma, Tochigi, Japón) (Figura 3.4) durante 1min y se aplicó una nueva capa de adhesivo la cual se polimerizó (Magne *et al* 2005) (Figura 3.5. B). Por último, se cementó un bloque de Lava<sup>™</sup> Ultimate con el correspondiente cemento de resina (Figura 3.3. B).



Figura 3.4: Perio-Mate (NSK, Kanuma, Tochigi, Japón)



**Figura 3.5. A,** La capa adhesiva se cubrió con gel de glicerina y se fotopolimerizó otros 10 segundos; B, La dentina oclusal se pulió con polvo limpiador Prophy Mate "Carbonato de Calcio" usando la pieza de mano Perio-Mate (NSK, Kanuma, Tochigi, Japón).

Todos los adhesivos universales se aplicaron frotando la superficie de la dentina y siguiendo las recomendaciones del fabricante. Los adhesivos se fotopolimerizaron, utilizando la lámpara Bluephase (Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein) con una potencia de 1200 mW/cm<sup>2</sup>.

Antes de la cementación, la superficie de cada espécimen de Lava<sup>TM</sup> Ultimate se sometió a un chorreado de arena (Bio-Art Microblaster) con partículas de 50 µm de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> durante 2 minutos (Figura 3.6.), se limpió con ultrasonidos durante 5 minutos en agua destilada y se secó con aire. Se aplicó el Silano RelyX<sup>TM</sup> Ceramic Primer (3M ESPE) durante 1min según las instrucciones del fabricante, después se aplicó una nueva capa de adhesivo y se evaporó el disolvente dejándolo sin fotopolimerizar. Cada muestra de Lava<sup>TM</sup> Ultimate se cementó sobre el sustrato de dentina con el cemento de resina correspondiente. El procedimiento de cementación se realizó bajo una presión constante de 1 kg (0,098 MPa) mediante una pesa metálica hasta que se completó el fraguado del cemento. La fuerza de asentamiento se aplicó durante los primeros 5 minutos dejando que el material fraguara por autocurado (Mazzitelli *et al* 2008), y siendo fotopolimerizado por su parte superior durante 40 segundos con una unidad de polimerización LED Bluephase (Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein). Finalmente, las muestras se dejaron bajo SPP a temperatura ambiente durante 24 horas.



**Figura 3.6.** Microarenador Bio-Art con punta fija y aguja eyectora a 138º Se utilizó para el acondicionamiento de la superficie interna de los bloques Lava Ultimate.

Posteriormente, los especímenes se seccionaron verticalmente en barras de 1x1mm<sup>2</sup> con una máquina de corte de tejidos duros Accutom-50 (Struers, Copenhague, Dinamarca). El grosor de cada barra se midió mediante un calibre digital (Figura 3.7.).



Figura 3.7. Calibre digital para medir el espesor de cada barra.

Además, es importante asegurarse de que tenemos la longitud de barra adecuada para la fijación a la plantilla. La cámara pulpar de todos los especímenes fue llenada con composite fluido (Hidehiko Sano *et al* 2020) (Figura 3.8.).



Figura 3.8. La cámara pulpar fue obturada con composite fluido para asegurar la longitud adecuada de las barritas para su posterior fijación en la probeta de ensayo.

Las muestras se pegaron con gel de cianoacrilato (Superglue 3 Gel, Loctite, Henkel, Düsseldorf, Alemania) a un dispositivo de ensayo para microtracción (Figura 3.9. A). Las muestras se evaluaron en una máquina universal Instron 3345 (Instron, Norwood, Massachusetts, EE.UU.) a una velocidad de cruceta de 0,5 mm/min hasta el punto de fallo (Figura 3.9. B).



**Figura 3.9. A,** Muestras pegadas a la probeta de ensayo con gel de cianoacrilato; B, Muestra testada en una máquina universal Instron 3345 (Instron, Norwood, Massachusetts, USA) hasta el punto de fallo.

#### 3.3.1. Análisis de fallos.

Las superficies fracturadas se inspeccionaron bajo aumento (40x) con un microscopio estereoscópico (Olympus SZ60, Tokio, Japón) para determinar la causa del fallo. Estos se clasificaron como fracaso cohesivo de la dentina (D), en la interfase dentina/cemento de resina (DC), en la interfase Lava Ultimate/cemento de resina (LC), e híbrido (H) mezcla entre ambas superficies siguiendo la guía de la Academia de Materiales Dentales (Armstrong *et al* 2017a). Para el análisis estadístico se descartaron los fracasos D y se seleccionaron solo los fracasos DC y H, ya que representan la adhesión real de la interfase adhesiva de la dentina. Los valores de µTBS en los fallos LC serían considerablemente más altos que los reportados, ya que la interfase adhesiva/dentina fue más resisten en estos casos. De igual manera, los especímenes con fracaso pre-test (PT) fueron incluidos en el análisis estadístico con el valor adhesivo más bajo de su grupo experimental, tal como recomienda la Academic of Dental Materials (ADM) (Armstrong *et al* 2017a).

Adicionalmente, muestras representativas de cada grupo se montaron en soportes de aluminio, se metalizaron con oro (Polaron E-5000, Polaron Equipment, Watford, Inglaterra) y se observaron en un microscopio electrónico de barrido (Zeiss DSM 950, Carl Zeiss, Alemania) a 150 y 500 aumentos.

#### 3.4. Grado de conversión (%DC).

Veintisiete especímenes fueron divididos al azar en nueve grupos (n=3). La marca, la composición, el fabricante y los detalles de manipulación de cada material se muestran en la Tabla 3.1. Todos los especímenes fueron preparados de igual manera a la descrita en el apartado 3.1. para exponer una superficie de dentina y conectados a un sistema de SPP.

Cada adhesivo se aplicó en la superficie de la dentina mediante frotamiento, se secó con aire durante 5 segundos y se fotopolimerizó durante 15 segundos utilizando una lámpara Bluephase (Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein) con una potencia de 1200 mW/cm<sup>2</sup>. La distancia entre la unidad de fotopolimerización y la capa adhesiva se estandarizó siendo inferior a 5 mm (Paso 1: P), después la capa de adhesivo aplicado sobre la dentina se cubrió con gel de glicerina y se polimerizó de nuevo durante otros 10 segundos para evitar la capa de inhibida por oxígeno (OIL) (Paso 2: GP). Posteriormente, se utilizó un molde de plástico para colocar una restauración provisional de 3 mm de grosor (Telio CS onlay, Ivoclar Vivadent) que se polimerizó durante 15 segundos, las muestras se dejaron durante dos semanas bajo SPP a temperatura ambiente. Pasado este tiempo se retiraron las obturaciones provisionales (paso 3: 2W) y, a continuación, las muestras se pulieron con el polvo limpiador Prophy Mate "Carbonato de calcio" en una pieza de mano Perio-Mate (NSK, Kanuma, Tochigi, Japón) durante 1 minuto a 3 mm de distancia de la superficie bajo agua y spray de aire, finalmente se lavó la superficie con agua/spray (paso 4: SAA).

Los espectros se obtuvieron utilizando un espectrómetro JASCO NRS-5100 (Jasco Inc, Maryland, EEUU) sobre una mesa antibalanceo, acoplado a un microscopio óptico Olympus y equipado con un detector de dispositivo acoplado y carga ( $1024 \times 256$  píxeles) enfriado por un módulo de efecto Peltier.

Los espectros FT-Raman se obtuvieron utilizando un láser de diodo rojo de 785 nm mantenido a 500 mW. Se adquirieron tres espectros de la superficie adhesiva de cada muestra en cada procedimiento (P, GP, 2W, SAA) en zonas equidistantes sobre una línea imaginaria que pasaba por el eje mesiodistal de la superficie dental, fueron adquiridos entre 1500 y 1750 cm<sup>-1</sup> con una resolución de 1 cm<sup>-1</sup>, un tiempo de exposición de 10 segundos y 10 acumulaciones.

#### 3.4.1. Análisis espectral.

Se realizaron análisis espectrales para el cálculo del %DC de todos los agentes adhesivos en cada procedimiento. El %DC de cada agente adhesivo se calculó comparando el área de determinados picos en los espectros derivados tanto de la resina no fotopolimerizada como de la fotopolimerizada. Tras utilizar una técnica de línea de base estándar, se seleccionó una región de los espectros entre 1575 y 1660 cm<sup>-1</sup>, y se consideraron dos picos para el cálculo del %DC: 1607 cm<sup>-1</sup> (estándar interno de doble enlace de carbono aromático, C=C, el estándar interno que no cambia antes y después de la polimerización) y 1637 cm<sup>-1</sup> (C=C de metacrilato). La %DC se calculó de la siguiente manera: %DC = área/amplitud

%DC = 1 - 
$$\left[ \frac{(1637 \text{ cm}^{-1}/1607 \text{ cm}^{-1}) \text{ despues del curado}}{(1637 \text{ cm}^{-1}/1607 \text{ cm}^{-1}) \text{ antes del curado}} \right] \text{x}100$$

La superposición de picos, sus amplitudes/intensidades y áreas integrados se midieron utilizando el software de ajuste de curvas (Peakfit v4.12, Systat Software, Chicago, IL, EE.UU.). El método de la segunda derivada se utilizó para resolver los cálculos dentro de la región espectral. La amplitud y posición máxima se permitieron variar dentro del 5% y + 2 cm<sup>-1</sup>, respectivamente. El grado de suavizado se estableció en el 10% (algoritmo de Savitzky-Golay), y se utilizó una función mixta Gaussian-Lorentzian.



Ejemplo del calculo del adhesivo Kerr FL en la fase P.



Área después del curado: 180.91110/157.08494 =1.1516 Área antes del curado: 302.67904/115.96408 = 2.6101 1.1516/2.6101 = 0.4412 (1-0.4412) x100= (0.5588) x100= 55.88

#### 3.5. Análisis estadístico.

#### 3.5.1. Resistencia de la adhesión a la microtensión (µTBS)

Se calcularon las medias y las desviaciones estándar para cada uno de los parámetros analizados. La normalidad de la distribución de los datos se comprobó mediante las pruebas de Kolmogorov-Smirnov y Shapiro-Wilk. Debido a que no se encontró una distribución normal de los datos, se utilizaron pruebas no paramétricas. Las comparaciones entre los diferentes adhesivos/cementos de resinas en el mismo protocolo adhesivo se realizaron mediante las pruebas de Kruskal-Wallis y U-Mann Whitney. Asimismo, las comparaciones entre los diferentes protocolos adhesivos se realizaron mediante las pruebas de U-Man Whitney y Kruskal-Wallis. El test de  $\chi^2$  fue utilizado para detectar diferencias entre las frecuencias relativas del tipo de fallo entre los grupos. Por último, se exploró la influencia del tipo de fallo en la µTBS mediante el análisis de supervivencia con riesgo competitivo y la prueba U de Man-Whitney. Todos los análisis estadísticos se realizaron con el programa informático SPSS 24.0 (SPSS Inc., Chicago, EE.UU.) y OriginPro (OriginLab Corporation, Massachusetts, EE.UU.). Se estableció un nivel de significación de p<0,05.

#### 3.5.2. Grado de conversión (%DC)

Se calcularon las medias y las desviaciones estándar del %DC para cada material analizado. La normalidad de la distribución de los datos se exploró mediante la prueba de Shapiro-Wilk. Se realizó un modelo lineal de medidas repetidas, en el que el adhesivo era el factor intersujeto y el tratamiento era el factor intrasujeto. La prueba HDS Tukey post hoc permitió la comparación entre los adhesivos dentinarios. Por último, se utilizó la prueba de t de Student para muestras relacionadas para analizar la influencia de los diferentes procedimientos (P, GP, 2W, SAA) en el %DC de cada adhesivo. La significación se estableció en p<0,05.



# CAPÍTULO

# RESULTADOS

#### 4.1. Resistencia de la adhesión a la microtensión (µTBS).

El test de comparaciones múltiples de Kruskal-Wallis mostró diferencias significativas entre las fuerzas adhesión de las parejas A-C ( $\chi^2$ =113,310; p<0,001), y los protocolos de sellado de la dentina ( $\chi^2$ =12,835; p<0,005).

Las medias, la desviación estándar, la comparación de las parejas A-C mediante la prueba U de Man-Whitney, el número de barritas y el porcentaje de cada tipo de fracaso se muestran en la Tabla 4.1. Kerr FL, Dentsply e Ivoclar tuvieron un buen comportamiento, alcanzando los valores más altos de  $\mu$ TBS en los tres protocolos estudiados. Bisco D, Kerr U y Voco obtuvieron, en general, los peores resultados. El valor más alto lo obtuvo 3M en IDS2 y el más bajo Bisco D en IDS1.

Comparando los tres protocolos adhesivos dentro de cada pareja A-C, Kerr FL, Kerr U y Dentsply no mostraron diferencias estadísticamente significativas. Las medias de adhesión en el protocolo IDS1 con 3M, Voco, Bisco D no mostraron diferencias significativas con respeto a ninguno de los otros protocolos aplicados (DDS y IDS2), sin embargo, sí mostraron diferencias estadísticas significativas con las medias de adhesión del protocolo IDS2. Ivoclar y Coltene obtuvieron con el protocolo IDS1 los valores más altos de µTBS y los más bajos con DDS, siendo esta diferencia estadísticamente significativa, aunque en el caso de Coltene no hubo diferencias entre los protocolos IDS1 e IDS2.

Además, se observó que los valores de la µTBS obtenidos en el protocolo IDS2 fueron mayores que con el protocolo DDS para la mayoría de ellos, aunque estas diferencias solo mostraron valores estadísticamente significativos para 3M, Voco, Bisco D y Coltene. Los resultados también mostraron que 3M, Voco, Bisco U y Coltene tuvieron un comportamiento similar, con valores de adhesión más altos en los protocolos IDS1 y IDS2 que con el protocolo DDS.

Las parejas de A-C que no mostraron diferencias estadísticas significativas entre las estrategias IDS2 y DDS, alcanzaron, en general, los valores más altos de  $\mu$ TBS. Bisco U fue el único en el que los valores de DDS fueron estadísticamente significativos superiores a los de IDS2.

Al comparar los protocolos de sellado inmediato, se observó que ninguna pareja de A-C mostró diferencias estadísticamente significativas entre los protocolos IDS1 e IDS2, excepto para Ivoclar, donde el protocolo IDS1 obtuvo valores de  $\mu$ TBS significativamente más altos.



Figura 4.1. Imágenes representativas de los diferentes tipos de fallo vistos con microscopía electrónica de barrido (SEM) (izquierda) y estereomicroscopio (derecha). A, dentina/ cemento de resina (DC); B. fallo híbrido; C, Lava<sup>TM</sup> Ultimate/cemento de resina (LC). R=cemento de resina; D=dentina; L=Lava<sup>TM</sup> Ultimate. Escala: 500 μm.

Se exploró la significación estadística entre las medias de  $\mu$ TBS de los especímenes con fallos DC+H y los especímenes con fallos en LC. El análisis de supervivencia para riesgo competitivo demostró que los fallos LC podían competir con los adhesivos DC+H. (La tabla 4.1. muestra la comparación entre los valores de  $\mu$ TBS de los fallos DC+H y LC, y la figura 4.1. muestra imágenes representativas de los diferentes tipos de fallos). Kerr aumentaría significativamente los valores de  $\mu$ TBS para los tres protocolos en la interface DC+H porque más del 40 % de los fallos se produjeron en la interface LC en los tres protocolos. Mientras que, 3M e Ivoclar aumentarían los valores de  $\mu$ TBS para DDS e IDS2. Por otra parte, Dentsply para el IDS1 y Coltene para el IDS2, coincidiría con todos estos grupos con valores altos de  $\mu$ TBS y alto porcentaje de fracturas en la interface LC. Las parejas A-C con bajos valores de  $\mu$ TBS no se esperarían valores de adhesión más elevados, excepto para Bisco U en IDS1 e IDS2.

	DC+H	LC					
	IDS1	DDS	IDS2	IDS1	DDS	IDS2	
OptiBond FL/ Maxcem (Kerr)	19.11 ± 9.32 <b>A,1,2*</b>	21.70±10.18 <b>A,3</b> *	18.46 ±10.67 <b>A,3</b> *	26.75 <u>+</u> 6.34 *	29.48 + 9.44 *	27.59 <u>+</u> 10.00 *	
OptiBond Universal/ Maxcem (Kerr U)	15.47 <u>+</u> 7.48 <b>A,1</b>	12.96 <u>+</u> 9.79 <b>A,1</b>	14.75 ± 6.19 <b>A,1,2</b>	18.00 <u>+</u> 6.94	10.88 <u>+</u> 4.97	15.69 <u>+</u> 10.43	
Prime& Bond active universal / Calibra Ceram (Dentsply)	20.16 <u>+</u> 12.97 <b>A,1,2</b> *	18.89 <u>+</u> 10.78 <b>A,2,3</b>	17.71 <u>+</u> 7.57 <b>A,2,3</b>	32.09 <u>+</u> 10.01 *	24.91 <u>+</u> 10.97	21.86 <u>+</u> 9.80	
Scotchbond Universal Adhesive/ Relyx Ultimate (3M)	20.02 <u>+</u> 10.56 <b>A,B,1,2</b>	16.43 <u>+</u> 11.03 <b>A,1,2</b> *	24.47 <u>+</u> 11.17 <b>B,4</b> *	23.57 ± 9.10	28.10 <u>+</u> 12.75 *	33.19 <u>+</u> 10.46 *	
Future bond Universal single bond / Rebilda DC Cement (Voco)	14.80 <u>+</u> 5.57 <b>A,B,1</b>	13.52 + 5.32 <b>A,1</b>	17.43 ± 5.98 <b>B,3</b>	17.69 <u>+</u> 8.04	12.47 <u>+</u> 3.08	16.47 ± 5.76	
Universal Primer Dual Cured Adhesive/ Duo-Link (Bisco D)	8.51 <u>+</u> 4.56 <b>A,B,3</b>	8.57 <u>+</u> 7.11 A,1	11.30 ± 6.17 <b>B,1</b>	8.74 <u>+</u> 4.96	9.30 ± 6.00	12.88 ± 5.07	
All Bond Universal Agent/ Duo- Link (Bisco U)	15.95 <u>+</u> 9.01 <b>A,B,1</b> *	17.39 ± 7.68 <b>A,2</b>	13.64 ± 6,81 <b>B,1*</b>	28.91 <u>+</u> 19.26 *	18.72 <u>+</u> 9.88	18.17 ± 6.21 *	

Tabla 4.1. Medias y desviación estándar de  $\mu$ TBS (MPa).

Ivoclar Adhese Universal/ Variolink (Ivoclar)	24.37 ± 8.92 <b>B,2</b>	19.17 <u>+</u> 10.69 <b>A,2,3</b> *	20.08 ± 8.71 <b>A,3</b> *	28.77 ± 0.19	26.51 ± 9.72 *	24.64 <u>+</u> 8.55 *
One Coat 7 Universal/ Solocem (Coltene)	24.32 ± 1.35 <b>B,2</b>	15.69 ± 9.46 <b>A,1,2</b>	19.58 ± 6.79 <b>B,3</b>	23.76 ± 3.79	17.19 ± .023	23.35 ± 7.53

Letras diferentes en las filas indican diferencias significativas entre los protocolos del mismo A-C. Números diferentes en la misma columna indican diferencias significativas entre A-C en la misma estrategia adhesiva. \*Indica diferencias significativas entre los tipos de fallos en la misma A-C y estrategia adhesiva.

	DC+H	LC				
	IDS1	DDS	IDS2	IDS1	DDS	IDS2
OptiBond FL/ Maxcem (Kerr)	24.4% (11)*	56.9% (37)*	50.6% (37)*	75.5% (34)*	41.5% (27)*	47.9% (35)*
OptiBond Universal/ Maxcem (Kerr U)	67.8% (38)	74.2% (26)	67.6% (44)	30.3% (17)	25.7% (9)	24.6% (16)
Prime& Bond active universal / Calibra Ceram (Dentsply)	57.1% (24)*	64.1% (25)	64.9% (37)	35.7% (15)*	33.3% (13)	35% (20)
Scotchbond Universal Adhesive/Relyx Ultimate (3M)	46.2% (25)	73.9% (51)*	53.75% (43)*	50% (27)	26% (18)*	43.7% (35)*

### **Table 4.2.** Porcentaje de cada tipo de fallo (número de barritas).

Future bond Universal single bond /Rebilda DC Cemento (Voco)	45% (23)	87.8% (36)	68.1% (45)	47% (24)	12.1% (5)	16.6% (11)
Universal Primer Dual Cured Adhesive/ Duo-Link (Bisco D)	21.2% (10)	67.2% (39)	83% (49)	78.7% (37)	32.7% (19)	15.2% (9)
All Bond Universal Agente/ Duo-Link (Bisco U)	75.9% (41)*	76.9% (40)	75% (42)*	22.2% (12)*	21.1% (11)	25% (14)*
Ivoclar Adhese Universal/ Variolink (Ivoclar)	44.4% (32)	48.5% (33)*	55.1% (43)*	55.5% (40)	51.4% (35)*	43.5% (34)*
One Coat 7 Universal/ Solocem (Coltene)	59.3% (38)	76.4% (56)	75.5% (38)	28.1% (18)	20.4% (17)	27.2% (18)
* Indica las diferencias significativas entre los tipos de fallos en la misma A-C y la misma estrategia adhesiva.						



# **OptiBond FL/Maxcem (Kerr)**

**Figura 4.2.** Cuando se utilizaron los valores de resistencia adhesiva de los patrones de fractura DC + H, no hubo diferencias estadísticamente significativas entre los valores de  $\mu$ TBS obtenidos en los tres protocolos (IDS1=IDS2=DDS). Por otro lado, al evaluar los valores de resistencia adhesiva de las barritas con patrones de fractura LC, se observó que los valores de  $\mu$ TBS esperados en la interface adhesiva (DC + H) serían significativamente mayores en los tres protocolos estudiados.



Imagen SEM de un patrón de fractura H de una muestra del grupo DDS cementada con Optibond FL/ Maxcem Elite, la cual se fracturó a 27,5 MPa. A) Aumento 150X, fractura tipo H donde más del 50 % de la superficie se rompió entre el cemento de resina y Lava, B) La ampliación de 500X permite ver la superficie de cemento de resina. (D=dentina, RC=cemento de resina).



Imagen SEM de un patrón de fractura H, en una muestra del grupo IDS1 cementada con Optibond FL/ Maxcem Elite y fracturada a 73,6 MPa. A) Aumento 150X, fractura tipo H donde más del 90 % de la superficie se rompió entre el cemento de resina y Lava, B) La ampliación de 500X permite ver la superficie de cemento de resina. (RC= cemento de resina).



Imagen SEM de un patrón de fractura H en un espécimen del grupo IDS2 cementado con Optibond FL/ Maxcem Elite que se fracturó a 26,6 MPa. A) Aumento 150X, fractura de tipo H donde más del 50 % de la superficie se rompió entre el cemento de resina y Lava, B) Aumento 500X, se observa restos de cemento de resina sobre la superficie de dentina. (D=dentina, RC=cemento de resina).



# **OptiBond U/Maxcem (Kerr U)**

**Figura 4.3.** Cuando se utilizaron los valores de resistencia adhesiva de los patrones de fractura DC + H, no se encontraron diferencias estadísticamente significativas entre los valores de  $\mu$ TBS obtenidos en los tres protocolos (IDS1= IDS2 = DDS). Por otro lado, al evaluar los valores de resistencia adhesiva de las barritas con patrón de fractura LC, se observó que los valores de  $\mu$ TBS esperados en la interface adhesiva (DC + H) no serían significativamente mayores en los tres protocolos estudiados.



Imagen SEM de un patrón de fractura H de una muestra del grupo DDS cementada con Optibond U/ Maxcem Elite que se fracturó a 23,4 MPa. A) Aumento 150X, fractura tipo H donde más del 80 % de la superficie falló entre el cemento de resina y Lava, B) Aumento 500X, se observa la superficie de Cemento de Resina. (D=dentina, RC=cemento de resina).



Imagen SEM de un patrón de fractura LC en una muestra del grupo IDS1 cementada con Optibond U/ Maxcem Elite que se fracturó a 43.8 MPa. A) Aumento 150X, fractura tipo LC biselada en el grosor del cemento, B) Aumento 500X, se observa la superficie de cemento de resina. (RC=cemento de resina).



Imagen SEM de un patrón de fractura LC en un espécimen del grupo IDS2 cementado con Optibond FL/ Maxcem Elite y fracturado a 43,8 MPa. A) Aumento 150X, fractura tipo LC donde se aprecia la fractura entre el cemento de resina y Lava, B) Aumento 500X, se observa la superficie del cemento de resina. (RC=cemento de resina).



Prime & Bond active universal/Calibra Ceram (Dentsply)

**Figura 4.4.** Cuando se utilizaron los valores de resistencia adhesiva de los patrones de fractura DC + H, no se encontraron diferencias estadísticamente significativas entre los valores de  $\mu$ TBS obtenidos en los tres protocolos (IDS1= IDS2 = DDS). Por otro lado, al evaluar los valores de resistencia adhesiva de las barritas con patrón de fractura LC los valores de  $\mu$ TBS esperados en la interface adhesiva serían significativamente mayores en el protocolo IDS1, y no habría diferencias significativas para los protocolos DDS e IDS2, aunque los valores obtenidos fueron más altos.



Imagen SEM de un patrón fractura H de un espécimen del grupo DDS cementado con Prime&Bond Active universal/Calibra Ceram que se fracturó a 20,9 MPa. A) Aumento 150X, patrón de fractura tipo H donde más del 50 % de la superficie se rompió entre la dentina y el cemento de resina, B) Aumento 500X, se observa que restos de cemento de resina sobre la superficie de dentina. (D=dentina, RC=cemento de resina).



Imagen SEM de un patrón de fractura H de un espécimen del grupo IDS1 cementado con Prime&Bond Active universal/Calibra Ceram y fracturado a 8.2 MPa. A) Aumento 150X, patrón de fractura tipo H donde la mayoría del fallo ocurrió entre la dentina y el cemento de resina, B) Aumento 500X, restos de cemento de resina sobre la superficie de dentina. (D=dentina, RC=cemento de resina).



Imagen SEM de un patrón de fractura H de un espécimen del grupo IDS2 cementado con Prime&Bond Active universal/Calibra Ceram y fracturado a 20,9 MPa. A) Aumento 150X, patrón de fractura tipo H donde más del 70% de la superficie se rompió entre la dentina y el cemento de resina, B) Aumento 500X, restos de cemento de resina sobre la superficie de dentina. (D=dentina, RC=cemento de resina).



## Scotchbond Universal Adhesive/Relyx Ultimate (3M)

**Figura 4.5.** Cuando se utilizaron los valores de resistencia adhesiva de los patrones de fractura DC+H, IDS2 mostró los valores más altos de  $\mu$ TBS, aunque estos valores no fueron estadísticamente diferentes de los obtenidos en el protocolo IDS1. IDS1 se mostró igual que DDS. Por otro lado, al evaluar los valores de resistencia adhesiva de las barritas con patrón de fractura LC, los valores de  $\mu$ TBS esperados en la interface adhesiva serían significativamente mayores para los protocolos IDS2 y DDS, y esto no ocurriría para el protocolo IDS1.



Imagen SEM de un patrón de fractura DC de un espécimen del grupo DDS cementado con Scotchbond Universal Adhesive/Relyx Ultimate que se fracturó a 52,7 MPa. A) Aumento 150X, superficie fracturada entre la dentina y el cemento de resina (DC), B) Aumento 500X, superficie de la dentina. (D=dentina).



Imagen SEM de un patrón de fractura H de un espécimen del grupo IDS1 cementado con Scotchbond Universal Adhesive/Relyx Ultimate fracturado a 15,0 MPa. A) Aumento 150X, fractura de tipo H donde la mayoría del fallo ocurrió entre la dentina y el cemento de resina. B) Aumento 500X, restos de cemento de resina sobre la superficie dentinaria (D=dentina, RC=cemento de resina).



Imagen SEM de un patrón de fractura H de una muestra del grupo IDS2 cementada con Scotchbond Universal Adhesive/Relyx Ultimate que se fracturó a 49.2 MPa. A) Aumento 150X, patrón de fractura tipo H donde la mayoría del fallo ocurrió entre la dentina y el cemento de resina, B) Aumento 500X, restos de cemento de resina sobre la superficie de dentina. (D=dentina, RC=cemento de resina).



#### Future bond Universal single bond/Rebilda DC Cement (Voco)

**Figura 4.6.** Cuando se utilizaron los valores de resistencia adhesiva de los patrones de fractura DC+H, IDS2 mostró los valores más altos de  $\mu$ TBS, aunque estos valores no fueron estadísticamente diferentes de los obtenidos en el protocolo IDS1. IDS1 mostró valores estadísticamente similares a DDS. Por otro lado, al evaluar los valores de resistencia adhesiva de las barritas con patrón de LC, ninguno de los valores de  $\mu$ TBS esperados en la interface adhesiva serían significativamente mayores que los obtenidos con los patrones de fractura DC+H.



Imagen SEM de un patrón de fractura H de un espécimen del grupo DDS cementada Future Bond/ Rebilda DC que se fracturó a 13,4 MPa. A) Aumento 150X, fractura tipo H donde más del 50 % de la superficie falló entre el cemento de resina y Lava. B) Aumento 500X, restos de cemento de resina sobre la superficie de la dentina. (D=dentina, RC=cemento de resina).



Imagen SEM de un patrón de fractura DC de un espécimen del grupo IDS1 cementado con Future Bond/Rebilda DC y fracturado a 23.5 MPa. A) Aumento 150X, fractura tipo DC donde más del 70 % de la superficie falló entre la dentina y el cemento de resina, B) Aumento 500X, remanente de restos de cemento de resina sobre la superficie de dentina (D=dentina, RC=cemento de resina).



Imagen SEM de un patrón de fractura H de una muestra del grupo IDS2 cementada con adhesivo Future Bond/ Rebilda DC que se fracturó a 28,3 MPa. A) Aumento 150X, fractura tipo H donde más del 70% de la superficie fallo entre la dentina y el cemento de resina, B) Aumento 500X donde se aprecia el remanente de restos de cemento de resina sobre la superficie dentinaria (D=dentina, RC=cemento de resina).



# Primer Dual Adhesive/Duo-Link (Bisco D)

**Figura 4.7.** Cuando se utilizaron los valores de resistencia adhesiva de los patrones de fractura DC+H, IDS2 mostró los valores más altos de  $\mu$ TBS, aunque estos valores no fueron estadísticamente diferentes de los obtenidos en el protocolo IDS1. IDS1 obtuvo estadísticamente lo mismos resultados que DDS. Por otro lado, al evaluar los valores de resistencia adhesiva de las barritas con patrón de fractura LC, ninguno de los valores de  $\mu$ TBS esperados en la interface adhesiva serían significativamente mayores que los obtenidos en la interface DC+H.



Imagen SEM de un patrón de fractura H de un espécimen del grupo DDS cementado con Universal Primer Dual Adhesive /Duo-Link Universal, el cual se fracturó a 25,1 MPa. A) Aumento 150X, fractura tipo H donde más del 50% de la superficie se rompió entre el cemento de resina y Lava, B) Aumento 500X donde se aprecian restos de cemento de resina sobre la superficie dentinaria. (D=dentina, RC=cemento de resina).



Imagen SEM de un patrón de fractura LC de un espécimen del grupo IDS1 cementado con Universal Primer Dual Adhesive /Duo-Link Universal y fracturado a 31,4 MPa. A) Aumento 150X, fractura tipo LC el fallo ocurrió entre el cemento de resina y Lava, B) Aumento 500X donde se puede ver la superficie del cemento de resina. (RC=cemento de resina).



Imagen SEM de un patrón de fractura H en un espécimen del grupo IDS2 cementado con Universal Primer Dual Adhesive /Duo-Link Universal y fracturado a 10,3 MPa. A) Aumento 150X, fractura tipo H donde la mayoría del fallo ocurrió entre la dentina y el cemento de resina, B) Aumento 500X, restos de cemento de resina sobre la superficie dentinaria. (D=dentina, RC=cemento de resina).



# All-Bond Universal Agent/Duo-Link (Bisco U)

**Figura 4.8.** Cuando se utilizaron los valores de resistencia adhesiva de los patrones de fractura DC+H, DDS mostró los valores más altos de  $\mu$ TBS, aunque estos valores no fueron estadísticamente diferentes de los obtenidos en el protocolo IDS1. IDS1 también mostró estadísticamente los mismos resultados que IDS2. Por otro lado, al evaluar los valores de resistencia adhesiva las barritas con patrón de fractura LC, solo en los grupos IDS1 e IDS2 los valores de  $\mu$ TBS esperados en la interface adhesiva serían significativamente mayores que los obtenidos en la interface DC+H.



Imagen SEM de un patrón de fractura H en una muestra del grupo DDS cementada con All Bond Universal Agent/ Dou-Link que fracturó a 37,8 MPa. A) Aumento 150X, fractura de tipo H donde más del 50% de la superficie falló entre la dentina y el cemento de resina, B) Aumento 500X, restos de cemento de resina sobre la superficie dentinaria (D=dentina, RC=cemento de resina).



Imagen SEM de un patrón de fractura LC en un espécimen del grupo DDS cementado con All Bond Universal Agent/ Dou-Link que fracturó a 45.2 MPa. A) Aumento 150X, fractura tipo LC que falló entre el cemento de resina y Lava, B) Aumento 500X, superficie del cemento de resina (RC=cemento de resina).



Imagen SEM de un patrón de fractura H en un espécimen del grupo IDS2 cementada con All Bond Universal Agent/ Dou-Link que falló a 29,9 MPa. A) Aumento 150X, fractura tipo H donde más del 50% de la superficie falló entre la dentina y el cemento de resina, B) Aumento 500X, restos de cemento de resina sobre la superficie dentinaria (D=dentina, RC=cemento de resina).



### Ivoclar Adhese Universal/Variolink (Ivoclar)

**Figura 4.9.** Cuando se utilizaron los valores de resistencia adhesiva de los patrones de fractura DC+H, IDS1 mostró los valores más altos de  $\mu$ TBS con respecto a los otros dos grupos (DDS e IDS2), aunque los valores de DDS e IDS no fueron estadísticamente diferentes (IDS1> DDS = IDS2). Por otro lado, al evaluar los valores de resistencia adhesiva de las barritas con patrón de fractura LC, solo en los grupos DDS e IDS2 los valores de  $\mu$ TBS esperados en la interface adhesiva serían significativamente mayores que los obtenidos en la interface DC+H.



Imagen SEM de un patrón de fractura LC en un espécimen del grupo DDS cementado con Ivoclar Adhese Universal/Variolink y que se fracturó a 46,5 MPa. A) Aumento 150X, fractura tipo LC que falló entre el cemento de resina y el bloque de Lava, B) Aumento 500X, se observa la superficie de cemento de resina (RC=cemento de resina).



Imagen SEM de un patrón de fractura H en un espécimen del grupo IDS1 cementado con Ivoclar Adhese Universal/Variolink que fracturó a 48.1 MPa. A) Aumento 150X, fractura tipo H donde más del 50% de la superficie falló entre la dentina y el cemento de resina, B) Aumento 500X, se observa la superficie del cemento de resina (D=dentina, RC=cemento de resina).



Imagen SEM de un patrón de fractura LC en un espécimen del grupo IDS2 cementado con Ivoclar Adhese Universal/Variolink que fracturó a 44.1 MPa. A) Aumento 150X, fractura tipo LC que falló entre el cemento de resina y el bloque de Lava, B) Aumento 500X, se observa la superficie del cemento de resina (RC=cemento de resina).



One Coat 7 Universal/Solocem (Coltene)

**Figura 4.10.** Cuando se utilizaron los valores de resistencia adhesiva de los patrones de fractura DC+H, IDS1 e IDS2 mostraron los valores de  $\mu$ TBS más altos y estadísticamente significativos con respecto a DDS, (IDS1 = IDS2> DDS). Por otro lado, al evaluar los valores de resistencia adhesiva de las barritas con patrón de fractura (LC), los valores de  $\mu$ TBS esperados en la interface adhesiva DC+H no serían significativamente mayores en los tres protocolos estudiados.



Imagen SEM de un patrón de fractura H en un espécimen del grupo DDS cementado con One coat7 Universal/ Solocem que fracturó a 17.4 MPa. A) Aumento 150X, fractura tipo H donde más del 50% de la superficie falló entre la dentina y el cemento de resina, B) Aumento 500X, se observa la superficie de cemento de resina (D=dentina, RC=cemento de resina).



Imagen SEM de un patrón de fractura H en un espécimen del grupo IDS1 cementado con One coat7 Universal/ Solocem que fracturó a 22,0 MPa. A) Aumento 150X, fractura tipo H donde más del 80 % de la superficie falló entre la dentina y el cemento de resina, B) Aumento 500X, se observan restos de cemento de resina sobre la superficie dentinaria (D=dentina, RC=cemento de resina).



Imagen SEM de un patrón de fractura H en un espécimen del grupo IDS2 cementada con One coat7 Universal/ Solocem y que fracturó a 37,3 MPa. A) Aumento 150X, fractura tipo H donde más del 70% de la superficie falló entre el cemento de resina y el bloque de Lava, B) Aumento 500X, se observa la superficie del cemento de resina (D=dentina, RC=cemento de resina).


**Figura 4.11.** Gráfico de barras que representa los tipos de fallo en el Protocolo 1 (IDS1). D, fractura en la dentina; DC, fractura entre la dentina y el cemento; LC, fractura entre el bloque de lava y el cemento; H, fractura mixta.



**Figura 4.12.** Gráfico de barras que representa los tipos de fallo en el Protocolo 2 (DDS). D, fractura en la dentina; DC, fractura entre la dentina y el cemento; LC, fractura entre el bloque de lava y el cemento; H, fractura mixta.



**Figura 4.13.** Gráfico de barras que representa los tipos de fallo en el Protocolo 3 (IDS2). D, fractura en la dentina; DC, fractura entre la dentina y el cemento; LC, fractura entre el bloque de lava y el cemento; H, fractura mixta.

## 4.2. Grado de conversión %DC.

La tabla 4.3. resume el %DC obtenido en todos los adhesivos dentinarios estudiados en cada uno de los pasos clínicos de la técnica de sellado dentinario inmediato. Todos los agentes adhesivos universales estudiados obtuvieron un %DC superior al 60% después de la fotopolimerización inicial durante 15 segundos (P) excepto para Prime& Bond active universal (58,4%). All Bond Universal Agent y One Coat 7 Universal obtuvieron los valores significativamente más altos con un %DC>75%. El adhesivo de tres pasos de grabado y lavado OptiBond FL junto con Universal Primer Dual Cured Adhesive obtuvieron valores de %DC<60% después de la polimerización inicial.

La fotopolimerización adicional durante 10 segundos después de aplicar la glicerina (GP) logró valores de %DC superiores al 70% para el adhesivo de tres pasos de grabado y lavado OptiBond FL, y todos los adhesivos Universales excepto para Prime& Bond Active universal (62,6%). All Bond Universal Agent, Adhese Universal y One Coat 7 Universal alcanzaron valores de %DC superiores al 85%, los cuales fueron estadísticamente mejores que el resto de los adhesivos. Los valores de Future-bond Universal single bond (78,5 %) fueron significativamente más altos que los del otro adhesivo de curado dual, Universal Primer Dual Cured Adhesive (68,0 %).

A las dos semanas, la mayoría de los adhesivos Universales, el adhesivo de tres pasos de grabado y lavado OptiBond FL, Universal Primer Dual Cured Adhesive y Future-bond Universal single bond de curado dual, obtuvieron valores de %DC por encima del 80 % y estadísticamente superiores a los de OptiBond Universal. Asimismo, Prime& Bond Active universal obtuvo unos valores de %DC en torno al 70% sin mostrar diferencias significativas con respecto a OptiBond Universal.

Después de la abrasión con aire suave, la mayoría de los adhesivos Universales, el adhesivo de tres pasos de grabado y lavado OptiBond FL, y los de curado dual Universal Primer Dual Cured Adhesive y Future-bond Universal single bond mantuvieron altos niveles de %DC alrededor o por encima del 80%. Adhese Universal y All Bond Universal Agent mantuvieron valores de %DC estadísticamente más altos.

Analizando el %DC de cada adhesivo (Tabla 4.3), se han observado diferencias significativas en la cinética de polimerización de los diferentes adhesivos Universales. El %DC obtenido para OptiBond Universal, Scotchbond Universal Adhesive y All Bond Universal Agent después de la polimerización inicial (P) se mantuvo sin cambios estadísticamente significativos después de 2 semanas (2W). Para Adhese Universal el %DC aumentó de forma estadísticamente significativa después de la polimerización adicional

de 10 segundos sobre glicerina (GP) para permanecer sin cambios respecto a las fases sucesivas. El mismo comportamiento tuvo el adhesivo de tres pasos de grabado y lavado OptiBond FL. En cambio, para One Coat 7 Universal y Prime& Bond Active universal el aumento significativo del %DC se produjo durante 2 semanas (2W). El adhesivo de doble curado Universal Primer Dual Cured Adhesive y Future-bond Universal single bond aumentaron el %DC progresivamente en cada uno de los pasos clínicos.

Table 4-3	Р	GP	2W	SB
OptiBond FL	53.7(7.6)	71.1(5.7)	81.4(12.3)	81.7(13.8)
(Kerr)	A, 4	B, 3	B, 1,3	<b>B</b> , 3,4
OptiBond Universal	74.3(11.6)	79.9(7.1)	70.1(21.3)	78.2(11.2)
(Kerr U)	A, 2	A, 2	<b>A</b> , 3,4	<b>A</b> , 3,4
Prime& Bond active	58.4(13.2)	62.6(12.6)	70.4(6.2)	76.3(11.4)
universal (Dentsply)	A, 3,4	A,B, 3	<b>B</b> , 2,4	B, 4
Scotchbond Universal Adhesive (3M)	70.6(11.8) A, 2,3	73.6(19) A, 1,2,3	78.6(15.2) A,B, 1,2,3	84.3(9.7) B, 2,3,4
Future-bond Universal single bond (Voco)	64.5(17.6) <b>A</b> , 2,3,4	78.5(5.4) B, 2	88.9(6) C, 1	84.7(14.3) A,B,C, 1,2,3,4
Universal Primer Dual Cured Adhesive (BiscoD)	57.2(12.7) <mark>A,</mark> 4	68(4.6) B, 1,3	86.6(5.11) C, 1,3	87.8(3.6) <b>C</b> , 2,3
All Bond Universal Agent	86.7(7.4)	88.1(4)	76(19)	89.2(7.8)
(Bisco U)	A, 1	A, 1	A, 1,2,3	A, 1,2
Ivoclar Adhese Universal	72.4(11.9)	87.7(5.3)	86.7(12.4)	93.1(5.6)
(Ivoclar)	A, 2	B, 1	<b>B</b> , 1,3	B, 1
One Coat 7 Universal	76.7(13.2)	88.4(5.3)	84(10.9)	76.7(18.8)
(Coltene)	A, 1,2	A,B, 1	B, 1,3	A,B, 2,3,4

**Tabla 4.3.** Media y SD del porcentaje de grado de conversión (%DC) de los adhesivos dentinarios en los diferentes pasos clínicos de la técnica SDI.

En las filas, las letras diferentes indican diferencias estadísticamente significativas entre las distintas fases del mismo adhesivo. En las columnas, los números diferentes indican diferencias estadísticamente significativas entre los adhesivos. Significación p<0,05.



## Grado de conversión Optibond FL

**Figura 4.15.** Gráfico de líneas que representan la comparación de los espectros FT-Raman de OptiBond FL en los diferentes pasos clínicos del SDI. El nivel de conversión fue del 53,7% después de la fotopolimerización inicial durante 15 segundos, la polimerización adicional durante 10 segundos con aplicación de glicerina (GP) aumentó significativamente el nivel de conversión hasta el 71,1%, después de 2 semanas (2W) y la abrasión suave con aire (SB). Aunque el nivel de conversión aumentó, este aumento no fue significativo.



## Grado de Conversión de OptiBond U

**Figura 4.16.** Gráfico de líneas que representan la comparación de los espectros FT-Raman de OptiBond Universal en los diferentes pasos clínicos del SDI. El %DC fue de 74,3% después de la fotopolimerización inicial durante 15 segundos, después de la polimerización adicional durante 10 segundos con aplicación de glicerina (GP) el nivel de conversión fue de 79,9%, a las 2 semanas (2W) el nivel de conversión fue de 70,1%, y después de la abrasión suave con aire (SB) 78,2%. No hubo diferencias estadísticamente significativas en el %DC obtenido en los diferentes pasos clínicos del SDI.



## Grado de conversión de Prime&Bond active Universal

**Figura 4.17.** Gráfico de líneas que representa la comparación de los espectros FT-Raman de Prime y Active Universal en los diferentes pasos clínicos del SDI. El nivel de conversión fue de 58,4 % después de la fotopolimerización inicial durante 15 segundos (P), la polimerización adicional durante 10 segundos con aplicación de glicerina (GP) aumentó el %DC a 62,6 % aunque este aumento no fue estadísticamente significativo, después de 2 semanas (2W) y de la abrasión suave con aire (SB) el nivel de conversión también aumento y fue estadísticamente diferencias con respecto a la polimerización inicial (P).



Grado de conversión de Scotchbond Universal Adhesive

**Figura 4.18.** Gráfico de líneas que representa la comparación de los espectros FT-Raman de Scotchbond Universal Adhesive en los diferentes pasos clínicos del SDI. El nivel de conversión fue del 70,6 % después de la fotopolimerización inicial (P) durante 15 segundos, el nivel de conversión aumentó progresivamente después de la polimerización adicional con glicerina y a las dos semanas, aunque este aumento no fue estadísticamente significativo con respecto a P. Después de abrasión suave con aire el %DC aumentó significativamente con respecto a P y GP.



## Grado de conversión de Future-Bond Universal single bond

**Figura 4.19.** Gráfico de líneas que representa la comparación de los espectros FT-Raman de Future bond Universal en los diferentes pasos clínicos del SDI. El nivel de conversión fue del 64.5 % después de la fotopolimerización inicial (P) durante 15 segundos, el nivel de conversión aumentó progresivamente después de la polimerización adicional con glicerina (GP) y a las dos semanas (2W), y este aumento fue estadísticamente significativo. Después de abrasión suave con aire el %DC disminuyó a 84.7 y no siendo estadísticamente diferente al %DC obtenido en los pasos clínicos P, GP y 2W.



Grado de conversión de Universal Primer Dual Cured Adhesive

**Figura 4.20.** Gráfico de líneas que representa la comparación de los espectros FT-Raman de Universal primer Dual Cured Universal en los diferentes pasos clínicos del SDI. El nivel de conversión fue del 57.2 % después de la fotopolimerización inicial (P) durante 15 segundos, el %DC aumentó de manera estadísticamente significativa después la polimerización adicional por 10 s con glicerina (GP) al 68 % y a las 2 semanas al 86,6 %. Después de la abrasión suave con aire el %DC no fue diferente al obtenido a las 2W.



Grado de Conversión de All Bond Universal Agent

**Figura 4.21.** Gráfico de líneas que representa la comparación de los espectros FT-Raman de All Bond Universal en los diferentes pasos clínicos del SDI. El %DC fue del 86.7 % después de la fotopolimerización inicial (P) durante 15s, después de la polimerización adicional durante 10s con glicerina (GP) el nivel de conversión fue 88.1 %, a las dos semanas (2W) fue 76 %, y después de la abrasión suave con aire (SB) fue 89.2 %, estadísticamente no hubo diferencias significativas entre los diferentes pasos del protocolo de SDI.



### Grado de Conversión de Ivoclar Adhese Universal

**Figura 4.22.** Gráfico de líneas que representa la comparación de los espectros FT-Raman de Ivoclar Adhesive Universal en los diferentes pasos clínicos del SDI. El %DC fue del 72.4 % después de la fotopolimerización inicial (P) durante 15s, después de la polimerización adicional durante 10s con glicerina (GP) el nivel de conversión aumentó significativamente del 87.7 %, después las dos semanas (2W) y después de la abrasión suave con aire (SB) no hubo un aumento significativo en %DC.



## Grado de Conversión de One Coat 7 Universal

Figura 4.23. Gráfico de líneas que representa la comparación de los espectros FT-Raman de One Coat7 Universal en los diferentes pasos clínicos del SDI. El%DC fue del 76.7 % después de la fotopolimerización inicial (P) durante 15 segundos, la polimerización adicional por 10 s con glicerina (GP) aumentó el nivel de conversión a 88.4 % pero estadísticamente no hubo diferencias con (P), a las 2 semanas (2W) el nivel de conversión no aumento con respecto a GP. Después de la abrasión suave con aire (SB) el %DC no varió estadísticamente con respecto al obtenido en los pasos clínicos previos.



# CAPÍTULO

## DISCUSIÓN



### 5.1. Resistencia de la adhesión a la microtensión (µTBS)

La hipótesis principal de este estudio fue rechazada de forma parcial, debido a las diferencias significativas encontradas entre los valores de µTBS de las parejas de A-C y las estrategias de cementado IDS1, IDS2 y DDS, cuando las restauraciones Lava<sup>TM</sup> Ultimate CAD/CAM fueron adhesivamente cementadas con distintos adhesivos y sus correspondientes cementos de resina.

En la actualidad, con los sistemas mecanizables de cerámica, composite y materiales híbridos se consiguen restauraciones satisfactorias con excelente adaptación marginal y una longevidad clínica aceptable. Se ha sugerido la aplicación de la técnica IDS como una alternativa para mejorar la calidad de la adhesión en los procedimientos de restauración indirecta, ya que proporciona numerosas ventajas para el paciente, además de una mayor longevidad de la restauración con respecto al protocolo DDS (Brigagão et al 2017; Gresnigt et al 2016; Magne et al 2005, 2007; Qanungo et al 2016; Takimoto et al 2012; C. R. van den Breemer et al 2019; C. R.G. Van Den Breemer et al 2019; Carline R.G. van den Breemer et al 2019). Los odontólogos emplean dos estrategias clínicas distintas para el protocolo IDS, dependiendo de la disponibilidad o no de la tecnología CAD/CAM en la clínica. Si las restauraciones CAD/CAM se pueden realizar en la clínica, el tiempo de espera entre el IDS y la cementación de la restauración es el tiempo necesario para procesar y cementar la restauración CAD/ CAM y es la estrategia utilizada en el protocolo IDS1. Por el contrario, los clínicos deben enviar la restauración al laboratorio, dejando un tiempo de espera entre el IDS y la cementación de la restauración, esta posibilidad la hemos explorado en el protocolo IDS2. El protocolo DDS representan una práctica clínica habitual en la cual el adhesivo dentinario se aplica justo antes de cementar la restauración durante la segunda visita.

Los resultados de esta investigación son altamente A-C dependientes, mostrando una gran variabilidad entre los valores de  $\mu$ TBS y entre los protocolos IDS1, IDS2 y DDS. En el presente estudio, el adhesivo de tres pasos de grabado y lavado Optibond FL fue elegido como gold standard porque es conocido su alta carga de relleno y resistencia mecánica con altos valores de  $\mu$ TBS (De Munck *et al* 2005; C. R.G. Van Den Breemer *et al* 2019). La cementación de las muestras de Lava<sup>TM</sup> Ultimate con OptiBond FL/Maxcem de Kerr obtuvo los valores más altos de  $\mu$ TBS en los tres protocolos estudiados sin diferencias estadísticas entre ellos. Se ha demostrado que los valores de adhesión son principalmente dependientes del material. Los A-C de Dentsply y Bisco U han obtenido valores de  $\mu$ TBS elevados en los tres protocolos estudiados, estadísticamente similares a los de Kerr, aunque, desde un punto de vista clínico, sería recomendable

utilizar técnicas de IDS debido a las ventajas adicionales que este enfoque clínico aporta sobre el protocolo DDS. 3M y Coltene obtuvieron valores de adhesión similares a los A-C mencionados anteriormente; excepto en el caso del protocolo DDS, en el que los valores de µTBS fueron inferiores. Estos resultados concuerdan con la mayoría de los autores que obtuvieron mejores resultados con el protocolo IDS2 (Brigagão et al 2017; Gresnigt et al 2016; Hashimoto et al 2009; Ishii et al 2017; Koga et al 2011; Magne et al 2005; Qanungo et al 2016; Santana et al 2016a). Los valores de µTBS obtenidos con los A-C de 3M en el protocolo IDS2 fueron los más altos, siendo estadísticamente significativos en comparación con los otros A-C. Este comportamiento puede deberse a la optimización de este adhesivo universal, ya que el cemento Relyx Ultimate y Lava<sup>TM</sup> Ultimate son productos de 3M, estando de acuerdo con este punto con Flury et al 2016. La mayoría de las publicaciones revisadas coinciden en que los valores de µTBS obtenidos con el protocolo IDS2 fueron mejores que los obtenidos con el protocolo DDS (Ferreira-Filho et al 2018; Hayashi et al 2019; Magne et al 2005, 2007). Nuestros resultados demuestran que la mayoría de los adhesivos/cementos de resina obtuvieron valores de µTBS más altos con IDS2 que con DDS, pero solo fueron significativos para los A-C de 3M, Voco, Bisco D y Coltene, aunque con grandes diferencias entre los valores de adhesión obtenidos. En general, los A-C que han obtenido los mayores valores de adhesión no muestran diferencias significativas entre los tres protocolos o se comportan mejor con los protocolos IDS. Esta variabilidad puede deberse a que en nuestra metodología hemos utilizado adhesivos universales con sus correspondientes cementos de resina, que es el procedimiento que se suele seguir en la rutina clínica.

Los cementos de resina autoadhesivos simplifican los procedimientos clínicos y evitan la sensibilidad técnica de los sistemas de múltiples pasos. Estos cementos de resina no requieren ningún tratamiento previo de la superficie del diente y su aplicación se realiza mediante un único paso clínico (Mazzitelli *et al* 2008; Monticelli *et al* 2008). En los tres protocolos estudiados, la aplicación de los cementos de resina se realizó directamente sobre la capa de adhesivo universal previamente fotopolimerizado, la adhesión entre ambos será efectiva debido a la presencia de grupos de metacrilato no reaccionados, presentes en el adhesivo dentinario y el cemento de resina (Santana *et al* 2016a). Hay características adicionales que pueden influir en los valores de adhesión, como el pH de los adhesivos universales utilizados, que en su mayoría tienen un pH ultrasuave (entre 2,5-3,2) a excepción de Future bond Universal (Voco), que tiene un pH suave (2,3), (Nagarkar *et al* 2019). Los principales componentes de los cemento de resina autoadhesivos son monómeros funcionales ácidos (por ejemplo, MDP, BMP, Penta-P, 4-META, etc.), monómeros convencionales de dimetacrilato (por ejemplo, bis-GMA,

UDMA y TEGDMA), partículas de relleno y sistemas activadores-iniciadores (Manso & Carvalho, 2017). Los monómeros ácidos residuales pueden repercutir en la reacción de polimerización del cemento, especialmente al inhibir la acción del acelerador de amina necesario para el sistema fotoiniciador de canforquinona-amina presente en casi todos los sistemas de cemento actuales (Vrochari *et al* 2010). Todos estos factores, así como la disparidad en la cantidad de monómeros presentes en cada formulación de cemento de resina pueden influir en las diferencias encontradas entre los distintos grupos de adhesivos/cementos de resinas. Cabe destacar que, en la comparación de IDS1 con IDS2 dentro de cada par de A-C, ambos obtienen el mismo rendimiento desde el punto de vista estadístico, excepto en el caso de los A-C de Ivoclar, donde el protocolo IDS1 fue superior a al protocolo IDS2. Esto refuerza la recomendación del uso de protocolos de IDS.

Debemos considerar dos interfaces diferentes en la unión entre las restauraciones indirectas CAD/CAM y la estructura del diente: la que se establece entre la dentina/ el esmalte y el cemento de resina, y la que se establece entre el cemento de resina y la restauración CAD/CAM. La mayoría de los artículos utilizan todos los tipos de fallos evaluados para calcular las medias µTBS (Awada & Nathanson, 2015b; Ferreira-Filho *et al* 2018; Magne *et al* 2005; Santana *et al* 2016a), sin embargo, en este trabajo se ha encontrado un alto porcentaje de fracturas en la interfase LC, que oscila entre el 22,2 % y el 75,5 %. El elevado número de especímenes (n=1595) nos ha permitido descartar los fallos cohesivos en dentina (D) y en la intefase (LC), y utilizar únicamente los fallos adhesivos (DC) y mixtos (H) para el cálculo de las medias, ya que son los que realmente reflejan la resistencia de la interfase adhesiva a la dentina. Posteriormente, hemos comparado esta media con la obtenida con los valores en la interfase LC, suponiendo que cuando se produce este tipo de fallo es porque la interfase adhesiva es más resistente y cabría esperar que los valores reales de la adhesión fueran superiores a los valores de fallo adhesivo entre A-C y Lava<sup>TM</sup> Ultimate.

La mayoría de los pares de adhesivos/cementos de resinas que estadísticamente presentan valores altos de unión adhesiva, también presentan altos porcentajes de fallos en la interfase LC, como los A-C de Kerr en los tres protocolos o en algunos protocolos para los A-C de 3M e Ivoclar en los protocolos DDS e IDS2, Dentsply en el protocolo IDS1, Coltene en IDS2 y Bisco D en IDS1 e IDS2. Es importante saber cuál de estas interfases debe optimizarse porque la más débil determinará la fuerza de adhesión final de la restauración adhesivamente cementada (Stewart *et al* 2002). Lava<sup>™</sup> Ultimate es un composite compuesto por una matriz de resina con un alto grado de relleno de partículas de sílice y circonio, y con un alto grado de conversión (S. G. Pereira *et al* 

2010). Se ha informado que el acondicionamiento de la superficie de Lava<sup>TM</sup> Ultimate con abrasión de partículas a presión con aire produce retención micromecánica y genera una mayor fuerza adhesiva (Stawarczyk et al 2015), este procedimiento se recomienda en las instrucciones del fabricante y se ha llevado a cabo en este trabajo. Además, se ha aplicado un adhesivo universal, los cuales, en su mayoría incluyen en su composición química monómeros metacrílicos-silano o monómeros de fosfato, que facilitan la unión a restauraciones de metal, cerámicas a base de sílice, y zirconio, así como la mejora de la adhesión (Stawarczyk et al 2015). Por otro lado, Peumans et al (Peumans et al 2016) han informado que cuando se cementó Lava<sup>TM</sup> Ultimate con un cemento autoadhesivo se obtuvo una fuerza de adhesión significativamente mayor que cuando se usó un cemento de resina convencional. Los resultados de nuestro estudio destacan la necesidad de mejorar la interfase con Lava TM Ultimate, y así, poder evaluar la verdadera fuerza de adhesión a la dentina de los adhesivos/cementos de resina estudiados. Además, es necesario tener en cuenta la acción de las fresas de diamante durante el proceso de fresado de los bloques de Lava TM Ultimate, ya que este proceso aumenta la rugosidad de la superficie adhesiva de las restauraciones CAD-CAM (Mota et al 2017), y por lo tanto, se podría esperar un mejor rendimiento de esta interfase en una situación clínica real.

El A-C de Kerr U obtuvo valores de  $\mu$ TBS estadísticamente más bajos que el grupo control en los tres protocolos estudiados, aunque no hubo diferencias significativas entre ellos. Cabe destacar que el porcentaje de fallos en la interfase LC fue menor, lo que explicaría la ausencia de diferencias estadísticas entre la media de la interfase adhesiva DC+H y LC. Con los A-C de Voco y Bisco D, el protocolo DDS fue el que obtuvo los valores más bajos, mientras que el A-C de Bisco D obtuvo los peores valores en los tres protocolos. Esto puede deberse a que los monómeros ácidos residuales de estos adhesivos han demostrado afectar negativamente al grado de polimerización de los materiales de curado dual, ya que interactúan químicamente con el iniciador de amina que contienen las resinas de curado dual (Vrochari *et al* 2010). También puede haber influido el hecho de que el cemento Duo-Link no sea un cemento autoadhesivo y, por tanto, no contenga monómeros activos en su composición.

Se ha demostrado que los restos de cemento provisional utilizado para la cementación de las restauraciones provisionales influyen en la fuerza de adhesión de la restauración final. Varios autores han evaluado métodos para la eliminación del cemento provisional in vitro. En este trabajo, se ha utilizado una obturación provisional de resina Telio CS onlay durante dos semanas en los protocolos IDS2 y DDS, sin ningún cemento intermedio, lo que facilitó la limpieza de la dentina antes de realizar el procedimiento de adhesión. Aunque algunos autores recomiendan el uso pasta de flúor o piedra pómez

con un cepillo rotatorio a baja velocidad, la mayoría de ellos recomiendan el arenado de la capa adhesiva en la técnica de sellado dentinario inmediato (IDS). Este arenado hace que una gran parte de la dentina quede expuesta. Por esta razón, se ha utilizado el sistema Prophy-Mate (erosión suave por aire). Cuando se utilizaron partículas de carbonato de calcio para realizar la abrasión suave, la rugosidad de la superficie aumentó sustancialmente con un efecto abrasivo mínimo en la capa adhesiva (Falkensammer *et al* 2014). Para los A-C de Bisco U, Kerr U, 3M, Coltene, Voco y Bisco D, los valores de adhesión a la dentina fueron mayores en el protocolo IDS2 que en el DDS, aunque el aumento fue solo estadísticamente significativo para los cuatro últimos, esto puede ser debido a la posible persistencia de restos remanentes sobre la superficie de la dentina. La aplicación de restauraciones provisionales no afectó a la fuerza de adhesión cuando se aplicó el protocolo IDS2.

La presión intrapulpar positiva (SPP) es uno de los factores capaz de interferir negativamente en la adhesión a la dentina, reduciendo los valores de fuerza de adhesión (De Alexandre *et al* 2014; Hiraishi *et al* 2009; Mazzitelli *et al* 2008; Santana *et al* 2016a). La SPP se ha utilizado en todos los protocolos estudiados y el porcentaje de fracasos pretest ha sido relativamente bajo (<3 %) (Santana *et al* 2016a), lo que sugiere que el uso de la técnica IDS es eficaz para promover valores de adhesión más altos y reducir los patrones de nanofiltración en los procedimientos de restauración indirecta, especialmente en presencia de SPP. También se ha informado que la interfase adhesiva obtenida por el uso de IDS fue estable en el tiempo, ya que no hubo diferencias estadísticas significativas entre los valores de adhesión obtenidos a la semana y a los seis meses de almacenamiento en agua (C. R.G. Van Den Breemer *et al* 2019).

Este estudio presenta algunas limitaciones, que se describen a continuación. Se ha estudiado la influencia de distintos factores en el éxito y la supervivencia de las restauraciones, pero este éxito no solo está influenciado por los materiales, sino también por las condiciones clínicas (habilidad del odontólogo, infección, salud general del paciente, etc.) (Hashem *et al* 2019). Por lo tanto, y por distintas razones, los resultados deben interpretarse con precaución al extrapolarlos a las condiciones clínicas reales. En primer lugar, la superficie interna de la restauración se obtuvo mediante el corte con un disco de diamante a baja velocidad, y no mediante el fresado utilizado en el procedimiento CAD/CAM. Además, este estudio es un estudio estático, siendo deseable estudiar el comportamiento dinámico de estos materiales híbridos como Lava<sup>TM</sup>, ya que Khosravani (2019) (Khosravani, 2019) ha demostrado que la carga dinámica progresiva produce una superficie más suave y la rugosidad superficial que afecta a la dureza de la muestra. Por lo tanto, son necesarios más estudios clínicos.

## 5.2. Grado de conversión (%DC)

Este estudio se realizó para evaluar los cambios en el %DC de seis adhesivos universales fotopolimerizables (UAds) disponibles en el mercado, dos adhesivos universales de polimerización dual y un adhesivo de grabado y lavado de tres pasos en los diferentes pasos clínicos que se siguen habitualmente cuando se aplica el protocolo de IDS en el cementado adhesivo de una la restauración indirecta estética. La hipótesis de estudio se rechazó parcialmente porque algunos de los procedimientos clínicos utilizados para una restauración estética adhesiva indirecta influyeron el %DC obtenido inicialmente con el IDS. También se han obtenido diferencias en el %DC entre los distintos adhesivos utilizados.

Hoy en día, el empleo de IDS después de la preparación dentaria para una restauración indirecta estética ha alcanzado una notable popularidad, puesto que proporciona valores de resistencia de adhesión más altos (Rigos *et al* 2019) e importantes ventajas para los pacientes (Magne *et al* 2007; C. R.G. Van Den Breemer *et al* 2019). Cuando se realizan IDS, la capa superficial del adhesivo dentinario reacciona con el oxígeno y forma una capa superficial inhibida por oxígeno (OIL) (Koga *et al* 2011; Sinjari *et al* 2019). Numerosos estudios han mostrado resultados contradictorios sobre si el efecto de la OIL es ventajoso o perjudicial (Endo *et al* 2007; Finger *et al* 1996; Suh, 2004). Se sabe que la OIL no es necesaria para una adecuada adhesión de las resinas compuestas (Endo *et al* 2007; Suh, 2004; Ueta *et al* 2016; Yamaji *et al* 2013, 2014), pero su presencia o ausencia puede influir en los valores del %DC y la fuerza de adhesión de los adhesivos dentinarios. En este sentido, Phaneuf *et al* (Phaneuf *et al* 2019) han informado que la polimerización de ciertos adhesivos dentinarios de autograbado en un ambiente anaeróbico logran un mayor %DC, pero en la práctica clínica diaria es imposible realizar ese procedimiento.

En cuanto a la fuerza de adhesión, algunos autores han encontrado una correlación positiva entre el %DC y la fuerza de adhesión a la dentina. Por ejemplo, Sato *et al* (Sato *et al* 2017) para los adhesivos de autograbado y los adhesivos de grabado y lavado, y Tichy *et al* (Tichy *et al* 2020) para algunos adhesivos universales. Por otro lado, en los estudios de Sadek *et al* (Sadek *et al* 2008) no se encontró ninguna correlación. Todas estas investigaciones indican que la fuerza de adhesión es multifactorial y depende, en gran medida, del tipo de adhesivo.

El %DC de los agentes adhesivos es utilizado para predecir el comportamiento clínico de estos. Se requiere un alto %DC para asegurar la durabilidad a largo plazo de la adhesión a la dentina (Tichy *et al* 2020) y la polimerización insuficiente de un adhesivo

puede dar lugar a una capa híbrida débil. Además, la presencia de monómeros que no han reaccionado puede provocar la degradación de la red polimérica, disminuyendo la resistencia y la longevidad de la unión (Navarra *et al* 2012). En nuestro estudio, se ha informado de un amplio rango de %DC entre los diferentes adhesivos que oscila entre el 53,7 % y el 86,7 % después de la polimerización inicial. Esto puede deberse a la diferente composición química de los adhesivos testados.

El tiempo de polimerización (15 segundos) y la intensidad de la luz de la unidad de curado (1200 mW/cm<sup>2</sup>) fueron las mismas para todos los adhesivos utilizados, pero hay otros factores que pueden influir en el %DC. Entre ellos se encuentran: la composición de la resina (I. D. Sideridou *et al* 2007), el tipo y la concentración del fotoiniciador (Phaneuf *et al* 2019; Wang *et al* 2006), el tamaño y el volumen de la carga de relleno, los monómeros funcionales (Oguri *et al* 2012), la cantidad y el tipo de solvente (Milena Cadenaro, Marchesi, *et al* 2009). Pero lamentablemente, la composición exacta de cada adhesivo universal es información reservada no proporcionada por los fabricantes. Este supone un sesgo importante a la hora de profundizar en la influencia de estos factores.

Los adhesivos universales están compuestos por monómeros ácidos, hidrofóbicos, hidrofílicos y funcionales necesarios para la capacidad autoadhesiva. Se ha informado que la viscosidad de los monómeros de los adhesivos ejerce una gran influencia en el %DC. A medida que la viscosidad de los monómeros disminuye, el %DC aumenta (Chung *et al* 2002; Filho *et al* 2008), por lo que es muy importante lograr un equilibrio en la formulación de los adhesivos entre monómeros hidrofóbicos de alto peso molecular como Bis-GMA, UDMA...; monómeros hidrofílicos de bajo peso molecular como el HEMA (hidroxietilmetacrilato) y monómeros activos como 10-MDP y otros. Tichy *et al* (Tichy *et al* 2020) han informado que el %DC de los adhesivos con contenido reducido de HEMA era significativamente mayor en comparación con los materiales ricos en HEMA. Por otro lado, después de que la mayor parte de la polimerización ha ocurrido, los monómeros de cadena larga quedan restringidos en la red polimérica, mientras que el HEMA de bajo peso molecular puede seguir fluyendo dentro de la resina y seguir reaccionando con los enlaces C-C que no han reaccionado (Navarra *et al* 2012).

Cadenaro M *et al* (Milena Cadenaro *et al* 2010) afirma que un %DC superior al 60 % de los adhesivos dentinarios, se puede considerar una polimerización clínicamente aceptable. En el presente trabajo, todos los adhesivos universales estudiados tuvieron un %DC superior al 60 % después de la polimerización inicial con una lámpara de alta intensidad; solo el adhesivo de tres pasos de grabado y lavado Optibond FL, y el de curado dual Universal Primer Dual, obtuvieron valores inferiores (53,7 % y 57,2 % respectivamente).

La OIL que se produce en la superficie del adhesivo cuando se realiza la técnica de IDS puede reaccionar con la mayoría de los materiales restauradores provisionales que pueden quedar unidos a la superficie del IDS impidiendo que sea posible despegarlo con facilidad (Koga et al 2011). Nuestros resultados muestran que la polimerización adicional durante 10 segundos del adhesivo dentinario a través de una capa de glicerina para evitar la formación de OIL, produce un aumento del %DC superior al 70 %. Sin embargo, los resultados solo fueron estadísticamente significativos para los adhesivos All Bond Universal, para el adhesivo de tres pasos OptiBond FL, y para los adhesivos de curado dual Universal Primer Dual Cured Adhesive y Future bond Universal. En el caso de los adhesivos universales, la polimerización adicional durante 10 segundos sobre glicerina no aumentó significativamente el %DC. En este sentido, Rueggeberg et al (Rueggeberg et al 1990) indicó que una fotopolimerización adicional de resina sin relleno ya curada no provoca una polimerización adicional. Adhese Universal fue el único adhesivo universal que aumentó significativamente los valores de %DC. Esto puede deberse a la presencia de dos fotoiniciadores, la canforquinona, que genera solo un radical, y el fotoiniciador basado en germanio (Ivocerin), que genera al menos dos radicales libres para iniciar la polimerización (Yu et al 2017). Por otra parte, los valores de %DC de la mayoría de los adhesivos universales fueron significativamente más altos que el de tres pasos de grabado y lavado Optibond FL, lo que puede deberse a que los adhesivos dentinarios universales contienen monómeros funcionales que puede mejorar el %DC en presencia de hidroxiapatita, al reaccionar químicamente con ella (Hanabusa et al 2016). Esta reacción ocurre en un estadio temprano, por lo que la mayoría de los adhesivos universales alcanzan los valores máximos de %DC durante P (polimerización) o GP (polimerización con glicerina). Asimismo, la concentración de monómeros funcionales es una cuestión relevante, ya que la mayor funcionalidad de un monómero viene definida por un mayor número de dobles enlaces en la molécula, acelerando la reacción de polimerización, lo que da lugar a una iniciación más rápida de la gelificación y vitrificación y a la formación de una red más densa de enlaces. Yazdi FM et al (Yazdi et al 2015) han afirmado que los adhesivos con concentraciones de MDP inferiores al 5 % tenían %DC más bajos que con concentraciones del 10 % de MDP, que parece ser la concentración más óptima para este monómero funcional.

A las dos semanas, el rendimiento clínico de todos los adhesivos utilizados en la estrategia IDS fue excelente, alcanzando un %DC en torno al 80 %, mientras que OptiBond Universal y Prime& Bond active universal obtuvieron valores de %DC significativamente inferiores, pero superiores al 70 %.

Sin embargo, la cinética de la polimerización fue diferente entre ellos. Los valores de %DC aumentaron significativamente con los adhesivos de curado dual Future bond Universal y Universal Primer Dual en comparación con los valores de %DC obtenidos después de GP y también con la fase P. Hay que tener en cuenta que estos adhesivos tienen una polimerización dual con un fraguado más lento y una fase de pre-gel más larga y así, tras una fotopolimerización adicional de 10 segundos sobre glicerina, aumentó el %DC en torno al 70 %, superando el 85 % tras 2W.

Los valores de %DC para los adhesivos no duales obtenidos tras la polimerización fueron estadísticamente iguales a los obtenidos en GP y 2W. Estos resultados apoyan que, para la mayoría de los adhesivos, el %DC alcanzado después de la GP no cambia después de dos semanas. Esto se puede atribuir al hecho de que el fotoiniciador (CQ/amina) se ha consumido o descompuesto significativamente durante la fase inicial de la activación de la luz, como describen Eliades y Caputo (Eliades & Caputo, 1989)y también la vida media de la CQ disminuye con una irradiación de mayor intensidad (Suh, 2004).

Los valores de %DC en P, GP y 2W de los adhesivos universales no duales han mostrado diferentes cinéticas de polimerización. Algunos de ellos alcanzaron los valores más altos de %DC después de P (OptiBond Universal, Scotchbond Universal Adhesive, All Bond Universal Agent), sin embargo, Adhese Universal alcanzó los valores más altos de %DC después de GP; y Prime& Bond Active Universal y One Coat 7 Universal a las 2W.

Prime& Bond Active Universal y OptiBond Universal fueron los únicos adhesivos universales que obtuvieron valores de %DC estadísticamente más bajos a las 2W, aunque superiores al 70 %, pero OptiBond Universal alcanzó esos valores de %DC tras la polimerización inicial. En cambio, Prime& Bond active universal lo consiguió durante el periodo de dos semanas, lo que puede deberse a la presente de PENTA en su composición, que tiene un alto peso molecular debido a la presencia de una larga cadena orgánica principal con cuatro largas cadenas laterales. Esta estructura afecta negativamente a su movilidad y flexibilidad y por lo tanto, restringe la probabilidad de que los monómeros funcionales laterales reaccionen (Navarra *et al* 2012), esto podría explicar el aumento del %DC hasta el 70,4 % alcanzado a las 2W.

Tichy *et al* (Tichy *et al* 2020) han informado que los adhesivos de un solo paso se asocian a un %DC más bajo en comparación con los adhesivos de varios pasos, que suelen incluir una resina sin solvente como paso final. La polimerización de los adhesivos monocomponentes de un solo bote pueden verse afectados negativamente por el solvente residual (Milena Cadenaro *et al* 2008; Nunes *et al* 2005) y el agua (Paul *et al* 1999a), ya que su evaporación completa es clínicamente difícil (Ikeda

*et al* 2005b). En cambio, en el presente trabajo, se han obtenido mejores valores de %DC con adhesivos universales de un solo paso que con el adhesivo de tres pasos de grabado y lavado después de P y GP. Optibond FL tiene una alta carga de relleno (Lee *et al* 2004) y el volumen del relleno puede ocasionar la reflexión de la luz (Phaneuf *et al* 2019) e impedir que alcance valores de %DC más altos en la fase de irradiación, aunque a las 2W obtuvo valores de %DC similares a los de la mayoría de los adhesivos universales. Es importante destacar que la correcta evaporación del solvente de los adhesivos es esencial para conseguir un alto %DC. Según Cadenaro *et al* (Milena Cadenaro, Breschi, Rueggeberg, Suchko, *et al* 2009), los altos porcentajes de etanol de algunos adhesivos dentinarios pueden comprometer el grado de polimerización de

Como norma, toda restauración indirecta requiere el uso de una restauración provisional. En nuestro estudio hemos utilizado Telio CS Onlay como material provisional, el cual es un polímero de metacrilato recomendado para su uso con la técnica IDS según Qanungo (Qanungo *et al* 2016). Además, no necesita el uso de un cemento provisional para su retención. Se han recomendado algunos métodos eficaces para la limpieza de la superficie del IDS después de retirar la obturación provisional. Entre ellos, la abrasión suave con aire, la abrasión con partículas de óxido de aluminio, los sistemas de pasta de piedra pómez sin flúor, el óxido de aluminio-silicato y glicina, así como el uso de instrumentos de corte rotatorio a baja velocidad (Qanungo *et al* 2016). En el presente estudio, se ha utilizado la abrasión suave con aire y el %DC de todos los adhesivos no se modificó significativamente con respecto a las 2W.

La interpretación de estos resultados debe realizarse con precaución, ya que, en un gran número de adhesivos, la abrasión suave por aire expuso la dentina; coincidiendo con las observaciones de Stavridakis *et al* que demostraron el riesgo de reexposición de la dentina tras el arenado. Los registros Raman se tomaron en zonas con restos de adhesivo. Además, en nuestra opinión carece de relevancia clínica ya que el objetivo de la abrasión suave con aire era limpiar la superficie y aumentar la rugosidad del adhesivo restante para aplicar una nueva capa de adhesivo.

# CAPÍTULO

## CONCLUSIÓN

Dentro de las limitaciones de este estudio in vitro, se puede concluir:

1. Los valores de µTBS de los adhesivos universales/cementos de resina son principalmente material dependiente. Los adhesivos de tres pasos de grabado y lavado Kerr y los adhesivos universales Dentsply, Ivoclar, 3M y Coltene con sus correspondientes cementos de resina obtuvieron los valores más altos de adhesión.

2. Comparando los Protocolos de Sellado Dentinario Inmediato, se observó que ninguna pareja de adhesivos/cemento de resina mostró diferencias en los valores de adhesión entre IDS1 e IDS2 estadísticamente significativas y en su mayoría mostraron valores de adhesión iguales o superiores que el protocolo DDS.

3. Los adhesivos/cementos de resina con los valores de adhesión más altos mostraron un alto porcentaje de fracturas en la interfase Lava<sup>™</sup> Ultimate/cemento (LC), lo que sugiere que los valores de adhesión en la interfase adhesivo/dentina (DC) serían más altos.

4. Todos los adhesivos Universales y el adhesivo de grabado y lavado de tres pasos (OptiBond FL) alcanzaron un % DC clínicamente aceptable después de una polimerización adicional durante 10 segundos a través de una capa de glicerina, pero con diferencias entre ellos. A las dos semanas todos los adhesivos utilizados en la estrategia IDS tienen un excelente comportamiento clínico alcanzando %DC superior al 70 %. Los adhesivos de polimerización dual Future bond Universal y el adhesivo Universal Primer Dual Cure aumentaron significativamente los valores de %DC hasta las 2 semanas.

## REFERENCIAS

 Agha, A., Parker, S., & Patel, M. (2020). Polymerization shrinkage kinetics and degree of conversion of commercial and experimental resin modified glass ionomer luting cements (RMGICs). Dental Materials, 36(7), 893–904. https://doi.org/10.1016/j. dental.2020.04.010

Akehashi, S., Takahashi, R., Nikaido, T., Burrow, M. F., & Tagami, J. (2019).
Enhancement of dentin bond strength of resin cement using new resin coating materials.
Dental Materials Journal, 38(6), 955–962. https://doi.org/10.4012/DMJ.2018-328

– Al-Hamdan, R. S., Almutairi, B., Kattan, H. F., Alsuwailem, N. A., Farooq, I., Vohra, F., & Abduljabbar, T. (2020). Influence of hydroxyapatite nanospheres in dentin adhesive on the dentin bond integrity and degree of conversion: A scanning electron microscopy (SEM), raman, fourier transform-infrared (FTIR), and microtensile study. Polymers, 12(12), 1–15. https://doi.org/10.3390/polym12122948

 Aldhafyan M, Silikas N, Watts DC. (2022) Influence of curing modes on conversion and shrinkage of dual-cure resin-cements. Dental Materials. 38(1), 194-203. https:// pubmed.ncbi.nlm.nih.gov/34924201

– Alkhudhairy, F., Alkheraif, A., Naseem, M., Khan, R., & Vohra, F. (2018). Degree of conversion and depth of cure of ivocerin containing photo-polymerized resin luting cement in comparison to conventional luting agents. Pakistan Journal of Medical Sciences, 34(2), 253–259. https://doi.org/10.12669/pjms.342.14491

– Armstrong, S., Breschi, L., Özcan, M., Pfefferkorn, F., Ferrari, M., & Van Meerbeek, B. (2017a). Academy of Dental Materials guidance on in vitro testing of dental composite bonding effectiveness to dentin/enamel using micro-tensile bond strength ( $\mu$ TBS) approach. Dental Materials, 33(2), 133–143. https://doi.org/10.1016/j. dental.2016.11.015

 Ashy, L., Marghalani, H., & Silikas, N. (2020). In Vitro Evaluation of Marginal and Internal Adaptations of Ceramic Inlay Restorations Associated with Immediate vs Delayed Dentin Sealing Techniques. The International Journal of Prosthodontics, 33(1), 48–55. https://doi.org/10.11607/ijp.6372

 Asmussen E. (1982)Factors affecting the quantity of remaining double bonds in restorative resin polymers. Scandivavian Journal of Dental Researches. 90(6), 490-6. https://pubmed.ncbi.nlm.nih.gov/6218604

 Awada, A., & Nathanson, D. (2015b). Mechanical properties of resin-ceramic CAD/ CAM restorative materials. Journal of Prosthetic Dentistry, 114(4), 587–593. https:// doi.org/10.1016/j.prosdent.2015.04.016 Barutcigil, K., & Büyükkaplan, U. Ş. (2020). The effect of thickness and translucency of polymer-infiltrated ceramic-network material on degree of conversion of resin cements. Journal of Advanced Prosthodontics, 12(2), 61–66. https://doi.org/10.4047/jap.2020.12.2.61

- Borges, B. C. D., Souza, E., Brandt, W. C., Loguercio, A. D., Majr, M., Puppin-Rontani, R. M., & Sinhoreti, M. A. C. (2012). Degree of conversion of simplified contemporary adhesive systems as influenced by extended air-activated or passive solvent volatilization modes. Operative Dentistry, 37(3), 246–252. https://doi.org/10.2341/11-248-L

Breschi, L., Cadenaro, M., Antoniolli, F., Sauro, S., Biasotto, M., Prati, C., Tay, F.
R., & Di Lenarda, R. (2007). Polymerization kinetics of dental adhesives cured with LED: Correlation between extent of conversion and permeability. Dental Materials, 23(9), 1066–1072. https://doi.org/10.1016/j.dental.2006.06.040

- Brigagão, V. C., Barreto, L. F. D., Gonçalves, K. A. S., Amaral, M., Vitti, R. P., Neves, A. C. C., & Silva-Concílio, L. R. (2017). Effect of interim cement application on bond strength between resin cements and dentin: Immediate and delayed dentin sealing. Journal of Prosthetic Dentistry, 117(6), 792–798. https://doi.org/10.1016/j. prosdent.2016.09.015

Cadenaro, M., Pashley, D. H., Marchesi, G., Carrilho, M., Antoniolli, F., Mazzoni,
A., Tay, F. R., Di Lenarda, R., & Breschi, L. (2009). Influence of chlorhexidine on the
degree of conversion and E-modulus of experimental adhesive blends. Dental Materials,
25(10), 1269–1274. https://doi.org/10.1016/j.dental.2009.05.008

– Cadenaro, Milena, Antoniolli, F., Codan, B., Agee, K., Tay, F. R., Dorigo, E. D. S., Pashley, D. H., & Breschi, L. (2010). Influence of different initiators on the degree of conversion of experimental adhesive blends in relation to their hydrophilicity and solvent content. Dental Materials, 26(4), 288–294. https://doi.org/10.1016/j.dental.2009.11.078

– Cadenaro, Milena, Antoniolli, F., Sauro, S., Tay, F. R., Di Lenarda, R., Prati, C., Biasotto, M., Contardo, L., & Breschi, L. (2005). Degree of conversion and permeability of dental adhesives. European Journal of Oral Sciences, 113(6), 525–530. https://doi. org/10.1111/j.1600-0722.2005.00251.x

 Cadenaro, Milena, Breschi, L., Antoniolli, F., Navarra, C. O., Mazzoni, A., Tay, F.
R., Di Lenarda, R., & Pashley, D. H. (2008). Degree of conversion of resin blends in relation to ethanol content and hydrophilicity. Dental Materials, 24(9), 1194–1200. https://doi.org/10.1016/j.dental.2008.01.012 Cadenaro, Milena, Breschi, L., Rueggeberg, F. A., Agee, K., Di Lenarda, R., Carrilho,
M., Tay, F. R., & Pashley, D. H. (2009). Effect of adhesive hydrophilicity and curing time on the permeability of resins bonded to water vs. ethanol-saturated acid-etched dentin. Dental Materials, 25(1), 39–47. https://doi.org/10.1016/j.dental.2008.05.004

Cadenaro, Milena, Breschi, L., Rueggeberg, F. A., Suchko, M., Grodin, E., Agee, K., Di Lenarda, R., Tay, F. R., & Pashley, D. H. (2009). Effects of residual ethanol on the rate and degree of conversion of five experimental resins. Dental Materials, 25(5), 621–628. https://doi.org/10.1016/j.dental.2008.11.005

 Cadenaro, Milena, Marchesi, G., Antoniolli, F., Davidson, C., De Stefano Dorigo,
E., & Breschi, L. (2009). Flowability of composites is no guarantee for contraction stress reduction. Dental Materials, 25(5), 649–654. https://doi.org/10.1016/j. dental.2008.11.010

– Cesca, R., Colombo, V., Ernst, B., Gallo, L. M., & Özcan, M. (2020). Tensile Strength and Failure Types of Direct and Indirect Resin Composite Copings for Perio-Overdentures Luted Using Different Adhesive Cementation Modalities. Materials (Basel, Switzerland), 13(16) 3517. https://doi.org/10.3390/MA13163517

 Christensen, G. J. (2002). Solving the frustrations of crown cementation. Journal of the American Dental Association, 133(8), 1121–1122. https://doi.org/10.14219/jada. archive.2002.0339

Chung, C. M., Kim, J. G., Kim, M. S., Kim, K. M., & Kim, K. N. (2002). Development of a new photocurable composite resin with reduced curing shrinkage. Dental Materials, 18(2), 174–178. https://doi.org/10.1016/S0109-5641(01)00039-2

 Ciucchi, B., Bouillaguet, S., Holz, J., & Pashley, D. (1995). Dentinal fluid dynamics in human teeth, in vivo. Journal of Endodontics, 21(4), 191–194. https://doi.org/10.1016/ S0099-2399(06)80564-9

– Dalby, R., Ellakwa, A., Millar, B., & Martin, F. E. (2012). Influence of immediate dentin sealing on the shear bond strength of pressed ceramic luted to dentin with self-etch resin cement. International Journal of Dentistry, 2012, 310702. https://doi. org/10.1155/2012/310702

De Alexandre, R. S., Santana, V. B., Kasaz, A. C., Arrais, C. A. G., Rodrigues, J. A., & Reis, A. F. (2014). Effect of long-term simulated pulpal pressure on the bond strength and nanoleakage of resin-luting agents with different bonding strategies. Operative Dentistry, 39(5), 508–520. https://doi.org/10.2341/13-078

De Munck, J., Van Landuyt, K., Peumans, M., Poitevin, A., Lambrechts, P., Braem, M., & Van Meerbeek, B. (2005). A critical review of the durability of adhesion to tooth tissue: Methods and results. Journal of Dental Research, 84(2), 118–132. https://doi.org/10.1177/154405910508400204

 de Souza Costa, C. A., Hebling, J., & Randall, R. C. (2006). Human pulp response to resin cements used to bond inlay restorations. Dental Materials, 22(10), 954–962. https://doi.org/10.1016/j.dental.2005.10.007

– De Souza, G. M., Braga, R. R., Cesar, P. F., & Lopes, G. C. (2015). Correlation between clinical performance and degree of conversion of resin cements: A literature review. Journal of Applied Oral Science, 23(4), 358–368. https://doi.org/10.1590/1678-775720140524

- Dos Santos, R. L., Sampaio, G. A. de M., de Carvalho, F. G., Pithon, M. M., Guênes, G. M. T., & Alves, P. M. (2014). Influence of degree of conversion on the biocompatibility of different composites in vivo. Journal of Adhesive Dentistry, 16(1), 15–20. https://doi.org/10.3290/j.jad.a29704

– Duarte, S., de Freitas, C. R. B., Saad, J. R. C., & Sadan, A. (2009). The effect of immediate dentin sealing on the marginal adaptation and bond strengths of totaletch and self-etch adhesives. Journal of Prosthetic Dentistry, 102(1), 1–9. https://doi. org/10.1016/S0022-3913(09)00073-0

Edelhoff, D., & Sorensen, J. A. (2002a). Tooth structure removal associated with various preparation designs for anterior teeth. Journal of Prosthetic Dentistry, 87(5), 503–509. https://doi.org/10.1067/mpr.2002.124094

 Elbishari, H., Elsubeihi, E. S., Alkhoujah, T., & Elsubeihi, H. E. (2021). Substantial in-vitro and emerging clinical evidence supporting immediate dentin sealing. Japanese Dental Science Review, 57, 101–110. https://doi.org/10.1016/j.jdsr.2021.05.004

Eliades, G. C., & Caputo, A. A. (1989). The strength of layering technique in visible light-cured composites. The Journal of Prosthetic Dentistry, 61(1), 31–38. https://doi.org/10.1016/0022-3913(89)90104-2

 Endo T, Finger WJ, Hoffmann M, Kanehira M, Komatsu M. (2007) The role of oxygen inhibition of a self-etch adhesive on self-cure resin composite bonding. American Journal of Dentistry. 20(3), 157-60. https://pubmed.ncbi.nlm.nih.gov/17672256 – Gailani HFA, Benavides-Reyes C, Bolaños-Carmona MV, Rosel-Gallardo E, González-Villafranca P, González-López S. (2021) Effect of Two Immediate Dentin Sealing Approaches on Bond Strength of Lava<sup>™</sup> CAD/CAM Indirect Restoration. Materials. 14(7), 1629. https://pubmed.ncbi.nlm.nih.gov/33810529

Falkensammer, F., Arnetzl, G. V., Wildburger, A., Krall, C., & Freudenthaler, J. (2014). Influence of different conditioning methods on immediate and delayed dentin sealing. Journal of Prosthetic Dentistry, 112(2), 204–210. https://doi.org/10.1016/j. prosdent.2013.10.028

Felicitas, M., Marcel, R., Anja, L., Marc, R., Patrick, K., Henning, G., & Stawarczyk,
B. (2021). Impact of polymerization and storage on the degree of conversion and mechanical properties of veneering resin composites. Dental Materials Journal, 40(2), 487–497. https://doi.org/10.4012/dmj.2019-394

Fernandes Pegado, R. E., Botelho do Amaral, F. L., Flório, F. M., & Basting, R. T. (2010). Effect of Different Bonding Strategies on Adhesion to Deep and Superficial Permanent Dentin. European Journal of Dentistry, 04(02), 110–117. https://doi.org/10.1055/s-0039-1697818

 Ferracane JL, Stansbury JW, Burke FJ.(2011) Self-adhesive resin cements chemistry, properties and clinical considerations. Journal of Oral Rehabilitation. 38(4), 295-314.https://pubmed.ncbi.nlm.nih.gov/21133983

Ferracane, Jack L. (2011). Resin composite - State of the art. Dental Materials, 27(1), 29–38. https://doi.org/10.1016/j.dental.2010.10.020

Ferreira-Filho, R. C., Ely, C., Amaral, R. C., Rodrigues, J. A., Roulet, J. F., Cassoni, A., & Reis, A. F. (2018). Effect of different adhesive systems used for immediate dentin sealing on bond strength of a self-adhesive resin cement to dentin. Operative Dentistry, 43(4), 391–397. https://doi.org/10.2341/17-023-L

 Filho, J. D. N., Poskus, L. T., Guimarães, J. G. A., Barcellos, A. A. L., & Silva, E. M. (2008). Degree of conversion and plasticization of dimethacrylate-based polymeric matrices: influence of light-curing mode. Journal of Oral Science, 50(3), 315–321. https://doi.org/10.2334/josnusd.50.315

- Finger, W. J., Lee, K. S., & Podszun, W. (1996). Monomers with low oxygen inhibition as enamel/dentin adhesives. Dental Materials, 12(4), 256–261. https://doi. org/10.1016/S0109-5641(96)80032-7
Flury, S., Schmidt, S. Z., Peutzfeldt, A., & Lussi, A. (2016). Dentin bond strength of two resin-ceramic computer-aided design/computer-aided manufacturing (CAD/CAM) materials and five cements after six months storage. Dental Materials Journal, 35(5), 728–735. https://doi.org/10.4012/dmj.2016-095

– Gauthier, M. A., Stangel, I., Ellis, T. H., & Zhu, X. X. (2005). A new method for quantifying the intensity of the C=C band of dimethacrylate dental monomers in their FTIR and Raman spectra. Biomaterials, 26(33), 6440–6448. https://doi.org/10.1016/j. biomaterials.2005.04.039

- Gresnigt, M. M. M., Cune, M. S., De Roos, J. G., & Özcan, M. (2016). Effect of immediate and delayed dentin sealing on the fracture strength, failure type and Weilbull characteristics of lithiumdisilicate laminate veneers. Dental Materials, 32(4), e73–e81. https://doi.org/10.1016/j.dental.2016.01.001

- Gresnigt, M. M. M., Cune, M. S., Schuitemaker, J., van der Made, S. A. M., Meisberger, E. W., Magne, P., & Özcan, M. (2019). Performance of ceramic laminate veneers with immediate dentine sealing: An 11 year prospective clinical trial. Dental Materials : 35(7), 1042–1052. https://doi.org/10.1016/J.DENTAL.2019.04.008

- Hashem, M., Al-Kheraif, A. A., & Wahba, A. A. (2019). Examining the longevity of dental restoration using Hebbian adversarial networks clustering with gradient boosting recurrent neural network. Measurement: Journal of the International Measurement Confederation, 141, 313–323. https://doi.org/10.1016/j.measurement.2019.04.035

 Hashimoto, M., Fujita, S., Endo, K., & Ohno, H. (2009). In vitro degradation of resin-dentin bonds with one-bottle self-etching adhesives. European Journal of Oral Sciences, 117(5), 611–617. https://doi.org/10.1111/j.1600-0722.2009.00664.x

Hashimoto, M., Tay, F. R., Ohno, H., Sano, H., Kaga, M., Yiu, C., Kumagai, H., Kudou, Y., Kubota, M., & Oguchi, H. (2003). SEM and TEM Analysis of Water Degradation of Human Dentinal Collagen. Journal of Biomedical Materials Research - Part B Applied Biomaterials, 66(1), 287–298. https://doi.org/10.1002/jbm.b.10560

 Hass, V., Dobrovolski, M., Zander-Grande, C., Martins, G. C., Gordillo, L. A. A., Rodrigues Accorinte, M. D. L., Gomes, O. M. M., Loguercio, A. D., & Reis, A. (2013). Correlation between degree of conversion, resin-dentin bond strength and nanoleakage of simplified etch-and-rinse adhesives. Dental Materials, 29(9), 921–928. https://doi. org/10.1016/j.dental.2013.05.001  Hayashi, K., Maeno, M., & Nara, Y. (2019). Influence of immediate dentin sealing and temporary restoration on the bonding of CAD/CAM ceramic crown restoration. Dental Materials Journal, 38(6), 970–980. https://doi.org/10.4012/dmj.2018-313

 Hiraishi, N., Yiu, C. K. Y., King, N. M., & Tay, F. R. (2009). Effect of pulpal pressure on the microtensile bond strength of luting resin cements to human dentin. Dental Materials, 25(1), 58–66. https://doi.org/10.1016/j.dental.2008.05.005

– Hironaka, N. G. L., Ubaldini, A. L. M., Sato, F., Giannini, M., Terada, R. S. S., & Pascotto, R. C. (2018). Influence of immediate dentin sealing and interim cementation on the adhesion of indirect restorations with dual-polymerizing resin cement. Journal of Prosthetic Dentistry, 119(4), 678.e1-678.e8. https://doi.org/10.1016/j. prosdent.2018.02.001

- Hofsteenge, J. W., Hogeveen, F., Cune, M. S., & Gresnigt, M. M. M. (2020). Effect of immediate dentine sealing on the aging and fracture strength of lithium disilicate inlays and overlays. Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials, 110, 103906 . https://doi.org/10.1016/J.JMBBM.2020.103906

 Ikeda, T., De Munck, J., Shirai, K., Hikita, K., Inoue, S., Sano, H., Lambrechts, P., & Van Meerbeek, B. (2005a). Effect of evaporation of primer components on ultimate tensile strengths of primer-adhesive mixture. Dental Materials : 21(11), 1051–1058. https://doi.org/10.1016/J.DENTAL.2005.03.010

 Ilie, N., & Hickel, R. (2008). Can CQ be completely replaced by alternative initiators in dental adhesives? Dental Materials Journal, 27(2), 221–228. https://doi.org/10.4012/ DMJ.27.221

Imazato, S., McCabe, J. F., Tarumi, H., Ehara, A., & Ebisu, S. (2001). Degree of conversion of composites measured by DTA and FTIR. Dental Materials, 17(2), 178–183. https://doi.org/10.1016/S0109-5641(00)00066-X

Ishii, N., Maseki, T., & Nara, Y. (2017). Bonding state of metal-free CAD/CAM onlay restoration after cyclic loading with and without immediate dentin sealing. Dental Materials Journal, 36(3), 357–367. https://doi.org/10.4012/dmj.2016-289

Ito, S., Hashimoto, M., Wadgaonkar, B., Svizero, N., Carvalho, R. M., Yiu, C., Rueggeberg, F. A., Foulger, S., Saito, T., Nishitani, Y., Yoshiyama, M., Tay, F. R., & Pashley, D. H. (2005). Effects of resin hydrophilicity on water sorption and changes in modulus of elasticity. Biomaterials, 26(33), 6449–6459. https://doi.org/10.1016/J. BIOMATERIALS.2005.04.052

Johnson, G. H., Hazelton, L. R., Bales, D. J., & Lepe, X. (2004). The effect of a resin-based sealer on crown retention for three types of cement. Journal of Prosthetic Dentistry, 91(5), 428–435. https://doi.org/10.1016/j.prosdent.2004.02.014

 Khosravani, M. R. (2019). Mechanical behavior of restorative dental composites under various loading conditions. Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials, 93, 151–157. https://doi.org/10.1016/j.jmbbm.2019.02.009

- Kim, J. E., Kim, J. H., Shim, J. S., Roh, B. D., & Shin, Y. (2017). Effect of airparticle pressures on the surface topography and bond strengths of resin cement to the hybrid ceramics. Dental Materials Journal, 36(4), 454–460. https://doi.org/10.4012/ dmj.2016-293

- Knežević, A., Tarle, Z., Meniga, A., Šutalo, J., Pichler, G., & Ristić, M. (2001). Degree of Conversion and temperature rise during polymerization of composite resin samples with blue diodes. Journal of Oral Rehabilitation, 28(6), 586–591. https://doi. org/10.1046/j.1365-2842.2001.00709.x

Koga, K., Tsujimoto, A., Ishii, R., Iino, M., Kotaku, M., Takamizawa, T., Tsubota, K., & Miyazaki, M. (2011). Influence of oxygen inhibition on the surface free-energy and dentin bond strength of self-etch adhesives. European Journal of Oral Sciences, 119(5), 395–400. https://doi.org/10.1111/j.1600-0722.2011.00849.x

Krejci, I., & Daher, R. (2017). Stress distribution difference between Lava Ultimate full crowns and IPS e.max CAD full crowns on a natural tooth and on tooth-shaped implant abutments. Odontology, 105(2), 254–256. https://doi.org/10.1007/s10266-016-0276-z

Krifka, S., Seidenader, C., Hiller, K. A., Schmalz, G., & Schweikl, H. (2012).
Oxidative stress and cytotoxicity generated by dental composites in human pulp cells.
Clinical Oral Investigations, 16(1), 215–224. https://doi.org/10.1007/s00784-010-0508-5

 Lambert, H., Durand, J. C., Jacquot, B., & Fages, M. (2017). Dental biomaterials for chairside CAD/CAM: State of the art. Journal of Advanced Prosthodontics, 9(6), 486–495. https://doi.org/10.4047/jap.2017.9.6.486

- Lava. (n.d.). Lava Ultimate: Beautiful results Easy handling.

Lee, T. Y., Guymon, C. A., Jönsson, E. S., & Hoyle, C. E. (2004). The effect of monomer structure on oxygen inhibition of (meth)acrylates photopolymerization.
Polymer, 45(18), 6155–6162. https://doi.org/10.1016/j.polymer.2004.06.060

 Leesungbok, R., Lee, S. M., Park, S. J., Lee, S. W., Lee, D. Y., Im, B. J., & Ahn, S. J. (2015). The effect of IDS (immediate dentin sealing) on dentin bond strength under various thermocycling periods. Journal of Advanced Prosthodontics, 7(3), 224–232. https://doi.org/10.4047/jap.2015.7.3.224

Leprince, J. G., Palin, W. M., Hadis, M. A., Devaux, J., & Leloup, G. (2013).
Progress in dimethacrylate-based dental composite technology and curing efficiency.
Dental Materials, 29(2), 139–156. https://doi.org/10.1016/j.dental.2012.11.005

Lucena-Martin, C., González-Rodríguez, M. P., Ferrer-Luque, C. M., Robles-Gijón,
V., & Navajas, J. M. (1999). Study of the shear bond strength of five one-component adhesives under simulated pulpal pressure. Operative Dentistry, 24(2), 73–80. https://pubmed.ncbi.nlm.nih.gov/10483443/

 Magne, P. (2006). Immediate Dentin Sealing: A Fundamental Procedure for Indirect Bonded Restorations. Journal of Esthetic and Restorative Dentistry, 17(3), 144–154. https://doi.org/10.1111/j.1708-8240.2005.tb00103.x

 Magne P, Douglas WH. (1999) Porcelain veneers: dentin bonding optimization and biomimetic recovery of the crown. International Journal of Prosthodontics. 12(2), 111-21. https://pubmed.ncbi.nlm.nih.gov/10371912

Magne, P., Kim, T. H., Cascione, D., & Donovan, T. E. (2005). Immediate dentin sealing improves bond strength of indirect restorations. Journal of Prosthetic Dentistry, 94(6), 511–519. https://doi.org/10.1016/j.prosdent.2005.10.010

 Magne, P., & Nielsen, B. (2009). Interactions between impression materials and immediate dentin sealing. Journal of Prosthetic Dentistry, 102(5), 298–305. https://doi. org/10.1016/S0022-3913(09)60178-5

Magne, P., Paranhos, M. P., Hehn, J., Oderich, E., & Boff, L. L. (2011). Selective masking for thin indirect restorations: can the use of opaque resin affect the dentine bond strength of immediately sealed preparations? Journal of Dentistry, 39(10), 707– 709. https://doi.org/10.1016/J.JDENT.2011.07.005

Magne, P., So, W. S., & Cascione, D. (2007). Immediate dentin sealing supports delayed restoration placement. Journal of Prosthetic Dentistry, 98(3), 166–174. https://doi.org/10.1016/S0022-3913(07)60052-3

Manso, A. P., & Carvalho, R. M. (2017). Dental Cements for Luting and Bonding Restorations: Self-Adhesive Resin Cements. In Dental Clinics of North America (Vol. 61, Issue 4, pp. 821–834). W.B. Saunders. https://doi.org/10.1016/j.cden.2017.06.006

Mazzitelli, C., Monticelli, F., Osorio, R., Casucci, A., Toledano, M., & Ferrari, M. (2008). Effect of simulated pulpal pressure on self-adhesive cements bonding to dentin. Dental Materials, 24(9), 1156–1163. https://doi.org/10.1016/j.dental.2008.01.005

– Miletic, V., & Santini, A. (2012). Optimizing the concentration of 2,4,6-trimethylbenzoyldiphenylphosphine oxide initiator in composite resins in relation to monomer conversion. Dental Materials Journal, 31(5), 717–723. https://doi. org/10.4012/dmj.2012-064

 Mitchem, J. C., Terkla, L. G., & Gronas, D. G. (1988). Bonding of resin dentin adhesives under simulated physiological conditions. Dental Materials, 4(6), 351–353. https://doi.org/10.1016/S0109-5641(88)80048-4

 Monticelli, F., Osorio, R., Mazzitelli, C., Ferrari, M., & Toledano, M. (2008).
Limited decalcification/diffusion of self-adhesive cements into dentin. Journal of Dental Research, 87(10), 974–979. https://doi.org/10.1177/154405910808701012

Morgan, D. R., Kalachandra, S., Shobha, H. K., Gunduz, N., & Stejskal, E. O. (2000).
Analysis of a dimethacrylate copolymer (Bis-GMA and TEGDMA) network by DSC and 13C solution and solid-state NMR spectroscopy. Biomaterials, 21(18), 1897–1903.
https://doi.org/10.1016/S0142-9612(00)00067-3

 Mota, E. G., Smidt, L. N., Fracasso, L. M., Burnett, L. H., & Spohr, A. M. (2017).
The effect of milling and postmilling procedures on the surface roughness of CAD/ CAM materials. Journal of Esthetic and Restorative Dentistry, 29(6), 450–458. https:// doi.org/10.1111/jerd.12326

Murata, T., Maseki, T., & Nara, Y. (2018). Effect of immediate dentin sealing applications on bonding of CAD/CAM ceramic onlay restoration. Dental Materials Journal, 37(6), 928–939. https://doi.org/10.4012/DMJ.2017-377

 Nagarkar, S., Theis-Mahon, N., & Perdigão, J. (2019). Universal dental adhesives: Current status, laboratory testing, and clinical performance. Journal of Biomedical Materials Research - Part B Applied Biomaterials, 107(6), 2121–2131. https://doi. org/10.1002/jbm.b.34305

Navarra, C. O., Breschi, L., Turco, G., Diolosà, M., Fontanive, L., Manzoli, L., Di Lenarda, R., & Cadenaro, M. (2012). Degree of conversion of two-step etch-and-rinse adhesives: In situ micro-Raman analysis. Journal of Dentistry, 40(9), 711–717. https://doi.org/10.1016/j.jdent.2012.05.001

Nguyen, J. F., Migonney, V., Ruse, N. D., & Sadoun, M. (2012). Resin composite blocks via high-pressure high-temperature polymerization. Dental Materials, 28(5), 529–534. https://doi.org/10.1016/j.dental.2011.12.003

Nishitani, Y., Yoshiyama, M., Hosaka, K., Tagami, J., Donnelly, A., Carrilho, M., Tay, F. R., & Pashley, D. H. (2007). Use of Hoy's solubility parameters to predict water sorption/solubility of experimental primers and adhesives. European Journal of Oral Sciences, 115(1), 81–86. https://doi.org/10.1111/J.1600-0722.2007.00430.X

Nunes, T. G., Ceballos, L., Osorio, R., & Toledano, M. (2005). Spatially resolved photopolymerization kinetics and oxygen inhibition in dental adhesives. Biomaterials, 26(14), 1809–1817. https://doi.org/10.1016/j.biomaterials.2004.06.012

Oguri, M., Yoshida, Y., Yoshihara, K., Miyauchi, T., Nakamura, Y., Shimoda, S., Hanabusa, M., Momoi, Y., & Van Meerbeek, B. (2012). Effects of functional monomers and photo-initiators on the degree of conversion of a dental adhesive. Acta Biomaterialia, 8(5), 1928–1934. https://doi.org/10.1016/j.actbio.2012.01.013

Özcan, M., Barbosa, S. H., Melo, R. M., Galhano, G. A. P., & Bottino, M. A. (2007).
Effect of surface conditioning methods on the microtensile bond strength of resin composite to composite after aging conditions. Dental Materials, 23(10), 1276–1282.
https://doi.org/10.1016/j.dental.2006.11.007

Pashley, D. H., Sano, H., Ciucchi, B., Yoshiyama, M., & Carvalho, R. M. (1995).
Keys to Blended Learning. Dental Materials, 11, 117–125. https://doi.org/10.1016/0109-5641(95)80046-8

 Pashley, E. L., Comer, R. W., Simpson, M. D., Horner, J. A., Pashely, D. H., & Caughman, W. F. (1992). Dentin permeability: sealing the dentin in crown preparations.
Operative Dentistry, 17(1), 13–20. https://augusta.pure.elsevier.com/en/publications/ dentin-permeability-sealing-the-dentin-in-crown-preparations

Paul, S. J., Leach, M., Rueggeberg, F. A., & Pashley, D. H. (1999a). Effect of water content on the physical properties of model dentine primer and bonding resins. Journal of Dentistry, 27(3), 209–214. https://doi.org/10.1016/S0300-5712(98)00042-6

Pereira, P. N. R., Okuda, M., Sano, H., Yoshikawa, T., Burrow, M. F., & Tagami,
J. (1999). Effect of intrinsic wetness and regional difference on dentin bond strength.
Dental Materials, 15(1), 46–53. https://doi.org/10.1016/S0109-5641(99)00013-5

Pereira, S. G., Fulgêncio, R., Nunes, T. G., Toledano, M., Osorio, R., & Carvalho, R.
M. (2010). Effect of curing protocol on the polymerization of dual-cured resin cements.
Dental Materials, 26(7), 710–718. https://doi.org/10.1016/j.dental.2010.03.016

Peumans, M., Valjakova, E. B., De Munck, J., Mishevska, C. B., & Van Meerbeek, B. (2016). Bonding effectiveness of luting composites to different CAD/CAM materials. Journal of Adhesive Dentistry, 18(4), 289–302. https://doi.org/10.3290/j.jad.a36155

Phaneuf, M., Haimeur, A., & França, R. (2019). Effect of anaerobic cure of self-etch adhesive on degree of conversion and shear bond strength. Clinical Oral Investigations, 23(5), 2227–2233. https://doi.org/10.1007/s00784-018-2645-1

– Pongprueksa, P., Miletic, V., Janssens, H., Van Landuyt, K. L., De Munck, J., Godderis, L., & Van Meerbeek, B. (2014). Degree of conversion and monomer elution of CQ/amine and TPO adhesives. Dental Materials, 30(6), 695–701. https://doi. org/10.1016/j.dental.2014.03.007

Pucci, C. R., Gu, L. S., Zhang, H. yun, Song, Q., Xia, V. W., Davis, L. B., de Souza Andrade, D., Mazzoni, A., Breschi, L., Pashley, D. H., Tay, F. R., & Niu, L. N. (2018).
Water-associated attributes in the contemporary dentin bonding milieu. Journal of Dentistry, 74, 79–89. https://doi.org/10.1016/j.jdent.2018.04.016

Qanungo, A., Aras, M. A., Chitre, V., Mysore, A., Amin, B., & Daswani, S. R. (2016).
Immediate dentin sealing for indirect bonded restorations. Journal of Prosthodontic Research, 60(4), 240–249. https://doi.org/10.1016/j.jpor.2016.04.001

- Reboul, T., Hoang Thaï, H., Cetik, S., & Atash, R. (2018). Comparison between shear forces applied on the overlay-dental tissue interface using different bonding techniques: An in vitro study. Journal of Indian Prosthodontic Society, 18(3), 212. https://doi.org/10.4103/JIPS\_JIPS\_165\_17

– Reis, André F., Arrais, C. A. G., Novaes, P. D., Carvalho, R. M., De Goes, M. F., & Giannini, M. (2004). Ultramorphological analysis of resin-dentin interfaces produced with water-based single-step and two-step adhesives: Nanoleakage expression. Journal of Biomedical Materials Research - Part B Applied Biomaterials, 71(1), 90–98. https://doi.org/10.1002/jbm.b.30076

Reis, Andre F., Bedran-Russo, A. K. B., Giannini, M., & Pereira, P. N. R. (2007).
Interfacial ultramorphology of single-step adhesives: Nanoleakage as a function of time. Journal of Oral Rehabilitation, 34(3), 213–221. https://doi.org/10.1111/j.1365-2842.2006.01656.x

Reis, Andre F., Giannini, M., & Pereira, P. N. R. (2007). Long-term TEM analysis of the nanoleakage patterns in resin-dentin interfaces produced by different bonding strategies. Dental Materials, 23(9), 1164–1172. https://doi.org/10.1016/j.dental.2006.10.006

Rigos, A. E., Dandoulaki, C., Kontonasaki, E., Kokoti, M., Papadopoulou, L.,
& Koidis, P. (2019). Effect of immediate dentin sealing on the bond strength of monolithic zirconia to human dentin. Operative Dentistry, 44(4), E167–E179. https://doi.org/10.2341/18-198-L

Rueggeberg, F. A., Hashinger, D. T., & Fairhurst, C. W. (1990). Calibration of FTIR conversion analysis of contemporary dental resin composites. Dental Materials, 6(4), 241–249. https://doi.org/10.1016/S0109-5641(05)80005-3

 Rueggeberg, F. A., & Margeson, D. H. (1990). The Effect of Oxygen Inhibition on an Unfilled/Filled Composite System. Journal of Dental Research, 69(10), 1652–1658. https://doi.org/10.1177/00220345900690100501

 Ruyter, I. E., & Øysaed, H. (1987). Composites for use in posterior teeth: Composition and conversion. Journal of Biomedical Materials Research, 21(1), 11–23. https://doi. org/10.1002/jbm.820210107

- Sadek, F. T., Calheiros, F. C., Cardoso, P. E. C., Kawano, Y., Tay, F., & Ferrari, M. (2008). Early and 24-hour bond strength and degree of conversion of etch-and-rinse and self-etch adhesives. American Journal of Dentistry, 21(1), 30–34. https://pubmed.ncbi.nlm.nih.gov/18435373/

Sag, B. U., & Bektas, O. O. (2020). Effect of immediate dentin sealing, bonding technique, and restorative material on the bond strength of indirect restorations.
Brazilian Dental Science, 23(2). https://doi.org/10.14295/bds.2020.v23i2.1923

 Samartzi, T.-K., Papalexopoulos, D., Sarafianou, A., & Kourtis, S. (2021). Immediate Dentin Sealing: A Literature Review. Clinical, Cosmetic and Investigational Dentistry, 13, 233–256. https://doi.org/10.2147/CCIDE.S307939

 Sano, H., Ciucchi, B., & Matthews, W. G. (1994). Tensile Properties of Mineralized and Demineralized Human and Bovine Dentin. Journal of Dental Research, 73(6), 1205–1211. https://doi.org/10.1177/00220345940730061201

Sano, Hidehiko, Chowdhury, A. F. M. A., Saikaew, P., Matsumoto, M., Hoshika, S., & Yamauti, M. (2020). The microtensile bond strength test: Its historical background and application to bond testing. Japanese Dental Science Review, 56(1), 24–31. https://doi.org/10.1016/j.jdsr.2019.10.001

Santana, V. B., De Alexandre, R. S., Rodrigues, J. A., Ely, C., & Reis, A. F. (2016a).
Effects of immediate dentin sealing and pulpal pressure on resin cement bond strength and nanoleakage. Operative Dentistry, 41(2), 189–199. https://doi.org/10.2341/15-150-L

- Sato, K., Hosaka, K., Takahashi, M., Ikeda, M., Tian, F., Komada, W., Nakajima, M., Foxton, R., Nishitani, Y., Pashley, D. H., & Tagami, J. (2017). Dentin bonding durability of two-step self-etch adhesives with improved of degree of conversion of adhesive resins. Journal of Adhesive Dentistry, 19(1), 31–37. https://doi.org/10.3290/j. jad.a37726

Sauro, S., Pashley, D. H., Montanari, M., Chersoni, S., Carvalho, R. M., Toledano, M., Osorio, R., Tay, F. R., & Prati, C. (2007). Effect of simulated pulpal pressure on dentin permeability and adhesion of self-etch adhesives. Dental Materials, 23(6), 705–713. https://doi.org/10.1016/j.dental.2006.06.010

- Shafiei, F., Aghaei, T., & Jowkar, Z. (2020). Effect of proanthocyanidin mediated immediate and delayed dentin sealing on the strength of premolars restored with composite resin inlay. Journal of Clinical and Experimental Dentistry, 12(3), e235– e241. https://doi.org/10.4317/JCED.55942

- Shawkat, E. S., Shortall, A. C., Addison, O., & Palin, W. M. (2009). Oxygen inhibition and incremental layer bond strengths of resin composites. Dental Materials, 25(11), 1338–1346. https://doi.org/10.1016/j.dental.2009.06.003

 Sideridou, I. D., Achilias, D. S., & Karabela, M. M. (2007). Sorption kinetics of ethanol/water solution by dimethacrylate-based dental resins and resin composites.
Journal of Biomedical Materials Research - Part B Applied Biomaterials, 81(1), 207– 218. https://doi.org/10.1002/jbm.b.30655

Sideridou, I., Tserki, V., & Papanastasiou, G. (2002). Effect of chemical structure on degree of conversion in light-cured dimethacrylate-based dental resins. Biomaterials, 23(8), 1819–1829. https://doi.org/10.1016/S0142-9612(01)00308-8

Sinjari, B., D'Addazio, G., Murmura, G., Di Vincenzo, G., Semenza, M., Caputi,
S., & Traini, T. (2019). Avoidance of interaction between impression materials and
tooth surface treated for immediate dentin sealing: An in vitro study. Materials, 12(20).
https://doi.org/10.3390/ma12203454

Sinjari, B., D'Addazio, G., Xhajanka, E., Caputi, S., Varvara, G., & Traini, T. (2020).
Penetration of different impression materials into exposed dentinal tubules during the impression procedure. Materials, 13(6). https://doi.org/10.3390/ma13061321

- Spohr, A. M., Borges, G. A., & Platt, J. A. (2013). Thickness of immediate dentin sealing materials and its effect on the fracture load of a reinforced all-ceramic crown. European Journal of Dentistry, 7(4), 474–483. https://doi.org/10.4103/1305-7456.120682

Stansbury, J. W., & Dickens, S. H. (2001). Network formation and compositional drift during photo-initiated copolymerization of dimethacrylate monomers. Polymer, 42(15), 6363–6369. https://doi.org/10.1016/S0032-3861(01)00106-9

- Stawarczyk, B., Krawczuk, A., & Ilie, N. (2015). Tensile bond strength of resin composite repair in vitro using different surface preparation conditionings to an aged CAD/CAM resin nanoceramic. Clinical Oral Investigations, 19(2), 299–308. https:// doi.org/10.1007/s00784-014-1269-3

Stewart, G. P., Jain, P., & Hodges, J. (2002). Shear bond strength of resin cements to both ceramic and dentin. Journal of Prosthetic Dentistry, 88(3), 277–284. https://doi.org/10.1067/mpr.2002.128034

Suh, B. I. (2004). Oxygen-inhibited layer in adhesion dentistry. Journal of Esthetic and Restorative Dentistry, 16(5), 316–323. https://doi.org/10.1111/j.1708-8240.2004. tb00060.x

– Šušterčič, D., Cevc, P., Funduk, N., & Pintar, M. M. (1997). Determination of curing time in visible-light-cured composite resins of different thickness by electron paramagnetic resonance. Journal of Materials Science: Materials in Medicine, 8(8), 507–510. https://doi.org/10.1023/A:1018534428200

Takahashi, A., Sato, Y., Uno, S., Pereira, P. N. R., & Sano, H. (2002). Effects of mechanical properties of adhesive resins on bond strength to dentin. Dental Materials, 18(3), 263–268. https://doi.org/10.1016/S0109-5641(01)00046-X

Takimoto, M., Ishii, R., Iino, M., Shimizu, Y., Tsujimoto, A., Takamizawa, T., Ando,
S., & Miyazaki, M. (2012). Influence of temporary cement contamination on the surface
free energy and dentine bond strength of self-adhesive cements. Journal of Dentistry,
40(2), 131–138. https://doi.org/10.1016/j.jdent.2011.11.012

Tarle, Z., Meniga, A., Ristic, M., Sutalo, J., Pichler, G., & Davidson, C. L. (1998).
The effect of the photopolymerization method on the quality of composite resin samples. Journal of Oral Rehabilitation, 25(6), 436–442. https://doi.org/10.1046/j.1365-2842.1998.00258.x

Tay FR, Pashley DH. (2003) Have dentin adhesives become too hydrophilic?
Journal of the Canadian Dental Association. 69(11), 726-31. https://pubmed.ncbi.nlm.
nih.gov/14653938

Tay, F. R., Pashley, D. H., Suh, B. I., Carvalho, R. M., & Itthagarun, A. (2002).
Single-step adhesives are permeable membranes. Journal of Dentistry, 30(7–8), 371–382. https://doi.org/10.1016/S0300-5712(02)00064-7

 Tichy, A., Hosaka, K., Abdou, A., Nakajima, M., & Tagami, J. (2020). Degree of Conversion Contributes to Dentin Bonding Durability of Contemporary Universal Adhesives. Operative Dentistry. 45(5), 556-566. https://doi.org/10.2341/19-165-1

- Ting, S., Chowdhury, A. F. M. A., Sun, J., Kakuda, S., Sidhu, S. K., Yoshida, Y., Selimovic, D., & Sano, H. (2018). Effect of different remaining dentin thickness and long term water storage on dentin bond strength. Dental Materials Journal, 37(4), 562– 567. https://doi.org/10.4012/dmj.2017-140

 Turssi, C. P., Ferracane, J. L., & Vogel, K. (2005). Filler features and their effects on wear and degree of conversion of particulate dental resin composites. Biomaterials, 26(24), 4932–4937. https://doi.org/10.1016/j.biomaterials.2005.01.026

- Uctasli, S., Tezvergil, A., Lassila, L. V. J., & Vallittu, P. K. (2005). The degree of conversion of fiber-reinforced composites polymerized using different light-curing sources. Dental Materials, 21(5), 469–475. https://doi.org/10.1016/j.dental.2004.08.001

– Ueta, H., Tsujimoto, A., Barkmeier, W. W., Oouchi, H., Sai, K., Takamizawa, T., Latta, M. A., & Miyazaki, M. (2016). Influence of an oxygen-inhibited layer on enamel bonding of dental adhesive systems: Surface free-energy perspectives. European Journal of Oral Sciences, 124(1), 82–88. https://doi.org/10.1111/eos.12231

 Salz U, Bock T. (2010) Testing adhesion of direct restoratives to dental hard tissue a review. Journal of Adhesive Dentistry . 12(5), 343-71. https://pubmed.ncbi.nlm.nih. gov/20978636

- van den Breemer, C. R., Özcan, M., Pols, M. R., Postema, A. R., Cune, M. S., & Gresnigt, M. M. (2019). Adhesion of resin cement to dentin: effects of adhesive promoters, immediate dentin sealing strategies, and surface conditioning. The International Journal of Esthetic Dentistry, 14(1), 52–63. https://pubmed.ncbi.nlm.nih. gov/30714054/ - van den Breemer, C. R.G., Cune, M. S., Özcan, M., Naves, L. Z., Kerdijk, W., & Gresnigt, M. M. M. (2019). Randomized clinical trial on the survival of lithium disilicate posterior partial restorations bonded using immediate or delayed dentin sealing after 3 years of function. Journal of Dentistry, 85, 1–10. https://doi.org/10.1016/j. jdent.2019.02.001

– Van Den Breemer, C. R.G., Özcan, M., Cune, M. S., Almeida Ayres, A. P., Van Meerbeek, B., & Gresnigt, M. M. M. (2019). Effect of immediate dentin sealing and surface conditioning on the microtensile bond strength of resin-based composite to dentin. Operative Dentistry, 44(6), E289–E298. https://doi.org/10.2341/18-052-L

– Van den Breemer, Carline R.G., Buijs, G. J., Cune, M. S., Özcan, M., Kerdijk, W., Van der Made, S., & Gresnigt, M. M. (2021). Prospective clinical evaluation of 765 partial glass-ceramic posterior restorations luted using photo-polymerized resin composite in conjunction with immediate dentin sealing. Clinical Oral Investigations, 25(3), 1463. https://doi.org/10.1007/S00784-020-03454-7

van den Breemer, Carline R.G., Gresnigt, M., Özcan, M., Kerdijk, W., & Cune, M. (2019). Prospective randomized clinical trial on the survival of lithium disilicate posterior partial crowns bonded using immediate or delayed dentin sealing: Short-term results on tooth sensitivity and patient satisfaction. Operative Dentistry, 44(5), E212–E222. https://doi.org/10.2341/18-047-C

- van den Breemer, Carline R.G., Özcan, M., Cune, M. S., van der Giezen, R., Kerdijk, W., & Gresnigt, M. M. M. (2017). Effect of immediate dentine sealing on the fracture strength of lithium disilicate and multiphase resin composite inlay restorations. Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials, 72, 102–109. https://doi. org/10.1016/J.JMBBM.2017.04.002

Van Landuyt, K. L., Snauwaert, J., De Munck, J., Peumans, M., Yoshida, Y., Poitevin, A., Coutinho, E., Suzuki, K., Lambrechts, P., & Van Meerbeek, B. (2007).
Systematic review of the chemical composition of contemporary dental adhesives. In Biomaterials (Vol. 28, Issue 26, pp. 3757–3785). Biomaterials. https://doi.org/10.1016/j. biomaterials.2007.04.044

Van Meerbeek, B., Yoshihara, K., Yoshida, Y., Mine, A., De Munck, J., & Van Landuyt, K. L. (2011). State of the art of self-etch adhesives. Dental Materials, 27(1), 17–28. https://doi.org/10.1016/j.dental.2010.10.023

 Verma, P., Kumar, V., Khakiani, M. I., Pandya, H. V, Nathani, T. I., & Bhanushali, N. V. (2019). Effect of Immediate Dentin Sealing on Polymerization of Elastomeric Materials: An Ex Vivo Randomized Controlled Trial. International Journal of Clinical Pediatric Dentistry, 12(4), 288–292. https://doi.org/10.5005/JP-JOURNALS-10005-1657

- Vita. (2013). Vita Enamic Working Instructions.

 Vrochari, A. D., Eliades, G., Hellwig, E., & Wrbas, K. T. (2010). Water sorption and solubility of four self-etching, self-adhesive resin luting agents. Journal of Adhesive Dentistry, 12(1), 39–43. https://doi.org/10.3290/j.jad.a17539

 Wang, Y., Spencer, P., Yao, X., & Ye, Q. (2006). Effect of coinitiator and wafer on the photoreactivity and photopolymerization of HEMA/camphoquinone-based reactant mixtures. Journal of Biomedical Materials Research - Part A, 78(4), 721–728. https:// doi.org/10.1002/jbm.a.30733

 Yamaji, A., Koga, K., Tsujimoto, A., Shimizu, Y., Tsubota, K., Takamizawa, T., & Miyazaki, M. (2013). Influence of oxygen-inhibited layer on dentin bond strength of chemical-cured resin composite. European Journal of Oral Sciences, 121(5), 497–503. https://doi.org/10.1111/eos.12077

Yamaji, A., Tsujimoto, A., Asaoka, T., Matsuyoshi, S., Tsuchiya, K., Takamizawa, T., & Miyazaki, M. (2014). Effect of oxygen inhibition in two-step self-etch systems on surface free energy and dentin bond strength with a chemically cured resin composite. Journal of Oral Science, 56(3), 201–207. https://doi.org/10.2334/josnusd.56.201

Yan, Y. L., Kim, Y. K., Kim, K. H., & Kwon, T. Y. (2010). Changes in degree of conversion and microhardness of dental resin cements. Operative Dentistry, 35(2), 203–210. https://doi.org/10.2341/09-174-L

 Yazdi, F. M., Moosavi, H., Atai, M., & Zeynali, M. (2015). Dentin bond strength and degree of conversion evaluation of experimental self-etch adhesive systems. Journal of Clinical and Experimental Dentistry, 7(2), e243–e249. https://doi.org/10.4317/ jced.51842

 Yazigi, C., Kern, M., & Chaar, M. S. (2017). Influence of various bonding techniques on the fracture strength of thin CAD/CAM-fabricated occlusal glass-ceramic veneers. Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials, 75, 504–511. https://doi. org/10.1016/j.jmbbm.2017.08.016 Yiu, C. K. Y., King, N. M., Pashley, D. H., Suh, B. I., Carvalho, R. M., Carrilho, M. R. O., & Tay, F. R. (2004). Effect of resin hydrophilicity and water storage on resin strength. Biomaterials, 25(26), 5789–5796. https://doi.org/10.1016/J. BIOMATERIALS.2004.01.026

Yoshida, K., & Greener, E. H. (1994). Effect of photoinitiator on degree of conversion of unfilled light-cured resin. Journal of Dentistry, 22(5), 296–299. https://doi.org/10.1016/0300-5712(94)90064-7

 Yu, P., Yap, A., & Wang, X. (2017). Degree of Conversion and Polymerization Shrinkage of Bulk-Fill Resin-Based Composites. Operative Dentistry, 42(1), 82–89. https://doi.org/10.2341/16-027-L

# PRODUCCIÓN CIENTÍFICA



MDPI

# Article Effect of Two Immediate Dentin Sealing Approaches on Bond Strength of Lava<sup>TM</sup> CAD/CAM Indirect Restoration

Hassan Faez Abdullah Gailani <sup>1</sup>, Cristina Benavides-Reyes <sup>1,\*</sup>, María Victoria Bolaños-Carmona <sup>2</sup>, Eva Rosel-Gallardo <sup>3</sup>, Purificación González-Villafranca <sup>3</sup> and Santiago González-López <sup>1</sup>

- <sup>1</sup> Department of Operative Dentistry, Campus de Cartuja, School of Dentistry, University of Granada, Colegio Maximo s/n, E-18071 Granada, Spain; hassanfaez@correo.ugr.es (H.F.A.G.); sglopez@ugr.es (S.G.-L.)
- <sup>2</sup> Department of Pediatric Dentistry, Campus de Cartuja, School of Dentistry, University of Granada, Colegio Maximo s/n, E-18071 Granada, Spain; mbolanos@ugr.es
- Master Odontología Multidisciplinar y Estética, University of Granada, Avenida de Fuentenueva s/n,
- E-18071 Granada, Spain; erosel@ugr.es (E.R.-G.); purichi85@hotmail.com (P.G.-V.)
- Correspondence: crisbr@ugr.es

Abstract: the objective of this work was to compare the micro-tensile bond strength (µTBS) of CAD/CAM (Computer-Aided Design/ Computer-Aided Manufacturing) specimens cemented with different pairing of adhesives and resin-cements using two Immediate Dentin Dealing (IDS) approaches in comparison with Delay Dentin Sealing (DDS). Coronal dentin from 108 molars were divided into nine groups (n = 12) depending on the adhesive/resin-cement (A-C) assigned. Lava<sup>TM</sup> Ultimate (4 × 10 × 10 mm) was cemented according to different strategies: IDS1(cementation after dentin sealing), DDS (dentin sealing and cementation at 2-weeks), IDS2 (immediate dentin sealing and cementation at 2-weeks). Samples were sectioned and tested until failure to determine the µTBS. Failure mode was categorized as dentin/cement (DC), at Lava<sup>™</sup> Ultimate/cement (LC) and hybrid (H). Kruska-Wallis and Mann-Whitney U tests and influence of the type of failure on the µTBS by survival analysis with competing risk was explored. Mostly, µTBS values were equal or higher in IDS2 than DDS. In general, A-Cs that showed higher µTBS, have high percentages of LC failure. Survival analysis with competing risk between DC + H and LC values showed that some A-Cs would significantly increase the µTBS values for IDS2. A-Cs with the highest adhesion values showed a high percentage of fractures at the LC interface, suggesting that the adhesion at the adhesive/dentin interface would be higher.

Keywords: IDS; DDS; universal adhesives; self-adhesive cements; CAD/CAM restoration

#### 1. Introduction

In restorative dentistry, usually compromised larger posterior cavities either biomechanically or aesthetically have to be restored using partial indirect restorations and adhesive technology. Its clinical success depends on factors such as the composition of the indirect restoration material and the adhesive cementation procedure [1–3].

The Immediate Dentin Sealing (IDS) technique consists of the application of dental bonding agent immediately after tooth preparation and before impression taking, instead of Delay Dentin Sealing (DDS) that represents a common clinical practice where the dentin adhesive is applied just before cementing the restoration in a second visit [4]. It has been reported that IDS protect freshly cut dentin against contamination. In addition, collagen of the hybrid layer is guarded against collapsing, and subsequently, the bonding procedures of indirect restorations result in higher bond strength values [5], improving marginal sealing, reducing post-cementation sensitivity, and improving cavity adaptation of indirect restoration. It also increases patient comfort during the provisional restoration

Citation: Gailani, H.F.A.; Benavides-Reyes, C.; Bolaños-Carmona, M.V.; Rosel-Gallardo, E.; González-Villafranca, P.; González-López, S. Effect of Two Immediate Dentin Sealing Approaches on Bond Strength of Lava<sup>TM</sup> CAD/CAM Indirect Restoration. *Materials* **2021**, *14*, 1629. https://doi.org/10.3390/ma14071629

Academic Editor: Sufyan Garoushi

Received: 1 March 2021 Accepted: 23 March 2021 Published: 26 March 2021

Publisher's Note: MDPI stays neutral with regard to jurisdictional claims in published maps and institutional affiliations.



Copyright: © 2021 by the authors. Licensee MDPI, Basel, Switzerland. This article is an open access article distributed under the terms and conditions of the Creative Commons Attribution (CC BY) license (http://creativecommons.org/licenses /by/4.0/).

Materials 2021, 14, 1629. https://doi.org/10.3390/ma14071629

2 of 14

stage with limited need for anesthesia in the cementing appointment of definitive restoration [6–8].

The chairside CAD/CAM (Computer-Aided Design/Computer-Aided Manufacturing) technique is increasingly used in dentistry. There is a variety of available CAD/CAM restorative material, as well as different types of ceramic, composite resin, and hybrid materials, with which we are able to produce high-quality indirect restorations. An additional advantage of the CAD/CAM technique is the possibility of cementing the indirect restoration in the same visit [9]. One of the most used materials of this type is Lava<sup>TM</sup> Ultimate CAD/CAM block, a nano-ceramic resin composite containing approximately 80% by weight of nanoceramic particles bound in a resin matrix, with a dentin-like modulus with an elasticity of 12.8 GPa [10]. When this technology is not available in the dental clinic, indirect restoration requires the use of provisional restoration. The influence of provisional restoration residue on bond strength to dentin in adhesive cementation is unclear. Some studies suggest that the provisional restoration may affect the bond strength, while the other studies suggest that only provisional cements with eugenol can affect bond strength [11]. On the other hand, Hayashi et al. [12] reported that the IDS restoration without temporary restoration produces maximum bond reliability and ensuring durability against debonding.

An adhesive procedure is an important step for the longevity of indirect restorations [13]. Etch-and-rinse adhesive agents have been proposed for the IDS technique, nonetheless, it also has been used the latest self-etch and universal adhesives to enhance bond strengths [5]. In the IDS technique, the dentine bonding agent reacts with oxygen and forms a thin, soft, and sticky superficial un-polymerized layer called the Oxygen Inhibition Layer (OIL) [14,15], and it is created by an increasingly low conversion rate of the resin. It can react with the impression material avoiding its polymerization and also most provisional restorative materials can bond to the IDS surface preventing its easy debonding [14]. In order to avoid that, it has been recommended to use glycerin gel to prevent the formation of OIL [14].

It is yet unknown which method is the most suitable for conditioning dentin treated with IDS prior to adhesive cementation [1]. It has been reported that soft air abrasion, airborne particle abrasion with Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, or fluoride-free pumice paste systems resulted in the highest bond strength. The abrasive process eliminates contaminant layers, and the roughness increases the surface area for bonding surface, supplying some degree of mechanical interlocking with the adhesive [13].

In this work, different clinical situations have been simulated, intended to assist the clinician in making decisions when an indirect restoration with Lava<sup>TM</sup> is performing: (1) cavity preparation, dentin sealing, and cementation of the indirect CAD/CAM restoration is performed in the same step; (2) cavity preparation and a provisional restoration in the first step followed by a second step for dentin sealing and cementation of CAD/CAM restoration; and (3) cavity preparation, immediately dentin sealing, and provisional restoration in the first step followed by a second step for cementation of CAD/CAM restoration.

The purpose of this work was to compared the adhesion to dentine (micro-tensile bond strength ( $\mu$ TBS)) of Lava<sup>TM</sup> Ultimate CAD/CAM restorations cemented with eight universal adhesives and a three-step etch-and-rinse adhesive and their corresponding resin cements using two IDS approaches in comparison with DDS. The null hypothesis of this study was that there is no significant difference in the  $\mu$ TBS of different universal adhesives with their corresponding resin cement nor between the different clinical strategies (IDS or DDS) when Lava<sup>TM</sup> Ultimate CAD/CAM restorations were adhesively cemented to the dentin.

#### 2. Materials and Methods

The current research was approved by the Ethics Committee of the University of Granada (Spain) (#1005/CEIH/2019).

# 2.1. Sample Preparation

One hundred and eight sound human molars extracted for periodontal reasons were cleaned and stored in a solution of 0.1% thymol until sample preparation. The roots of all teeth were removed by a slow-speed cutting machine (Struers, Copenhagen, Denmark) under water irrigation 2 mm below the cement enamel junction. Then, pulp chambers were cleaned using 2.5% sodium hypochlorite. Samples were connected to a simulated pulp pressure (SPP) system by a previously described method [16] maintaining the tooth under pressure and humidity conditions throughout the whole experiment. The occlusal coronal third of the crown was removed by a slow speed cutting machine (Struers, Copenhagen, Denmark) at 300 rpm to exposed the dentine surface and finished with 600 grit SiC paper under water [17,18].

Samples of 4-mm thickness ×10-mm width ×10-mm length were cut from CAD/CAM Lava<sup>™</sup> Ultimate blocks (3M ESPE, St. Paul, MN, USA) by a slow-speed cutting machine under water cooling in order to obtain a uniform surface for adhesion.

Specimens were randomly divided into nine groups (n = 12) depending on the pairing of dentin adhesive and resin cement (A-C) assigned. Then each group was divided into 3 subgroups (n = 4), for each dentin sealing strategy (Figure 1):

- 1. Protocol 1 (IDS1): Adhesive bonding agent was first applied on each specimen and then a specimen of Lava<sup>™</sup> Ultimate was cemented to flat dentin surfaces with the corresponding resin cement.
- 2. Protocol 2 (DDS): Occlusal dentin surface of each specimen was covered with a layer of 3-mm provisional restoration material (Telio CS onlay, Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein) and polymerized for 15 s and, subsequently, the specimens were left under SPP at room temperature. After two weeks, the temporary filling was removed and the dentin surface was cleaned with a polishing brush under water irrigation and finally, dentin adhesive was applied and a sample of Lava<sup>™</sup> Ultimate was cemented with the corresponding resin cement.
- 3. Protocol 3 (IDS2): Adhesive bonding agent was applied immediately after preparation and photopolymerized. Then the adhesive layer was covered with glycerin gel and cured yet another 10 s in order to prevent the OIL and, finally, the occlusal dentin was covered by 3 mm of provisional restoration material like the protocol 2. After two weeks, the temporary filling was removed and the occlusal dentin was sandblasted with PROPHY MATE cleaning powder "Calcium Carbonate" with Perio-Mate (NSK, Kanuma, Tochigi, Japan) for 1 min and a new adhesive layer was applied and polymerized [4]. Finally, a sample of Lava<sup>™</sup> Ultimate was cemented with the corresponding resin cement.

All universal adhesives were applied brushing the dentine surface and following the manufacturer's recommendations. Adhesives were polymerized using the lamp Bluephase (Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein) output 1200 mW/cm<sup>2</sup>. The brand, composition, and manufacturer details of each adhesive and its corresponding cement (A-C) are shown in Table 1.

Before luting, the surface of each Lava<sup>™</sup> Ultimate specimen was sandblasted (Bio-Art Microblaster lab) with 50 µm particles Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> for 2 min, ultrasonically cleaned for 5 min in distilled water, and air-dried. Silane RelyX<sup>™</sup> Ceramic Primer (3M ESPE) was applied for 1 min according to the silane manufacturer's instructions, afterwords, a new layer of adhesive was applied and the solvent evaporated and it was left uncured. Each Lava<sup>™</sup> specimen was cemented on the dentin substrate with the corresponding resin cement. The luting procedure was performed under a constant pressure of 1 kg (0.098 MPa) by means of a metal tool until the seating of the material was complete. The seating force was applied for the first 5 min leaving the material to set in the self-curing mode [19], and being photopolymerized from the top for 40s with an LED curing unit Bluephase (Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein). Finally, specimens were left under SPP at room temperature for 24 h.



**Figure 1.** Sample preparation and analysis flow in the different groups. SPP: Simulated Pulp Pressure; A + C: Adhesive + Cement; DDS: Delay Dentin Sealing; and IDS: Immediate Dental Sealing.

Study Group Manufacturer	Adhesives (Batch Number)	Chemical Composition	Cements (Batch Number)	Chemical Composition		
Kerr (Kerr, Orange, CA, USA)	OptiBond FL pH = 2.0 (84018)	HEMA, GPDM, PAMM, ethanol, water, photoinitiator Adhesive: TEGDMA, UDMA, GPDM, HEMA, bisGMA, filler, photoinitiator.	Maxcem Elite cement (6504758)	19–40% Methacrylate ester monomers, other-inert mineral fillers activators stabilizers, colorants, YF.		
Kerr U (Kerr, Orange, CA, USA)	OptiBond Universal pH = 2.5–3 Ultra-Mild (6769529)	37.5% HsPO4, BisGMA, GPDM, HEMA, PAMM, barium glass, silica, sodium, hexafluorodilicate, ethanol.	Maxcem Elite cement (6504758)	19–40% Methacrylate ester monomers, other-inert mineral fillers activators stabilizers, colorants, YF		
Dentsply (Dentsply, Konstanz, Germany)	Prime and Bond active universal pH = 2.5 Ultra-Mild (181000042)	Phosphoric acid modified acrylate resin, multifunctional acrylate, bifunctional acrylate, isopropanol, initiator, stabilizer.	Calibra Ceram Adhesive Resin Cement (1710171)	Urethane di-methacrylate, Di-and tri-methacrylate resin, phosphoric acid modified acrylate resin, Barium Born Fluro-Alumino Silicate Glass, Organic Peroxide initiator, CQ, Phosphone Oxide Photoinitiator, Accelerators, butylated Hydroxy Toluene, UV Stabilizer, Titanium Dioxide, Iron Oxide, Hydrophobic Silicon Dioxide, Particles of inorganic filler range from 16 nm to 7 µm, average particle size 3.8% µm, total filler 46.3% vol.		
3M 3M St Paul, MN, USA)	Scotchbond Universal Adhesive pH = 2.7 Ultra-Mild (70918A)	MDP, dimethacrylate resins, HEMA, methacrylate-modified Polyalkenoic acid copolymer, Filler, Ethanol, Water, Photo initiators, Silane	Relyx Ultimate Adhesive Resin Cement (3472645)	Base paste: methacrylate monomers, radiopaque alkaline (basic) fillers, initiator, stabilizer, rheological additives Catalyst paste: methacrylate monomers, radiopaque alkaline (basic) fillers, initiator, stabilizer, pigments, rheological additives, fluorescence dye, dark cure activator.		
Voco (Voco, Cuxhaven, Germany)	Future bond Universal single bond pH = 2.3 Mild (1807614)	Organic acid, UDMA, HEMA, CQ, BHT	Rebilda DC Cement (1704534)	BisGMA, UDMA, DDMA, BHT, Dibenzoyl peroxide, CQ, Silica, barium borosilicate glass ceramic., accelerators.		
Bisco D (Bisco Universal, Schaumburg, IL, USA)	Universal Primer Dual Cured Adhesive pH = 3.1 Ultra Mild (1600358474)	Primer A: Acetone, Ethanol, Na-N- totygycine glycidylmethacrylate. Primer B: Acetone, Ethanol, Biphenyl dimethacrylat.	Duo-Link Universal (1600358244)	Base: BisGMA, TEGDMA, UDMA, Glass filler Catalyst: BisGMA, TEGDMA, Glass filler		
Bisco U (Bisco Universal, Schaumburg, IL, USA)	All Bond Universal pH = 3.1–3.2 Ultra Mild (1800002797)	BisGMA (5-30%) TEGDMA (5-20%) Glass filler (5-80%)	Duo-Link Universal (1600358244)	Base: BisGMA, TEGDMA, UDMA, Glass filler Catalyst: BisGMA, TEGDMA, Glass filler		
Ivoclar (Ivoclar vivadent, Schaan, Liechtenstein)	Adhese Universal pH = 2.5–3 Ultra Mild (W41872)	Methacrylates, ethanol, water, highly dispersed silicon dioxide, initiators and stabilizers.	Variolink (W95570)	Dimethacrylates, Adhesive, monomer, Filers, Initators, Stabilizers.		
Coltene (Coltene, Cuyahoga Falls, OH, USA)	One coat7 Universal pH = 2.8 Ultra Mild (H39695)	Methacrylates including 10-MDP, photoinitiators, ethanol, water	Solocem cement (SC)	UDMA, TEGDMA, 4-META, 2-HEMA, DBP; BP		
Purified water, glyc	erin, methylparaben, pr	opylparaben, propylene tetrasod	glycol, hydroxyethylcel ium EDTA.	llulose, disodium phosphate, sodium phosphate,		
3M St Paul, MN, USA	Lava™ Ultimate (N895998)	80 wt. % (65 vol. %) nan 20 wt. % (35 v	oceramic particles (zirc zirconia/sil vol. %) highly cross link	onia filler (4–11 nm), silica filler (20 nm), aggregated ica cluster filler). xed (methacrylate-based) polymer matrix. Silane		

Table 1. Manufacturer and main chemical composition of the different products used in this study.

6 of 14

Coltene, Cuyahoga	Total Etch	250/ mhombonic anid					
Falls, OH, USA	(H43207)	55% phosphoric acid					
Ivoclar vivadent, Schaan, Liechtenstein	Telio Onlay provisional	The monomer matrix consists of monofunctional and difunctional methacrylates (36 wt. %). The					
	restoration	fillers are highly dispersed silicon dioxide and copolymers (62.6 wt. %). Fluoride (1500 ppm), initiators, stabilizers and pigments (0.6 wt. %) are additional ingredients.					
	(Y51870)						
HEMA: hydroxyethyl methacrylate: GPDM: glycero-phosphate dimethacrylate: PAMM: phthalic acid my							

methacrylate; TEGDMA: triethylene glycol dimethacrylate; UDMA: urethane dimethacrylate; bisGMA: bisphenol Aglycidyl methacrylate; YF: Ytterbium fluoride; CQ: camphorquinone; UV: ultraviolet; MDP: methacryloyloxydecyl dihydrogen phosphate; DDMA: dodecandiol-dimethacrylate; BHT: butylated hydroxytoluene; META: methacryloyloxyethyl-trimellitate-anhydride; DBP: dibenzoyl peroxide; BP: benzoylperoxide; EDTA: Ethylenediaminetetraacetic acid; wt. %: weight percentage; vol. %: volume percentage.

# 2.2. Micro-Tensile Bond Strength (µTBS)

Subsequently, specimens were vertically sectioned into bars of  $1 \times 1$  mm with a hard tissue cutting machine Accutom-50 (Struers, Copenhagen, Denmark). The thickness of each stick was assessed by means of a digital caliper. Specimens were glued with cyanoacrylate gel (Superglue 3 Gel, Loctite, Henkel, Düsseldorf, Germany) to a unitary gripping device. Samples were assayed in a universal tester Instron 3345 (Instron, Norwood, MA, USA) at a crosshead speed of 0.5 mm/min until failure (Figure 1).

### 2.3. Failure Analysis

Fractured surfaces were inspected under magnification (40×) with a stereomicroscope (Olympus SZ60, Tokyo, Japan) to determine the mode of failure. These failures were classified as cohesive dentin failure (D), at interface dentin/resin cement (DC), at interface Lava<sup>TM</sup> Ultimate/resin cement (LC), and hybrid (H) mixed between both surfaces following the Academy of Dental Materials guidance [17]. For statistical analysis D failures were discarded and just DC and H failures were selected, since they represent the real adhesion of the dentin adhesive interface. The µTBS values in the LC failures would considerably higher than those reported since the adhesive/dentin interface is more resistant in these cases. Also, pretesting failure (PT) specimens were included in the statistical analysis with the lower adhesive value of their experimental groups, as recommended by the Academy of Dental Materials [17].

Additionally, representative specimens from each group were mounted in aluminum holders, gold sputter-coated (Polaron E-5000, Polaron Equipment, Watford, UK), and studied in a Zeiss DMS 950 scanner electron microscope (Zeiss DSM 950, Carl Zeiss, Germany) at 150 and 500× magnification.

#### 2.4. Statistical Analysis

Means and standard deviations were calculated for each of the parameters analyzed. Normality of data distribution was tested using the Kolmogorov–Smirnov and Shapiro–Wilk tests. Because a normal data distribution was not found, non-parametrical tests were used. Comparisons between the different adhesive/resin cements at the same adhesive protocol were performed using Kruskal–Wallis and Mann–Whitney U tests. Likewise, the comparisons between the different adhesive protocols were made with Mann–Whitney U and Kruskal–Wallis tests. Relative frequencies of failure types were provided and the  $\chi$ 2 test was used to detect group differences. Finally, the influence of the type of failure on the  $\mu$ TBS by survival analysis with competing risk and Mann–Whitney U test were explored. All statistical analyses were performed using the software SPSS 24.0 (SPSS Inc., Chicago, IL, USA) and OriginPro 2019b (OriginLab Corporation, MA, USA). A level of significance of *p* < 0.05 was established.

# 3. Results

A Kruskal–Wallis multiple comparisons test showed significant differences between A-C ( $\chi$ 2 = 113.310; *p* < 0.001) and dentin sealing protocols ( $\chi$ 2 = 12.835; *p* < 0.005).

Means, standard deviations, and pairwise comparisons performance using Mann–Whitney U, number of beams, and percentage of each failure type are shown in Table 2. Kerr, Dentsply, and Ivoclar performed well reaching the highest  $\mu$ TBS values in the three protocols studied. Bisco D, Kerr U, and Voco obtained, in general, the worse results. The highest value was obtained by 3M in IDS2 and the lowest by Bisco D in IDS1.

Comparing the adhesive protocols within each A-C pairing, Kerr, Kerr U, and Dentsply did not show statistically significant differences. IDS1 protocol showed intermediate values in 3M, Voco, Bisco D, and Bisco U without showing statistically determined differences with the other protocols, but differences between DDS, with the lowest values reached, and IDS2 were found. Ivoclar and Coltene follow the same trend obtaining IDS1 the highest values of  $\mu$ TBS and the lowest with DDS, this difference being statistically significant in the case of Coltene.

Table 2. Means  $\pm$  standard deviations of micro-tensile bond strength ( $\mu$ TBS) (MPa) and number of beams (percentage) of each failure type.

	DC + H			LC			
-	IDS1	DDS	IDS2	IDS1	DDS	IDS2	
OptiBond FL/Maxcem (Kerr)	19.11 <u>+</u> 9.32 <b>A,1,2</b> 11(24.4) *	21.70 <u>+</u> 10.18 <b>A,3</b> 37(56.9) *	18.46 <u>+</u> 10.67 <b>A,3</b> 37(50.6) *	26.75 <u>+</u> 6.34 34(75.5) *	29.48 + 9.44 27(41.5) *	27.59 <u>+</u> 10.00 35(47.9) *	
OptiBond Universal/Maxcem (Kerr U)	15.47 <u>+</u> 7.48 <b>A,1</b> 38(67.8)	12.96 <u>+</u> 9.79 <b>A,1</b> 26(74.2)	14.75 <u>+</u> 6.19 <b>A,1,2</b> 44(67.6)	18.00 <u>+</u> 6.94 17(30.3)	10.88 <u>+</u> 4.97 9(25.7)	15.69 <u>+</u> 10.43 16(24.6)	
Prime& Bond active universal/Calibra Ceram (Dentsply)	20.16 <u>+</u> 12.97 <b>A,1,2</b> 24(57.1) *	18.89 <u>+</u> 10.78 <b>A,2,3</b> 25(64.1)	17.71 <u>+</u> 7.57 <b>A,2,3</b> 37(64.9)	32.09 <u>+</u> 10.01 15(35.7) *	24.91 <u>+</u> 10.97 13(33.3)	21.86 <u>+</u> 9.80 20(35)	
Scotchbond Universal Adhesive/Relyx Ultimate (3M)	20.02 <u>+</u> 10.56 <b>A,B,1,2</b> 25(46.2)	16.43 <u>+</u> 11.03 <b>A,1,2</b> 51(73.9) *	24.47 <u>+</u> 11.17 <b>B,4</b> 43(53.75) *	23.57 <u>+</u> 9.10 27(50)	28.10 <u>+</u> 12.75 18(26) *	33.19 <u>+</u> 10.46 35(43.7) *	
Future bond Universal single bond/Rebilda DC Cement (Voco)	14.80 <u>+</u> 5.57 <b>A,B,1</b> 23(45)	13.52 + 5.32 <b>A,1</b> 36(87.8)	17.43 <u>+</u> 5.98 <b>B,3</b> 45(68.1)	17.69 <u>+</u> 8.04 24(47)	12.47 <u>+</u> 3.08 5(12.1)	16.47 <u>+</u> 5.76 11(16.6)	
Universal Primer Dual Cured Adhesive/Duo-Link (Bisco D)	8.51 <u>+</u> 4.56 <b>A,B,3</b> 10(21.2)	8.57 <u>+</u> 7.11 <b>A,1</b> 39(67.2)	11.30 <u>+</u> 6.17 <b>B,1</b> 49(83)	8.74 <u>+</u> 4.96 37(78.7)	9.30 <u>+</u> 6.00 19(32.7)	12.88 <u>+</u> 5.07 9(15.2)	
All Bond Universal Agent/Duo-Link (Bisco U)	15.95 <u>+</u> 9.01 <b>A,B,1</b> 41(75.9) *	17.39 <u>+</u> 7.68 <b>A,2</b> 40(76.9)	13.64 <u>+</u> 6,81 <b>B,1</b> 42(75) *	28.91 <u>+</u> 19.26 12(22.2) *	18.72 <u>+</u> 9.88 11(21.1)	18.17 <u>+</u> 6.21 14(25) *	
Ivoclar Adhese Universal/Variolink (Ivoclar)	24.37 <u>+</u> 8.92 <b>B,2</b> 32(44.4)	19.17 <u>+</u> 10.69 <b>A,2,3</b> 33(48.5) *	20.08 <u>+</u> 8.71 <b>A,3</b> 43(55.1) *	28.77 <u>+</u> 10.19 40(55.5)	26.51 <u>+</u> 9.72 35(51.4) *	24.64 <u>+</u> 8.55 34(43.5) *	
One Coat 7 Universal/Solocem (Coltene)	24.32 <u>+</u> 11.35 <b>B,2</b> 38(59.3)	15.69 <u>+</u> 9.46 <b>A,1,2</b> 56(67.4)	19.58 <u>+</u> 6.79 <b>B,3</b> 38(57.5)	23.76 <u>+</u> 13.79 18(28.1)	17.19 <u>+</u> 8.023 17(20.4)	23.35 <u>+</u> 7.53 18(27.2)	

Different letters in rows indicate significant differences between protocols in the same A-C. Different numbers in the same column indicate significant differences between A-C in the same adhesive strategy. \* indicates significant differences between the types of failures in the same A-C and adhesive strategy.

In addition, it was observed that values of the  $\mu$ TBS in IDS2 were higher than in DDS for most of them, although these differences only showed statistical significance for 3M, Voco, Bisco D, and Coltene. Results also showed that 3M, Voco, Bisco D, Bisco U, and Coltene have a similar behavior, with higher bond values in IDS1 and IDS2 and lower values in the DDS protocol. A-Cs without significant differences between IDS2 and DDS strategies reached, in general, the highest  $\mu$ TBS values. Bisco U was the only one where DDS values were statistically significantly higher than IDS2.

Comparing Immediate Sealing Protocols, it was observed that no pairs of A-Cs showed statistically significant differences between IDS1 and IDS2 except Ivoclar where IDS1 obtained significantly higher  $\mu$ TBS values.

Figure 2 shows the failures type for each A-C, and Table 2 specifies the number of specimens and the percentage. Analyzing these values, it is observed that there are a high percentage of failures in the LC interface, which would be 46.1% for IDS1, 30.1% for DDS, and 32% for IDS2. These high percentages of failures in the LC interface usually occur in A-Cs with higher  $\mu$ TBS values, such as Kerr, 3M, and Ivoclar, except for Bisco D which was 78.7% in the IDS1 protocol.



Figure 2. Failure mode analysis (percentage). type of failure: pretest (PT), at Lava<sup>™</sup> Ultimate/resin cement interface (LC), at interface dentin/resin cement (DC) and hybrid (H) and dentin failure (D).

Statistical significance between the  $\mu$ TBS average of the DC + H failures and the LC values had been explored. Survival analysis with competing risk demonstrated that the LC failures could compete with the adhesive ones (DC + H). Table 2 shows the comparison between  $\mu$ TBS values of DC + H and LC failures and Figure 3 shows representative images of the different types of failures. Kerr significantly would increase the  $\mu$ TBS values for the three protocols in the DC + H interface because 40% of failures occur in the LC interface. 3M and Ivoclar would increase the  $\mu$ TBS values for DDS and IDS2. Dentsply for the IDS1 and Coltene for IDS2, would agree in all these groups with high values of  $\mu$ TBS and high percentage of fractures in the LC interface. A-C pairings with low  $\mu$ TBS did not expect higher adhesion values except for Bisco U in IDS1 and IDS2.



**Figure 3.** Representative images of the different types of failures as seen by scanning electron microscopy (SEM) (**left**) and stereomicroscope (**right**). (**A**). dentin/resin cement (DC); (**B**). Hybrid failure; (**C**): Lava<sup>TM</sup> Ultimate/resin cement (LC). R = resin cement; D = dentin; L = Lava<sup>TM</sup> Ultimate. Scale bar: 500 μm.

#### 4. Discussion

The main hypothesis of this study was partially rejected because there were significant differences among  $\mu$ TBS between A-C materials and between IDS1, IDS2, and DDS strategies when Lava<sup>TM</sup> Ultimate CAD/CAM restorations were adhesively cemented with some universal adhesives and its corresponding resin luting agent.

Recently, machinable ceramic, composite, and hybrid restoratives systems yield a satisfactory restoration with an acceptable marginal adaptation and clinical longevity. The IDS technique has been suggested as an alternative to improve the quality of adhesion for indirect restorative procedures since it provides numerous advantages for the patient and longevity of the restoration with respect to the DDS [1,4,6–8,20–23]. Clinicians have two different clinical strategies for IDS depending on the availability or not in the CAD/CAM technology in the clinic. If CAD/CAM restorations can be performed in the clinic, the delay time between the IDS and the cementation of the restoration is the time it takes to process and cement the CAD/CAM restoration, we have explored this possibility in IDS2. DDS groups represent a common clinical practice where the adhesive resin layer is applied just before luting adhesively the restoration in a second visit.

The results of this research are highly dependent on A-C showing great variability in  $\mu$ TBS values and between IDS1, IDS2, and DDS. In the present study, the three-step etchand-rinse adhesive Optibond FL was chosen as the gold standard because this adhesive is known for its high filler load and high mechanical strength resulting in higher  $\mu$ TBS [1,24]. Cementing of Lava<sup>TM</sup> Ultimate specimen with Kerr has obtained high values of  $\mu$ TBS in the three protocols studied, without any differences between them. Adhesion values have been shown to be primarily material dependent. Dentsply and Bisco U have obtained high  $\mu$ TBS values in the three protocols studied statistically similar to Kerr, although from a clinical point of view it would be recommended to use IDS techniques

10 of 14

due to the additional advantages that this clinical approach brings over DDS. 3M and Coltene obtained adhesive values similar to previous A-Cs, except for DDS protocol where  $\mu$ TBS values were lower, these results are in accordance with those reported by most authors who report better results when IDS2 is performed [4,14,20–22,25–27]. µTBS values obtained by 3M in the IDS2 protocol were the highest, statistically significant, compared to the other A-C. This behavior may be due to the optimization of this universal adhesive, since Relyx Ultimate cement and Lava™ Ultimate are 3M products, being in agreement with this point [28]. Most of the reviewed publications agree that  $\mu$ TBS values with IDS2 were better than those with DDS [4,7,12,29]. Our results have shown that most of the adhesives/resin cements obtained higher µTBS values with IDS2 than DDS, although they were only significant for 3M, Voco, Bisco D, and Coltene although with great differences between the adhesion values obtained. Generally, A-Cs that have obtained the highest adhesion values do not show significant differences between the three protocols or behave better with the IDS protocols. This variability may be due to the fact that in our methodology we have used universal adhesives with their corresponding resin cements, which is what is usually done in the clinical routine.

Self-adhesive resin cements simplify clinical procedures and overcome the technique sensitivity of multistep systems. These resin cements do not require any pretreatment of the tooth surface, and their application is accomplished through a single clinical step [19,30]. In the three protocols studied, the cements were directly applied on the previously light-cured universal adhesive, although adhesion between the dentin adhesive layer and resin cement will be effective due to the presence of unreacted methacrylate groups present in the adhesive layer and the resin cement [26], there are additional characteristics that can influence the adhesion values, such as the pH of the used universal adhesives, which mostly have ultra-mild pH (between 2.5 and 3.2) except Future bond Universal single bond, which has mild pH (2.3) [31]. The main constituents of self-adhesive resin cement are functional acidic monomers (e.g., MDP, BMP, Penta-P, 4-META, etc.), conventional di-methacrylate monomers (e.g., bis-GMA, UDMA, and TEGDMA), filler particles, and activator-initiator systems [32], residual acidic monomers can have an impact on the polymerization reaction of the cement, especially by inhibiting the action of the amine accelerator required for the camphorquinone-amine photo initiator system present in essentially all current cement systems [33]. All of these factors and the disparity in monomer amount in each resin cement formulation can influence the differences found between the different groups of adhesive/resin cements. It should be noted that in the comparison of IDS1 with IDS2 within each pair of A-Cs, both have the same performance from the statistical point of view, except for Ivoclar where IDS1 was higher than IDS2. This reinforces the recommendation for the use of IDS in the clinic.

We needed to consider two different interfaces in the bond between indirect CAD/CAM restorations and the tooth structure: the one established between dentin/enamel and the resin cement, and the one between resin cement and CAD/CAM restorations. Most of the articles use all types of failure evaluated to calculate the  $\mu$ TBS means [4,9,26,29], however, in this work a high percentage of fractures in the LC interface has been found, ranging from 22.2–75.5%. The high number of specimens (n = 1595) has allowed discarding cohesive failures in D and LC interface, and only used adhesive (DC) and mixed (H) failures for the calculation of the averages, since they are the ones that truly reflect the resistance of the adhesive interface to dentin. Later, we have compared this mean with that obtained with the values at the LC interface, assuming that when this type of failure occurs it is because the resistance of the adhesive interface is more resistant and it could be expected that the real values of the adhesion were higher than the values of adhesive failure between A-C and Lava™ Ultimate. Most of the adhesive/resin cements pairing that have statistically high adhesive bond values, have high percentages of failures in the LC interface as Kerr in the three protocols or in some of the protocols such as 3M and Ivoclar in DDS and IDS2 protocols, Dentsply in IDS1 protocol, Coltene in IDS2, and Bisco D in IDS1and IDS2. It is important to know which of these interfaces should be

11 of 14

optimized because the weakest one will determine the final bond strength of the cemented restoration [34]. Lava<sup>™</sup> Ultimate is a composite formed of a resinous matrix highly filled with silica and zirconia particles, and presents a higher degree of conversion [35]. It has been reported that the conditioning of the surface in the adhesive cementation of Lava<sup>TM</sup> Ultimate with airborne-particle abrasion leads to the higher adhesive strength and micromechanical retention [36], as also recommended in the manufacturer's instructions, as the procedure that was carried out in this work. In addition, universal adhesive has been applied, most of which includes in their chemical composition methacrylic monomers-silane or phosphate monomers, that allow them to prime metal, silica-based ceramic, and zirconia restorations for improved adhesion [36]. On the other hand, Peumans et al. [37] has reported that when Lava<sup>™</sup> Ultimate was cemented with selfadhesive cement, it obtained significantly greater bond strength than conventional resin cement. The results of our study highlighting the need to improve the interface with Lava<sup>TM</sup> Ultimate and, thus, be able to assess the true strength of dentin adhesion of some of the Adhesives/resin cement studied. Also, it suggests further research to improve the adhesion milling Lava<sup>TM</sup> Ultimate by the action of the diamond burs because this process increased the roughness of all CAD-CAM ceramic and composite resin blocks [38], therefore, better performance of this interface could be expected in a real clinical situation.

Kerr U obtained statistically lower  $\mu$ TBS values than the control group in the three protocols studied, although there were no significant differences between the three protocols. It should be noted that the percentage of failures in the LC interface was lower, which would explain the absence of statistically differences between the average of the adhesive interface (DC + H) and LC.

In Voco and Bisco D, DDS was the protocol that obtained the lowest values, where Bisco D pairing obtained the worst values in the three protocols. This may be due to residual acid monomers from these adhesives required for dual polymerization have shown to negatively affect the degree of cure of dual-cured materials, since they seem to interact chemically with the amine initiator that dual-cured resins contain [33]. It may also have been influenced by Duo-Link cement not being a self-adhesive cement and, therefore, has no active monomers in its composition.

Remnants of the provisional cements used to lute provisional restorations have been demonstrated to influence the bond strength of the final restoration. Various authors have evaluated methods for the removal of provisional cement in vitro. Telio resin temporary filling in DDS and IDS2 for two weeks has been used in this work and that was placed without any intermediate cement, which facilitated the cleaning of the dentin before bonding. Although some authors recommend the use of prophylactic, fluoride or pumice paste with a rotary low-speed brush, most of them recommend sandblasting the adhesive layer in Immediate Dental Sealing. This sandblasting results of large area of dentin are exposed, for this reason, Prophy Mate (soft air erosion) has been used. When calcium carbonate was used for airborne-particle abrasion, the surface roughness increased substantially with minimal abrasive effect on the adhesive layer [39]. In Bisco U, Kerr U, 3M, Coltene, Voco, and Bisco D pairing, the dentin bond values were higher in the IDS2 protocol than in the DDS, although only in the last four pairs was it significant, this may be because remnant debris could have remained on the dentin surface. The application of temporary restorations did not affect the bond strength when IDS2 protocol was applied.

Positive intra-pulpal pressure (SPP) that is one of the factors able to negatively interfere with dentin adhesion, reducing bond strengths values [19,26,40,41]. SPP has been used in all protocols and the percentage of pretest failures has been relatively low (<3%) [26] suggesting that the use of the IDS technique is effective in promoting greater bond strength values and reduced nanoleakage patterns in indirect restorative procedures, especially in the presence of SPP. It has also been reported that the adhesive interface obtained by using IDS was stable over time, they did not find significantly differences between the one-week and six-month water storage data [1].

12 of 14

This study had some limitations. The influence of different factors on the success and survival of restorations has been studied. This success is affected not only by the materials, but also by the clinical conditions (skill of the clinician, infection, and general health of the patient) [42]. Thus, results should be interpreted with caution when extrapolating them to clinical conditions for different reasons. First, the internal surface is achieved by cutting at a low speed, and not by milling at the CAM procedure. Also, this study is a statistical study, being desirable to study the dynamic behavior of hybrid materials such as Lava<sup>TM</sup> as Khosravani (2019) [43] has shown that progressive dynamic loading leads to a smoother surface and the surface roughness affected the hardness of the specimen. Therefore, more clinical studies are necessary.

## 5. Conclusions

Within the limitations of this in vitro study, it can be concluded: Universal adhesive/resin cements values of  $\mu$ TBS are mainly material dependent. Pairing of three-step etch-and-rinse Kerr and Universal Adhesives Dentsply, Ivoclar, 3M, and Coltene obtained the highest values of adhesion. Mostly  $\mu$ TBS values were equal or higher in IDS2 than DDS. Adhesives/resin cements with the highest adhesion values showed a high percentage of fractures at the Lava<sup>TM</sup> Ultimate/cement interface, suggesting that the adhesion values at the adhesive/dentin interface would be higher.

Author Contributions: Conceptualization, S.G.-L. and M.V.B.-C.; Data curation, M.V.B.-C., C.B.-R., and H.F.A.G.; Formal analysis, H.F.A.G., P.G.-V. and E.R.-G.; Methodology, H.F.A.G., M.V.B.-C., P.G.-V., and C.B.-R.; Writing—original draft, S.G.-L.; Writing—review & editing, C.B.-R., E.R.-G., and S.G.-L. All authors have read and agreed to the published version of the manuscript.

Funding: This research received no external funding.

**Institutional Review Board Statement:** The study was conducted according to the guidelines of the Declaration of Helsinki, and approved by the Ethics Committee of the University of Granada (Spain) (protocol code #1005/CEIH/2019 approved on 13 January 2020).

Informed Consent Statement: Informed consent was obtained from all subjects involved in the study.

**Data Availability Statement:** Data used in this publication is available upon request to the corresponding author.

Conflicts of Interest: The authors declare no conflict of interest.

#### References

- Van Den Breemer, C.R.G.; Özcan, M.; Cune, M.S.; Almeida Ayres, A.P.; Van Meerbeek, B.; Gresnigt, M.M.M. Effect of immediate dentin sealing and surface conditioning on the microtensile bond strength of resin-based composite to dentin. *Oper. Dent.* 2019, 44, E289–E298, doi:10.2341/18-052-L.
- Van den Breemer, C.R.G.; Cune, M.S.; Özcan, M.; Naves, L.Z.; Kerdijk, W.; Gresnigt, M.M.M. Randomized clinical trial on the survival of lithium disilicate posterior partial restorations bonded using immediate or delayed dentin sealing after 3 years of function. J. Dent. 2019, 85, 1–10, doi:10.1016/j.jdent.2019.02.001.
- Leesungbok, R.; Lee, S.M.; Park, S.J.; Lee, S.W.; Lee, D.Y.; Im, B.J.; Ahn, S.J. The effect of IDS (immediate dentin sealing) on dentin bond strength under various thermocycling periods. J. Adv. Prosthodont. 2015, 7, 224–232, doi:10.4047/jap.2015.7.3.224.
- Magne, P.; Kim, T.H.; Cascione, D.; Donovan, T.E. Immediate dentin sealing improves bond strength of indirect restorations. J. Prosthet. Dent. 2005, 94, 511–519, doi:10.1016/j.prosdent.2005.10.010.
- Rigos, A.E.; Dandoulaki, C.; Kontonasaki, E.; Kokoti, M.; Papadopoulou, L.; Koidis, P. Effect of immediate dentin sealing on the bond strength of monolithic zirconia to human dentin. *Oper. Dent.* 2019, 44, E167–E179, doi:10.2341/18-198-L.
- Van den Breemer, C.R.; Özcan, M.; Pols, M.R.; Postema, A.R.; Cune, M.S.; Gresnigt, M.M. Adhesion of resin cement to dentin: Effects of adhesive promoters, immediate dentin sealing strategies, and surface conditioning. *Int. J. Esthet. Dent.* 2019, 14, 52– 63.
- Magne, P.; So, W.S.; Cascione, D. Immediate dentin sealing supports delayed restoration placement. J. Prosthet. Dent. 2007, 98, 166–174, doi:10.1016/S0022-3913(07)60052-3.
- Van Den Breemer, C.; Gresnigt, M.; Özcan, M.; Kerdijk, W.; Cune, M. Prospective randomized clinical trial on the survival of lithium disilicate posterior partial crowns bonded using immediate or delayed dentin sealing: Short-Term results on tooth sensitivity and patient satisfaction. Oper. Dent. 2019, 44, E212–E222, doi:10.2341/18-047-C.

- 13 of 14
- Awada, A.; Nathanson, D. Mechanical properties of resin-ceramic CAD/CAM restorative materials. J. Prosthet. Dent. 2015, 114, 587–593, doi:10.1016/j.prosdent.2015.04.016.
- Krejci, I.; Daher, R. Stress distribution difference between Lava Ultimate full crowns and IPS e.max CAD full crowns on a natural tooth and on tooth-shaped implant abutments. *Odontology* 2017, 105, 254–256, doi:10.1007/s10266-016-0276-z.
- Hironaka, N.G.L.; Ubaldini, A.L.M.; Sato, F.; Giannini, M.; Terada, R.S.S.; Pascotto, R.C. Influence of immediate dentin sealing and interim cementation on the adhesion of indirect restorations with dual-polymerizing resin cement. J. Prosthet. Dent. 2018, 119, 678.e1–678.e8, doi:10.1016/j.prosdent.2018.02.001.
- 12. Hayashi, K.; Maeno, M.; Nara, Y. Influence of immediate dentin sealing and temporary restoration on the bonding of CAD/CAM ceramic crown restoration. *Dent. Mater. J.* **2019**, *38*, 970–980, doi:10.4012/dmj.2018-313.
- Park, J.H.; Choi, Y.S. Microtensile bond strength and micromorphologic analysis of surface-treated resin nanoceramics. J. Adv. Prosthodont. 2016, 8, 275–284, doi:10.4047/jap.2016.8.4.275.
- Koga, K.; Tsujimoto, A.; Ishii, R.; Iino, M.; Kotaku, M.; Takamizawa, T.; Tsubota, K.; Miyazaki, M. Influence of oxygen inhibition on the surface free-energy and dentin bond strength of self-etch adhesives. *Eur. J. Oral Sci.* 2011, *119*, 395–400, doi:10.1111/j.1600-0722.2011.00849.x.
- Sinjari, B.; D'Addazio, G.; Murmura, G.; Di Vincenzo, G.; Semenza, M.; Caputi, S.; Traini, T. Avoidance of interaction between impression materials and tooth surface treated for immediate dentin sealing: An in vitro study. *Materials* 2019, 12, doi:10.3390/ma12203454.
- Lucena-Martín, C.; González-Rodríguez, M.P.; Ferrer-Luque, C.M.; Robles-Gijón, V.; Navajas, J.M. Study of the shear bond strength of five one-component adhesives under simulated pulpal pressure. *Oper. Dent.* 1999, 24, 73–80.
- Armstrong, S.; Breschi, L.; Özcan, M.; Pfefferkorn, F.; Ferrari, M.; Van Meerbeek, B. Academy of Dental Materials guidance on in vitro testing of dental composite bonding effectiveness to dentin/enamel using micro-tensile bond strength (μTBS) approach. *Dent. Mater.* 2017, 33, 133–143, doi:10.1016/j.dental.2016.11.015.
- Sano, H.; Chowdhury, A.F.M.A.; Saikaew, P.; Matsumoto, M.; Hoshika, S.; Yamauti, M. The microtensile bond strength test: Its historical background and application to bond testing. *Jpn. Dent. Sci. Rev.* 2020, *56*, 24–31.
- Mazzitelli, C.; Monticelli, F.; Osorio, R.; Casucci, A.; Toledano, M.; Ferrari, M. Effect of simulated pulpal pressure on selfadhesive cements bonding to dentin. *Dent. Mater.* 2008, 24, 1156–1163, doi:10.1016/j.dental.2008.01.005.
- Qanungo, A.; Aras, M.A.; Chitre, V.; Mysore, A.; Amin, B.; Daswani, S.R. Immediate dentin sealing for indirect bonded restorations. J. Prosthodont. Res. 2016, 60, 240–249.
- Gresnigt, M.M.M.; Cune, M.S.; De Roos, J.G.; Özcan, M. Effect of immediate and delayed dentin sealing on the fracture strength, failure type and Weilbull characteristics of lithiumdisilicate laminate veneers. *Dent. Mater.* 2016, 32, e73–e81, doi:10.1016/j.dental.2016.01.001.
- Brigagão, V.C.; Barreto, L.F.D.; Gonçalves, K.A.S.; Amaral, M.; Vitti, R.P.; Neves, A.C.C.; Silva-Concílio, L.R. Effect of interim cement application on bond strength between resin cements and dentin: Immediate and delayed dentin sealing. *J. Prosthet. Dent.* 2017, *117*, 792–798, doi:10.1016/j.prosdent.2016.09.015.
- Takimoto, M.; Ishii, R.; Iino, M.; Shimizu, Y.; Tsujimoto, A.; Takamizawa, T.; Ando, S.; Miyazaki, M. Influence of temporary cement contamination on the surface free energy and dentine bond strength of self-adhesive cements. J. Dent. 2012, 40, 131–138, doi:10.1016/j.jdent.2011.11.012.
- De Munck, J.; Van Landuyt, K.; Peumans, M.; Poitevin, A.; Lambrechts, P.; Braem, M.; Van Meerbeek, B. A critical review of the durability of adhesion to tooth tissue: Methods and results. J. Dent. Res. 2005, 84, 118–132.
- Hashimoto, M.; Fujita, S.; Endo, K.; Ohno, H. In vitro degradation of resin-dentin bonds with one-bottle self-etching adhesives. *Eur. J. Oral Sci.* 2009, 117, 611–617, doi:10.1111/j.1600-0722.2009.00664.x.
- 26. Santana, V.B.; De Alexandre, R.S.; Rodrigues, J.A.; Ely, C.; Reis, A.F. Effects of immediate dentin sealing and pulpal pressure on resin cement bond strength and nanoleakage. *Oper. Dent.* **2016**, *41*, 189–199, doi:10.2341/15-150-L.
- 27. Ishii, N.; Maseki, T.; Nara, Y. Bonding state of metal-free CAD/CAM onlay restoration after cyclic loading with and without immediate dentin sealing. *Dent. Mater. J.* 2017, *36*, 357–367, doi:10.4012/dmj.2016-289.
- Flury, S.; Schmidt, S.Z.; Peutzfeldt, A.; Lussi, A. Dentin bond strength of two resin-ceramic computer-aided design/computeraided manufacturing (CAD/CAM) materials and five cements after six months storage. *Dent. Mater. J.* 2016, 35, 728–735, doi:10.4012/dmj.2016-095.
- Ferreira-Filho, R.C.; Ely, C.; Amaral, R.C.; Rodrigues, J.A.; Roulet, J.F.; Cassoni, A.; Reis, A.F. Effect of different adhesive systems used for immediate dentin sealing on bond strength of a self-adhesive resin cement to dentin. *Oper. Dent.* 2018, 43, 391–397, doi:10.2341/17-023-L.
- Monticelli, F.; Osorio, R.; Mazzitelli, C.; Ferrari, M.; Toledano, M. Limited decalcification/diffusion of self-adhesive cements into dentin. J. Dent. Res. 2008, 87, 974–979, doi:10.1177/154405910808701012.
- 31. Nagarkar, S.; Theis-Mahon, N.; Perdigão, J. Universal dental adhesives: Current status, laboratory testing, and clinical performance. J. Biomed. Mater. Res. Part B Appl. Biomater. 2019, 107, 2121–2131.
- 32. Manso, A.P.; Carvalho, R.M. Dental cements for luting and bonding restorations: Self-Adhesive resin cements. *Dent. Clin. North Am.* **2017**, *61*, 821–834.
- Vrochari, A.D.; Eliades, G.; Hellwig, E.; Wrbas, K.T. Water sorption and solubility of four self-etching, self-adhesive resin luting agents. J. Adhes. Dent. 2010, 12, 39–43, doi:10.3290/j.jad.a17539.

- 34. Stewart, G.P.; Jain, P.; Hodges, J. Shear bond strength of resin cements to both ceramic and dentin. J. Prosthet. Dent. 2002, 88, 277–284, doi:10.1067/mpr.2002.128034.
- Pereira, S.G.; Fulgêncio, R.; Nunes, T.G.; Toledano, M.; Osorio, R.; Carvalho, R.M. Effect of curing protocol on the polymerization of dual-cured resin cements. *Dent. Mater.* 2010, 26, 710–718, doi:10.1016/j.dental.2010.03.016.
- Stawarczyk, B.; Krawczuk, A.; Ilie, N. Tensile bond strength of resin composite repair in vitro using different surface preparation conditionings to an aged CAD/CAM resin nanoceramic. *Clin. Oral Investig.* 2015, 19, 299–308, doi:10.1007/s00784-014-1269-3.
- Peumans, M.; Valjakova, E.B.; De Munck, J.; Mishevska, C.B.; Van Meerbeek, B. Bonding effectiveness of luting composites to different CAD/CAM materials. J. Adhes. Dent. 2016, 18, 289–302, doi:10.3290/j.jad.a36155.
- Mota, E.G.; Smidt, L.N.; Fracasso, L.M.; Burnett, L.H.; Spohr, A.M. The effect of milling and postmilling procedures on the surface roughness of CAD/CAM materials. J. Esthet. Restor. Dent. 2017, 29, 450–458, doi:10.1111/jerd.12326.
- Falkensammer, F.; Arnetzl, G.V.; Wildburger, A.; Krall, C.; Freudenthaler, J. Influence of different conditioning methods on immediate and delayed dentin sealing. J. Prosthet. Dent. 2014, 112, 204–210, doi:10.1016/j.prosdent.2013.10.028.
- De Alexandre, R.S.; Santana, V.B.; Kasaz, A.C.; Arrais, C.A.G.; Rodrigues, J.A.; Reis, A.F. Effect of long-term simulated pulpal pressure on the bond strength and nanoleakage of resin-luting agents with different bonding strategies. *Oper. Dent.* 2014, 39, 508–520, doi:10.2341/13-078.
- Hiraishi, N.; Yiu, C.K.Y.; King, N.M.; Tay, F.R. Effect of pulpal pressure on the microtensile bond strength of luting resin cements to human dentin. *Dent. Mater.* 2009, 25, 58–66, doi:10.1016/j.dental.2008.05.005.
- Hashem, M.; Al-Kheraif, A.A.; Wahba, A.A. Examining the longevity of dental restoration using Hebbian adversarial networks clustering with gradient boosting recurrent neural network. *Meas. J. Int. Meas. Confed.* 2019, 141, 313–323, doi:10.1016/j.measurement.2019.04.035.
- Khosravani, M.R. Mechanical behavior of restorative dental composites under various loading conditions. J. Mech. Behav. Biomed. Mater. 2019, 93, 151–157, doi:10.1016/j.jmbbm.2019.02.009.