

**UNIVERSIDAD PRIVADA SAN JUAN BAUTISTA**

**FACULTAD DE CIENCIAS DE LA SALUD**

**ESCUELA PROFESIONAL DE ESTOMATOLOGIA**



RESISTENCIA ADHESIVA *IN VITRO* DE OBTURACIONES CON  
RESINA FOTOPOLIMERIZABLE ACODICIONADA CON EDTA AL 18%  
FRENTE AL ÁCIDO FOSFÓRICO AL 35%.

**TESIS**

**FORMATO ARTÍCULO CIENTÍFICO**

**PRESENTADO POR BACHILLER**

**ALCANTARA OBISPO ESTHER ISABEL**

**PARA OPTAR EL TÍTULO PROFESIONAL DE**

**CIRUJANO DENTISTA**

**LIMA- PERÚ**

**2022**

**DOCENTE ASESOR**

DR. CÉSAR FÉLIX CAYO ROJAS

## **AGRADECIMIENTOS**

A Dios por acompañarme siempre y haberme dado unos padres que siempre me apoyan enseñándome a valorar todo lo que tengo, a mi hijo que es el motor y motivo para poder superarme cada día.

## **DEDICATORIA**

Este trabajo está dedicado a mis padres hijo, esposo, docentes y a todas las personas que me apoyaron y aconsejaron.

INFORME ANTIPLAGIO (EXPORTADO POR EL SOFTWARE URKUND)

ARTICULO CIENTIFICO – ESTHER ISABEL ALCANTARA OBISPO



Document Information

Analyzed document	GYT-FR-69 ARTÍCULO CIENTÍFICO V.1.0 (3) - Esther.docx (D146720155)
Submitted	10/17/2022 9:21:00 PM
Submitted by	César Cayo
Submitter email	cesar.cayo@upsjb.edu.pe
Similarity	1%
Analysis address	cesar.cayo.upsjb@analysis.orkund.com

Sources included in the report

<b>SA</b>	<b>Universidad Privada San Juan Bautista / GYT-FR-69 ARTÍCULO CIENTÍFICO V.1.0.docx</b>	 1
	Document: GYT-FR-69 ARTÍCULO CIENTÍFICO V.1.0.docx (D140858182)	
	Submitted by: cesar.cayo@upsjb.edu.pe	
	Receiver: cesar.cayo.upsjb@analysis.orkund.com	

IMAGEN N°3 GYT-FR-64: INFORME DE VERIFICACIÓN DE SOFTWARE ANTIPLAGIO



UNIVERSIDAD PRIVADA SAN JUAN BAUTISTA  
FACULTAD DE CIENCIAS DE LA SALUD  
ESCUELA PROFESIONAL DE ENFERMERIA

INFORME DE VERIFICACIÓN DE SOFTWARE ANTIPLAGIO

FECHA: 17 de octubre del 2022

NOMBRE DEL AUTOR (A) / ASESOR (A):

Esther Isabel Obispo Alcántara / César Félix Cayo Rojas

TIPO DE PROINVESTIGACIÓN:

- PROYECTO ( )
- TRABAJO DE INVESTIGACIÓN ( )
- TESIS ( X )
- TRABAJO DE SUFICIENCIA PROFESIONAL ( )
- ARTICULO ( )
- OTROS ( )

INFORMO SER PROPIETARIO (A) DE LA INVESTIGACIÓN VERIFICADA POR EL SOFTWARE ANTIPLAGIO URKUND, EL MISMO TIENE EL SIGUIENTE TÍTULO:

RESISTENCIA ADHESIVA *IN VITRO* DE OBTURACIONES CON RESINA FOTOPOLIMERIZABLE ACONDICIONADA CON EDTA AL 18% FRENTE AL ÁCIDO FOSFÓRICO AL 35%.

CULMINADA LA VERIFICACIÓN SE OBTUVO EL SIGUIENTE PORCENTAJE: 1 %

Conformidad Autor:

Conformidad Asesor:

ESTHER ISABEL ALCÁNTARA OBISPO

CÉSAR FÉLIX CAYO ROJAS

DNI: 41285497

DNI: 41613915

Huella:



GYT-FR-64

V.1

14/02/2020

**UNIVERSIDAD PRIVADA SAN JUAN BAUTISTA**

**FACULTAD DE CIENCIAS DE LA SALUD  
ESCUELA PROFESIONAL DE ESTOMATOLOGÍA**



**RESISTENCIA ADHESIVA *IN VITRO* DE OBTURACIONES CON RESINA  
FOTOPOLIMERIZABLE ACONDICIONADA CON EDTA AL 18% FRENTE AL  
ÁCIDO FOSFÓRICO AL 35%.**

**PROYECTO DE TESIS**

**PRESENTADO POR BACHILLER:**

**ALCANTARA OBISPO ESTHER ISABEL**

**PARA OPTAR EL TITULO PROFESIONAL DE  
CIRUJANO DENTISTA**

**LIMA – PERÚ**

**2021**

**LINEA DE INVESTIGACION:**

SALUD, BIENESTAR, BIOTECNOLOGÍA Y BIOÉTICA.



**ASESOR:**

DR. ESP. CAYO ROJAS CESAR FELIX

## **AGRADECIMIENTO**

A Dios por acompañarme siempre y haberme dado unos padres que siempre me apoyan enseñándome a valorar todo lo que tengo, a mi hijo que es el motor y motivo para poder superarme cada día.

## **DEDICATORIA**

Este trabajo está dedicado a mis padres hijo, esposo, docentes y a todas las personas que me apoyaron y aconsejaron.

## INDICE

### CARATULA

	Pag.
LINEA DE INVESTIGACION	II
ASESOR	III
AGRADECIMIENTO	IV
DEDICATORIA .....	V
INDICE .....	VI
1. JUSTIFICACIÓN .....	8
1.    PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA .....	8
2.    FORMULACIÓN DEL PROBLEMA .....	9
2. ANTECEDENTES BIBLIOGRÁFICOS .....	10
3. HIPÓTESIS .....	15
3.1. HIPOTESIS GENERAL .....	15
3.2. HIPOTESIS ESPECIFICA .....	15
4. VARIABLES .....	15
4.1. DEFINICION CONCEPTUAL DE LAS VARIABLES .....	15
4.2. OPERACIONALIZACIÓN DE VARIABLES .....	16
5. OBJETIVOS .....	16
5.1. OBJETIVO GENERAL .....	16
5.2. OBJETIVOS ESPECÍFICOS .....	16
6. METODOLOGÍA DE LA INVESTIGACIÓN .....	17
6.1. DISEÑO METODOLÓGICO .....	17
6.1.1. TIPO DE INVESTIGACIÓN .....	17
6.1.2. NIVEL DE INVESTIGACIÓN .....	17
6.2. POBLACIÓN Y MUESTRA .....	18
6.3. DETERMINACIÓN DEL TAMAÑO MUESTRAL Y MUESTREO .....	18
6.4. CRITERIOS DE SELECCIÓN .....	19
• CRITERIOS DE INCLUSIÓN .....	19

• CRITERIOS DE EXCLUSIÓN .....	19
6.5. CONSIDERACIONES ÉTICAS .....	19
6.6. PROCEDIMIENTOS Y MEDIOS DE RECOLECCIÓN DE INFORMACIÓN .....	20
6.7. ANÁLISIS ESTADÍSTICO .....	21
7. CRONOGRAMA DE ACTIVIDADES .....	21
8. PRESUPUESTO .....	23
9. BIBLIOGRAFÍA .....	25
10. ANEXOS .....	28
ANEXO 1. OPERACIONALIZACIÓN DE VARIABLES .....	28
ANEXO 2. CÁLCULO DE TAMAÑO DE MUESTRA.....	29
ANEXO 3. MODELO DE CONSTANCIA DE DONACIÓN.....	30
ANEXO 4. MODELO DE CONSTANCIA DE EJECUCIÓN.....	31
ANEXO 5. INSTRUMENTO DE MEDICIÓN.....	32
ANEXO 6. MATRIZ DE LA CONSISTENCIA.....	33

## **1. JUSTIFICACIÓN**

### **1.1. PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA**

La resistencia adhesiva de las obturaciones con resina son una gran preocupación de parte del profesional odontólogo, puesto que uno de los mayores problemas que conciernen al fracaso de una obturación con resina muchas veces es la microfiltración y el desprendimiento de la misma por falta de resistencia a la adhesión en la capa híbrida de las preparaciones cavitarias.<sup>1-4</sup>

Es por ello que ha ido evolucionando los materiales acondicionadores haciendo diversos estudios de prueba con la maquina universal de fuerzas para evaluar la resistencia adhesiva una vez terminada las obturaciones y acondicionadas con diferentes materiales como es el ácido ortofosfórico al 35% (ampliamente utilizado en la práctica clínica), el hipoclorito de sodio, el peróxido de hidrógeno, el EDTA (Ácido Tetracético Diamina Etileno), entre otros. Respecto al EDTA este es un agente quelante con comprobada acción de acondicionador potente, puesto que es capaz de remover el barro dentinario hasta por capas de 0.5 a 5um y además favorece la apertura de los túbulos dentinarios para la formación de los tacs al colocar el adhesivo en la técnica de hibridización.<sup>5-9</sup>

Sin embargo, tradicionalmente se viene utilizando como acondicionamiento dental de las preparaciones cavitarias el gel de ácido fosfórico al 35%, ya que permite eliminar el barro dentinario y proporciona microabrasión en el sustrato dental, confiriendo a la capa híbrida, considerable resistencia adhesiva.<sup>10</sup>

Es por estas razones que el siguiente proyecto de investigación intenta demostrar, cuál es el mejor agente acondicionador de la preparación cavitaria

para conferirle mayor resistencia adhesiva a las obturaciones, para hacer el análisis comparativo se pretende comparar estos agentes acondicionantes utilizando el mismo tipo de adhesivo y el mismo tipo de resina fotopolimerizable.

La presente investigación se justifica teóricamente ya que el gel de EDTA es un ácido tetracarboxílico orgánico derivado del etano con la capacidad de quelar iones metálicos, con preferencia para iones Ca, Mg, Mo, Fe, Cu y Zn, siendo un débil desmineralizador de dentina, dando como resultado una alteración más leve de las proteínas de la dentina que, en comparación con el acondicionamiento con ácido fosfórico, permite que el colágeno retenga más cristales de apatita, lo que favorece una mayor microretención mecánica del agente adhesivo al ser fotopolimerizado. Además, el EDTA actúa sobre las metaloproteinasas (MMPs) inhibiendo su acción enzimática, ya que el EDTA quela los cofactores iónicos necesarios para la actividad catalítica de estas enzimas.<sup>(11-15)</sup>

Esta investigación tendrá importancia clínica, ya que, si se demostrara que el gel de EDTA al 18% aumenta la resistencia adhesiva de las resinas compuestas fotopolimerizables, entonces podría ser una buena opción para favorecer la longevidad de una restauración dental, evitando su desprendimiento al realizar la acción masticatoria.

## **1. FORMULACIÓN DEL PROBLEMA**

### **Problema General**

¿Cuál es la resistencia adhesiva *in vitro* de obturaciones con resina fotocurable acondicionada con EDTA al 18% por 60 y 90 segundos frente al ácido fosfórico al 35% por 15 segundos en premolares?

## **Problemas específicos**

2. ¿Cuál es la resistencia adhesiva in vitro de obturaciones con resina fotocurable acondicionada con EDTA al 18% por 60 segundos en comparación con el ácido fosfórico al 35% por 15 segundos en premolares?
3. ¿Cuál es la resistencia adhesiva in vitro de obturaciones con resina fotocurable acondicionada con EDTA al 18% por 90 segundos en comparación con el ácido fosfórico al 35% por 15 segundos en premolares?
4. ¿Cuál es la resistencia adhesiva in vitro de obturaciones con resina fotocurable acondicionada con EDTA al 18% por 60 segundos en comparación con el EDTA al 18% por 90 segundos en premolares??

## **2. ANTECEDENTES BIBLIOGRÁFICOS**

En el 2017 Martini E.C., et al. *“Effect of Different Protocols in Preconditioning With EDTA in Sclerotic Dentin and Enamel Before Universal Adhesives Applied in Self-etch Mod”*.<sup>1</sup> tuvieron como objetivo investigar el efecto de diferentes protocolos del 17% de ácido etilendiaminotetraacético (EDTA) en el patrón de grabado y la fuerza de adhesión inmediata de los adhesivos universales al esmalte y la dentina esclerótica. Los métodos y materiales fueron cuarenta dientes bovinos con dentina esclerótica y 20 terceros molares humanos se dividieron aleatoriamente en ocho grupos como resultado de la combinación del tratamiento superficial de factores principales (ninguno, aplicación manual de acondicionamiento EDTA de dos minutos, aplicación manual EDTA de 30 segundos, EDTA de 30 segundos aplicación) y sistemas de adhesivos (SBU y



PBE). Las muestras de resina-dentina y esmalte-dentina se prepararon y analizaron bajo las pruebas de resistencia a la adhesión microtensiva ( $\mu$ TBS) y resistencia a la unión microsear ( $\mu$ SBS), respectivamente. El patrón de grabado producido en el esmalte sin moler y las superficies de dentina esclerótica bajo los diferentes protocolos y sistemas adhesivos se evaluó mediante microscopía electrónica de barrido. Los resultados para el esmalte, solo el factor principal adhesivo fue significativo ( $p < 0.0001$ ), con SBU mostrando el más alto  $\mu$ SBS. En dentina esclerótica, la media más baja se observó para el grupo sin aplicación de EDTA y la media más alta en el grupo con aplicación de EDTA con el dispositivo sónico durante 30 segundos. Independientemente del protocolo de EDTA, se observaron las medias más altas de  $\mu$ TBS para SBU ( $p < 0,05$ ). En conclusión el acondicionamiento EDTA mejora el rendimiento de adhesión de los adhesivos universales en el modo de autograbado en la dentina esclerótica, principalmente cuando se aplica durante 30 segundos con la ayuda de un dispositivo sónico. El pretratamiento con EDTA también mejora el patrón de grabado retentivo del esmalte, pero no da como resultado una mayor fuerza de unión del esmalte.<sup>1</sup>

En el 2017 Di Fiore Peter M., Phebus Jeffrey G., Himel Van T., et al. en su estudio "*Methacrylate Resin Adhesion in Root Canals Conditioned with Phosphoric Acid and Ethylenediaminetetraacetic Acid*".<sup>2</sup>, tuvieron como objetivo determinar la capacidad de un agente adhesivo de dentina de resina de metacrilato para adherirse a las superficies de dentina de conductos radiculares preparados y acondicionados con 32% de ácido fosfórico (PA) o 17% de ácido etilendiaminotetraacético (EDTA). Los métodos antes de la aplicación de la resina de metacrilato, los conductos radiculares de 54 dientes de canino e

incisivos maxilares humanos intactos, sin caries, de raíz simple, sin corona, extraídos y caninos se prepararon endodónticamente y se acondicionaron con PA al 32% o EDTA al 17% o con agua destilada como control incondicionado. Las raíces tratadas con resina se seccionaron transversalmente en tres niveles y se obtuvieron imágenes del microscopio electrónico de barrido (SEM) para vistas circunferenciales de los conductos radiculares a 60-90 x aumentos y vistas específicas del sitio a 250 aumentos, y luego se codificaron aleatoriamente para independencia y evaluación ciega por cuatro examinadores calibrados. La superficie circunferencial de los conductos radiculares que no mostraban adhesión de la resina se midió digitalmente y se sustrajo de la circunferencia del canal radicular total medida digitalmente, y la adhesión de la resina se expresó como un porcentaje de la circunferencia. Los Resultados de los porcentajes medios de adhesión de la resina fueron del 97% para el grupo AP, del 94% para el grupo EDTA y del 76% para el grupo control. Hubo diferencias estadísticamente significativas entre los grupos PA, EDTA y control. En conclusión, los conductos radiculares acondicionados con 32% de PA o 17% de EDTA tenían más adhesión de resina que los conductos de raíz no acondicionados. Los conductos radiculares acondicionados con 32% de AP tuvieron más adhesión de resina que aquellos acondicionados con 17% de EDTA.<sup>2</sup>

En el 2017 Sebolda M., Bosso Andréa C., Bovi Ambrosanob G.M., et al., realizaron una investigación llamada *Bond strength and adhesive interface analysis using EDTA as a dentin conditione*.<sup>3</sup> Este estudio evaluó la resistencia de la unión dentinaria y la morfología interfacial de la resina dentinaria mediante el grabado con ácido fosfórico y el acondicionamiento con EDTA. Se eliminó el

esmalte oclusal de veinticuatro terceros molares humanos para exponer las superficies de dentina, que se pulieron con un papel de SiC (600 grit). Los dientes se dividieron aleatoriamente en tres grupos (n = 8): grabado con ácido fosfórico al 35% (15 s), acondicionamiento con EDTA 0,1 M (60 s) y EDTA 0,5 M (120 s). Se aplicó adhesivo (XP Bond, Dentsply) y se colocaron tres capas (2 mm cada una) de composite (EsthetX, Dentsply) y se activaron por luz por separado (20 s). Los dientes se seccionaron para obtener muestras para la prueba de resistencia a la adherencia de microtracción (1 mm<sup>2</sup> en la sección transversal). La mitad de las muestras se probaron en una máquina de prueba universal (EZ Test, Shimadzu) después de 24 h y la otra mitad después del almacenamiento durante 10 meses. El modo de falla y la interfaz adhesiva se analizaron usando microscopía electrónica de barrido. Los datos se analizaron mediante modelos mixtos para mediciones repetidas (PROC MIXED) y prueba de Tukey-Kramer, considerando un nivel de significación del 5%. Los valores medios de resistencia de adherencia (SD) después de 24 h y 10 meses fueron, respectivamente (en MPa): ácido fosfórico: 37,3 (7,7) / 33,9 (6,7); EDTA 0,1 M: 14,7 (7,3) / 15,1 (10,1); 0.5 M EDTA: 25.1 (7.7) / 21.1 (14.1). El tratamiento de la dentina con EDTA y ácido fosfórico dio como resultado la formación de etiquetas híbridas de capa y resina. Las fallas mixtas prevalecieron en todos los grupos evaluados después de 24 h. El almacenamiento durante 10 meses cambió el modo de falla para el grupo EDTA de 0,5 M a la falla adhesiva (entre la dentina y el agente adhesivo). El EDTA aplicado durante 60s arrojó resultados de fuerza de adherencia inferiores en comparación con el ácido fosfórico y EDTA (120 s), pero no hubo una reducción significativa después de 10 meses de almacenamiento para ninguno de los grupos analizados.<sup>3</sup>

En el 2019, Cayo et al. , en su estudio "Marginal filling and adhesive resistance of bulk fill resin applying 18% edta gel compared with 35% phosphoric acid gel in vitro dental conditioning". El objetivo de su estudio fue "Evaluar el grado de sellado marginal y resistencia adhesiva en resina Bulk – Fill aplicando gel de EDTA al 18% en comparación al gel de ácido fosfórico al 35% en el acondicionamiento dental. Materiales y métodos. El tipo de estudio fue transversal, comparativo, de nivel aplicativo y diseño experimental. La muestra estuvo conformada por 60 dientes con cavidades clase I; se realizó el acondicionamiento con gel de ácido fosfórico, gel del EDTA al 18% en 60 segundos y 90 segundos. El total de las muestras fueron incubados a 37°C por 24 horas, se termocicló con 500 ciclos entre 5 a 55°C. Para evaluar microfiltración, fueron sumergidos en azul de metileno a 37°C por 4 horas, fueron seccionadas y observados al estereomicroscopio, para realizar la tracción se empleó la máquina de ensayos universales a una velocidad de 0.75mm/min hasta que se desprendiera el tornillo con la resina. Resultados. Las muestras acondicionadas con ácido fosfórico al 35% presenta mayor microfiltración grado 1 y el promedio de su resistencia adhesiva es de 7.97Mpa, la microfiltración obtenida con EDTA en 60 segundos presenta equidad entre grado 1 y 2; promedio de resistencia a la tracción de 8.8 Mpa y el EDTA 90 segundos presentó mayor microfiltración grado 1 y el resto 0 y 2; el promedio de resistencia fue 9.2 Mpa. Conclusión. No existen diferencias estadísticamente significativas al comparar los acondicionantes para la prueba de resistencia adhesiva, sin embargo, se observó mejor sellado marginal cuando se acondicionó con gel de EDTA al 18 % por 90 segundos .<sup>10</sup>

En el 2016, Huaricallo H, con su investigación: “*Resistencia a la tracción de postes de fibra de vidrio cementados adhesivamente con y sin tratamiento de EDTA del sustrato dentario, en dientes extraídos premolares inferiores*”.<sup>11</sup> Para ello se aplicó una fuerza que es capaz de separar el poste del diente. Se utilizaron 20 postes que se dividieron en dos grupos cada uno de 10 dientes, seleccionados según los criterios de inclusión y exclusión. Previamente se realizó tratamiento de conducto (endodoncia). Se hizo la preparación biomecánica con las fresas Gates, Pesso y luego con la fresa del kit de postes No 2, se estandarizó los conductos y se eligieron los postes White Post No. 02 de fibra de vidrio. Se procedió a la cementación de los postes según las especificaciones establecidas por los fabricantes de cemento Biscem. Los dientes se colocaron en un cubo de acrílico autopolimerizable en un extremo y el poste se dejó en el otro extremo. Los cubos se colocaron dentro de la máquina detectora de fuerza hasta el momento en que perdieron su adherencia, obteniendo un valor p de  $1.1069 \times 10^{-4}$ . Como conclusión obtuvieron que la resistencia a la tracción de los postes de fibra de vidrio cementados con adhesivo con y sin tratamiento del sustrato dental con EDTA, presentaron diferencias significativas.<sup>11</sup>

### **3. HIPÓTESIS**

#### **3.1. HIPÓTESIS GENERAL**

La resistencia adhesiva *in vitro* de obturaciones con resina fotocurable acondicionada con EDTA al 19% por 60 y 90 segundos presentarían diferencias significativas con el ácido fosfórico al 35% por 15 segundos en premolares.

#### **3.2. HIPÓTESIS ESPECÍFICAS**

5. La resistencia adhesiva *in vitro* de obturaciones con resina fotocurable acondicionada con EDTA al 18% por 60 segundos presentarían diferencias significativas con el ácido fosfórico al 35% por 15 segundos en premolares.
6. La resistencia adhesiva *in vitro* de obturaciones con resina fotocurable acondicionada con EDTA al 18% por 90 segundos presentarían diferencias significativas con el ácido fosfórico al 35% por 15 segundos en premolares
7. La resistencia adhesiva *in vitro* de obturaciones con resina fotocurable acondicionada con EDTA al 18% por 60 segundos presentarían diferencias significativas con el EDTA al 18% por 90 segundos en premolares.

#### 4. VARIABLES

##### 4.1. DEFINICIÓN CONCEPTUAL DE LAS VARIABLES:

**Gel de ácido fosfórico al 35%:** Acondicionador de la cavidad dentaria utilizado en el proceso de hibridización para eliminar algunas proteínas y eliminar el barro dentinario y se aplica por 15 segundos.

**Gel de EDTA al 18%:** Acondicionador de la cavidad dentaria como agente quelante de iones metálicos y se puede aplicar por 60 y 90 segundos.

**Resistencia adhesiva:** Resistencia a la tracción generado por la máquina de ensayo universal, entre dos estructuras adheridas.

##### 4.2. OPERACIONALIZACIÓN DE VARIABLES (Anexo 1)

#### 5. OBJETIVOS

## **5.1 OBJETIVO GENERAL**

Comparar la resistencia adhesiva *in vitro* de obturaciones con resina fotocurable acondicionada con EDTA al 18% por 60 y 90 segundos frente al ácido fosfórico al 35% por 15 segundos en premolares.

## **5.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS**

1. Comparar la resistencia adhesiva *in vitro* de obturaciones con resina fotocurable acondicionada con EDTA al 18% por 60 segundos frente al ácido fosfórico al 35% por 15 segundos en premolares.
2. Comparar la resistencia adhesiva *in vitro* de obturaciones con resina fotocurable acondicionada con EDTA al 18% por 90 segundos frente al ácido fosfórico al 35% por 15 segundos en premolares.
3. Comparar la resistencia adhesiva *in vitro* de obturaciones con resina fotocurable acondicionada con EDTA al 18% por 60 segundos frente al EDTA al 18% por 90 segundos en premolares.

## **6. METODOLOGÍA DE LA INVESTIGACIÓN**

### **6.1. DISEÑO METODOLOGICO**

#### **6.1.1. TIPO DE INVESTIGACION**

- Prospectivo: Porque los datos se recolectarán posterior al experimento.
- Transversal: Porque los resultados se recabarán en un solo momento.
- Analítico: Porque se realizará un análisis bivariado y se evaluará la dependencia de la variable resistencia adhesiva.

- Experimental: Porque el investigador manipulará la variable independiente (agente acondicionador) para evaluar su efecto en la resistencia adhesiva.

### **6.1.2. NIVEL DE INVESTIGACIÓN**

- Explicativo: Porque se explicará el efecto de la variable dependiente a partir de la aplicación de la variable independiente (agente acondicionador).

## **6.2. POBLACIÓN Y MUESTRA**

### **Unidad de Análisis**

Diente premolar humano.

### **Cálculo de Tamaño de Muestra (Anexo 2)**

Para determinar la cantidad de piezas dentales (premolares) a incluir en el presente trabajo de investigación, se realizará un estudio piloto con 5 piezas dentarias por grupo.

### **6.3. DETERMINACIÓN DEL TAMAÑO MUESTRAL Y MUESTREO**

El tamaño de la muestra por cada grupo se obtendrá a partir de un estudio piloto, utilizando una fórmula de comparación de medias. La distribución de los grupos se realizará de forma aleatoria simple sin reposición.

Una vez obtenido el tamaño de muestra por grupo, se distribuirán de la siguiente manera:

A = acondicionados con EDTA al 18% a 60 segundos.

B = acondicionados con EDTA al 18% a 90 segundos.

C = acondicionados con ácido fosfórico al 35%.

D = sin tratamiento acondicionador.



## 6.4. CRITERIOS DE SELECCION

### 1. CRITERIOS DE INCLUSION

1. Premolares extraídos en los últimos tres meses previos al experimento.
2. Premolares humanos superiores o inferiores extraídos con fines ortodónticos.
3. Premolares sin caries dental.
4. Premolares sin obturaciones o sellantes previos.

### 1. CRITERIOS DE EXCLUSION

2. Premolares con presencia de dentina esclerótica.

## 6.5. CONSIDERACIONES ÉTICAS

Se procederá a enviar el presente proyecto al Comité Institucional de Ética en Investigación de la Universidad Privada San Juan Bautista para su revisión y aprobación. Este estudio no presentará implicaciones éticas debido a que es un experimento *in vitro*, aplicado en materiales dentales y dientes premolares humanos que serán extraídas por motivos ortodónticos, de una Clínica Dental Dentoklin, las cuales serán solicitadas a través de un documento por medio de la Dirección de Escuela hacia el Cirujano Dentista responsable donde se recolectarán las muestras respetando la declaración de Helsinki sobre el manejo de tejidos humanos, por lo cual la clínica emitirá a la investigadora una constancia de donación de órganos dentales (**Anexo 3**). Posteriormente los procedimientos de restauración se harán en la misma clínica bajo supervisión. Respecto a las pruebas mecánicas, se solicitará autorización del laboratorio High

Technology Laboratory Certificate (HTL) para la ejecución de la parte final de los procedimientos.

## **6.6. PROCEDIMIENTOS Y MEDIOS DE RECOLECCIÓN DE INFORMACIÓN**

Para la ejecución experimental de este estudio se llevará a cabo en la clínica dental Dentoklin en la ciudad de Huacho, Perú, **(Anexo 4)** además se tomará en cuenta los procedimientos técnicos proporcionado por los estándares internacionales ISO / TS 11405: 2015. Los premolares serán sometidos a medidas profilácticas para eliminar los tejidos blandos circundantes existentes, además serán conservados en suero fisiológico y este será cambiado al menos una vez por semana.

A cada premolar de le realizará un corte transversal a 4 mm de profundidad, respecto a la cara oclusal. Para ello, se utilizarán fresas de fisura con turbina de alta velocidad y refrigeración abundante.

La muestra se distribuirá en cuatro grupo, de acuerdo al acondicionador utilizado para realizar el proceso previo de adhesión: ácido fosfórico al 35% por 15 segundos, gel de EDTA al 18% por 60, gel de EDTA al 18% por 90 segundos y un grupo sin tratamiento (control negativo), luego será refrigerado con abundante agua y secado con gasas Johnson estéril y se colocará el adhesivo de 5ta generación Adper Single Bond (3M ESPE) con un microbrush y se le aplicará un ligero aire proveniente de la jeringa triple por 3 segundos y acto seguido se le aplicará un fotopolimerizado por 20 segundos con lámpara LED.

Posteriormente, se colocará un incremento de 4 mm de resina Tetric N Ceram Bulk Fill en forma de hongo confeccionado con una matriz celuloide y se fotopolimerizará por 10 segundos con la misma lámpara Led de 3ra generación (Valo, Ultradent) a todos los grupos.

Para poder realizar el termociclaje a todos los grupos (A, B, C y D) se les sellará el ápice con cemento ionómero de vidrio fotopolimerizable marca Fuji II, tal como indica el fabricante y además será reforzada con acrílico y esmalte de uñas transparente sobre el mismo. Posteriormente, los dientes se sumergirán en agua destilada durante 24 h. Para el termociclado se realizarán 5000 ciclos en agua entre 5°C (+/- 3°) y 55°C (+/- 3°), la inmersión en cada baño será de al menos de 20 segundos y el tiempo de transferencia será de 5 a 10 s.

### 6.7. ANÁLISIS ESTADÍSTICO

Los datos recabados serán almacenados en una hoja de cálculo de Microsoft Office Excel 2019 y posteriormente serán exportados al paquete estadístico SPSS v24.0, la variable de tipo cuantitativa será resumida utilizando medidas de tendencia central como la media y medida de dispersión como la desviación estándar. Para la contrastación de la hipótesis se aplicarán los supuestos de normalidad y homocedasticidad para evaluar la aplicación de pruebas paramétricas y no paramétricas.

### 7. CRONOGRAMA DE ACTIVIDADES

ACTIVIDADES	2021-2022																								
	NOV				DIC				ENE				FEB				MAR				ABR				
	1	2	3	4	1	2	3	4	1	2	3	4	1	2	3	4	1	2	3	4	1	2	3	4	
SELECCIÓN DEL TEMA			X	X																					
RECOLECCIÓN DE LA INFORMACIÓN					X	X	X	X	X																
ELABORACIÓN DEL PROYECTO DE TESIS									X	X	X	X													



## 8. PRESUPUESTO

### Recursos Materiales

MATERIALES	MARCA Y PRESENTACION	CANT.	PREC/UNT	TOTAL
Hojas Bond		50	S/.0.10	S/.5.00
Lapicero		1	S/.1.00	S/.1.00
Agua destilda (frascos)		50	S/.8.00	S/.400.00
Discos soflex	3M	1	S/.25.00	S/.25.00
Resina Tetric N-Ceram	Ivoclar Vivadent	3	S/.125.00	S/. 375.00
Adhesivo Tetric N-Bond	Ivoclar Vivadent	1	S/.230.00	S/.230.00
Acido grabador	Eco-etch	1	S/.50.00	S/.50.00
Fresas diamantadas		2	S/8.00	S/.16.00
Gel de EDTA al 18%		2	S/.60.00	S/.120.00
Guantes (caja)			S/30.00	S/.30.00
Microbrush		1	\$/8.00	S/.8.00
Campos (paquete)		1	S/7.00	S/.7.00
		1		
			S/.552.10	S/.1.267
			<b>TOTAL</b>	<b>S/.1.267</b>

### Equipos

<b>MATERIALES</b>		<b>TOTAL</b>
Laptop	Autofinanciado	S/.0
USB	Autofinanciado	S/.0
<b>TOTAL</b>		<b>S/.0</b>

### Servicio

<b>SERVICIOS</b>	<b>2021</b>	<b>TOTAL</b>
Laboratorio		S/.480
Imprevisto		S/.50
<b>TOTAL</b>		<b>S/.530</b>

### Presupuesto

<b>CRITERIO</b>	<b>TOTAL</b>
Materiales	S/.1.267
Equipos	S/.00.00
servicios	S/.530.00
<b>TOTAL</b>	<b>S/.1.797</b>

## 9. BIBLIOGRAFIA

3. Martini E, Parreiras S, Gutierrez M, Loguercio A, Reis A. Effect of Different Protocols in Preconditioning With EDTA in Sclerotic Dentin and Enamel Before Universal Adhesives Applied in Self-etch Mode. *Oper Dent.* mayo de 2017;42(3):284–96.
4. Di Fiore PM, Phebus JG, Himel VT, De Rijk WG. Methacrylate Resin Adhesion in Root Canals Conditioned with Phosphoric Acid and Ethylenediaminetetraacetic Acid. *Eur Endod J.* el 6 de febrero de 2017;4–4.
5. Sebold M, André CB, Ambrosano GMB, Nascimento FD, Giannini M. Bond strength and adhesive interface analysis using EDTA as a dentin conditioner. *Int J Adhes Adhes.* septiembre de 2017;77:157–63.
6. Toledano M, Aguilera FS, Osorio E, Cabello I, Toledano-Osorio M, Osorio R. Bond Strength and Bioactivity of Zn-Doped Dental Adhesives Promoted by Load Cycling. *Microsc Microanal.* febrero de 2015;21(1):214–30.
7. Luque-Martinez I, Muñoz MA, Mena-Serrano A, Hass V, Reis A, Loguercio AD. Effect of EDTA conditioning on cervical restorations bonded with a self-etch adhesive: A randomized double-blind clinical trial. *J Dent.* septiembre de 2015;43(9):1175–83.
8. Mohammed Hassan A, Ali Goda A, Baroudi K. The Effect of Different Disinfecting Agents on Bond Strength of Resin Composites. *Int J Dent.* 2014;2014:1–7.
9. Fatimatuzzahro N, Haniastuti T, Handajani J. 37% Phosphoric Acid Induced Stronger Matrix Metalloproteinase-8 Expression of the Dental Pulp than 19% Ethylene Diamine Tetraacetic Acid. *J Trop Life Sci.* el 24 de diciembre de 2014;4(3):195–200.
10. Espinosa R, Valencia R, Rabelero M, Ceja I. Resistencia al desprendimiento de la resina al esmalte desproteinizado y grabado; estudio de microtensión. *Rev Oper Dent Biomater Rodyb Internet.* 2014.

11. Ibrahim IM, Elkassas DW, Yousry MM. Effect of EDTA and phosphoric acid pretreatment on the bonding effectiveness of self-etch adhesives to ground enamel. *Eur J Dent.* 2010;4(4):418.
12. César Cayo, Llancari L, Mendoza R, Cervantes L. Marginal filling and adhesive resistance of bulk fill resin applying 18% edta gel compared with 37% phosphoric acid gel in vitro dental conditioning. *J Oral Res* 2019; 8(3):228-235. Doi:10.17126/joralres.2019.034
13. Huaricallo H. Resistencia a la tracción de postes de fibra de vidrio cementados adhesivamente con y sin tratamiento de EDTA del sustrato dentario, en dientes extraídos premolares inferiores, en la ciudad de Arequipa, 2016 [Internet] [Tesis para optar al Título Profesional]. Universidad Alas Peruanas; 2016 [citado el 11 de junio de 2018]. Disponible en: <http://repositorio.uap.edu.pe/handle/uap/4229>
14. Meza M. Comparación in vitro de la resistencia adhesiva de un cemento autoadhesivo con diferentes tipos de tratamientos previos a la superficie dentinaria [Internet] [Tesis para optar al Título Profesional]. [Lima]: Universidad de Ciencias Aplicadas; 2015 [citado el 11 de junio de 2018]. Disponible en: [https://repositorioacademico.upc.edu.pe/bitstream/handle/10757/620956/Meza\\_JM.pdf?sequence=1&isAllowed=y](https://repositorioacademico.upc.edu.pe/bitstream/handle/10757/620956/Meza_JM.pdf?sequence=1&isAllowed=y)
15. Parra Lozada M, Garzón Rayo H. SISTEMAS ADHESIVOS AUTOGRABADORES, RESISTENCIA DE UNIÓN Y NANOFILTRACIÓN: UNA REVISIÓN. *Rev Fac Odontol Univ Antioquia.* 2012;24(1).
16. Bergenholtz G, Horsted-Bindslev P, Reit C. Endodoncia. Editorial El Manual Moderno; 2011. 399 p.
17. Soares IJ, Goldberg F. Endodoncia: técnica y fundamentos. Ed. Médica Panamericana; 2002. 348 p.
18. Mooney JB, Barrancos PJ. Operatoria dental: integración clínica. Ed. Médica Panamericana; 2006. 1348 p.



19. Carrillo S. C. Capa Híbrida. Medigraphic. 2003;62(5):181–4.
20. Eick JD, Gwinnett AJ, Pashley DH, Robinson SJ. Current Concepts On Adhesion To Dentin. Crit Rev Oral Biol Med. el 1 de julio de 1997;8(3):306–35.
21. Carrillo S. C. Dentina y Adhesivos Dentinarios. Conceptos Actuales. Medigraphic. 2002;63(2):45–51.
22. Perfil Técnico del producto. Filtek Bulk Fill. 3m; 2015.
23. Urrea Mariño M. Diseño de un Banco Reconfigurable para Realización de Ensayos Didácticos de Torsión Flexión [Tesis para optar al Título Profesional]. [Mexico]: Universidad Nacional Autónoma de México; 2013.
24. Gentile J, Ferreira A, Alfonso J, Rodríguez A, Méndez J, Mora MN, et al. Validación de la Serie

## 10. ANEXOS

### ANEXO 1. OPERACIONALIZACIÓN DE VARIABLES

Variable	Definición operacional	Indicadores	Tipo	Escala de medición	Valores
Acondicionador de cavidad (variable independiente)	Agente adhesivo aplicado sobre la dentina.	Gel de EDTA al 18% por 60 segundos.  Gel de EDTA al 18% por 90 segundos.  Gel de ácido fosfórico por 15 segundos.	Cualitativo	Nominal	1  2  3
Resistencia adhesiva (variable dependiente)	Resistencia a la tracción	Fuerza / área	Cuantitativo	Razón / continua	0 - $\infty$ (Mpa)

## ANEXO 2: Cálculo de Tamaño de Muestra:

Fórmula para comparación de medias

$$n = \frac{(Z_{1-\alpha/2} + Z_{1-\beta})^2 * (S_1^2 + S_2^2)}{(X_1 - X_2)^2}$$

<b>Alfa (Máximo error tipo I)</b>	$\alpha =$	0.050
<b><math>1 - \alpha/2 =</math> Nivel de Confianza a dos colas</b>	$1 - \alpha/2 =$	0.975
<b><math>Z_{1-\alpha/2} =</math> Valor tipificado</b>	$Z_{1-\alpha/2} =$	1.960
<b>Beta (Máximo error tipo II)</b>	$\beta =$	0.200
<b><math>1 - \beta =</math> Poder estadístico</b>	$1 - \beta =$	0.800
<b><math>Z_{1-\beta} =</math> Valor tipificado</b>	$Z_{1-\beta} =$	0.842
<b>Varianza del grupo 1</b>	$S_1^2 =$	-----
<b>Varianza del grupo 2</b>	$S_2^2 =$	-----
<b>Diferencia propuesta</b>	$d =$	-----
<b>Tamaño de cada grupo</b>	$n =$	-----

## ANEXO 3. MODELO DE CONSTANCIA DE DONACIÓN

## ANEXO 1. MODELO DE CONSTANCIA DE DONACIÓN



### CONSTANCIA DE DONACION

Por medio de la presente se le dona a la Bachiller en Estomatología, Srta. Esther Isabel Alcantara Obispo, alumna de la Facultad de Estomatología de la UPSJB, la cantidad de \_\_\_organos dentales humanos extraidos con consentimiento de los paciente atendidos bajo todas las normas legales que lo sustentan, para la realizacion especifica del proyecto de tesis: **“RESISTENCIA ADHESIVA IN VITRO DE OBTURACIONES CON RESINA FOTOCURABLE ACONDICIONADA CON EDTA AL 18% FRENTE AL ÁCIDO FOSFÓRICO AL 37%”**.

Se expide el presente documento para los fines que sean convenientes.

Atentamente

Huacho 13 de Octubre del 2021

---

C.D. Manuel Ernesto Albuja Cornejo

## ANEXO 4. MODELO DE CONSTANCIA DE EJECUCION



### CONSTANCIA DE EJECUCION

Por medio de la presente se hace constar que la Bachiller en Estomatología Srta. Esther Isabel Alcantara Obispo alumna de la facultad de Estomatología de la UPSJB, realizó la parte experimental de su proyecto de tesis: **RESISTENCIA ADHESIVA IN VITRO DE OBTURACIONES CON RESINA FOTOCURABLE ACONDICIONADA CON EDTA AL 18% FRENTE AL ÁCIDO FOSFÓRICO AL 37%.**

Se expide el presente documento para los fines que sean convenientes.

Atentamente.

Huacho 13 de Octubre del 2021

---

**CD. Manuel Ernesto Albujar Cornejo**

## ANEXO 5. INSTRUMENTO DE MEDICION



## ANEXO 6. MATRIZ DE CONSISTENCIA

Titulo	PROBLEMA	OBJETIVOS	HIPOTESIS	VARIABLE		
<b>RESISTENCIA ADHESIVA IN VITRO DE OBTURACIONES CON RESINA FOTOCURABLE ACONDICIONADA CON EDTA AL 18% FRENTE AL ACIDO FOSFORICO AL 35%</b>	General	General	General	Dimensión	Indicador	Nivel de medición
	<p>¿Cuál es la resistencia adhesiva <i>in vitro</i> de obturaciones con resina fotocurable acondicionada con EDTA al 18% por 60 y 90 segundos frente al ácido fosfórico al 35% por 15 segundos en premolares?</p>	<p>Comparar la resistencia adhesiva <i>in vitro</i> de obturaciones con resina fotocurable acondicionada con EDTA al 18% por 60 y 90 segundos frente al ácido fosfórico al 35% por 15 segundos en premolares.</p>	<p>La resistencia adhesiva <i>in vitro</i> de obturaciones con resina fotocurable acondicionada con EDTA al 19% por 60 y 90 segundos presentarían diferencias significativas con el ácido fosfórico al 35% por 15 segundos en premolares.</p>	<p>- Gel EDTA</p>	<p>-18% por 60 segundos - 18% por 90 segundos</p>	<p>Nominal</p>
	<p><b>Específicos</b></p>	<p><b>Específicos</b></p>	<p><b>Específicos</b></p>	<p>-Gel Ácido Fosfórico</p>	<p>- 35% por 15 segundos</p>	<p>Nominal</p>
	<p>1. ¿Cuál es la resistencia adhesiva <i>in vitro</i> de obturaciones con resina fotocurable acondicionada con EDTA al 18% por 60 segundos en comparación con el ácido fosfórico al 35% por 15 segundos en premolares?</p> <p>2. ¿Cuál es la resistencia adhesiva <i>in vitro</i> de obturaciones con resina fotocurable acondicionada con EDTA al 18% por 90 segundos en comparación con el ácido fosfórico al 35% por 15 segundos en premolares?</p>	<p>1. Comparar la resistencia adhesiva <i>in vitro</i> de obturaciones con resina fotocurable acondicionada con EDTA al 18% por 60 segundos frente al ácido fosfórico al 35% por 15 segundos en premolares.</p> <p>2. Comparar la resistencia adhesiva <i>in vitro</i> de obturaciones con resina fotocurable acondicionada con EDTA al 18% por 90 segundos frente al ácido fosfórico al 35% por 15 segundos en premolares.</p>	<p>1. La resistencia adhesiva <i>in vitro</i> de obturaciones con resina fotocurable acondicionada con EDTA al 18% por 60 segundos presentarían diferencias significativas con el ácido fosfórico al 35% por 15 segundos en premolares.</p> <p>2. La resistencia adhesiva <i>in vitro</i> de obturaciones con resina fotocurable acondicionada con EDTA al 18% por 90 segundos presentarían diferencias significativas con el ácido fosfórico al 35% por 15 segundos en premolares</p> <p>3. La resistencia adhesiva <i>in vitro</i> de obturaciones con resina fotocurable acondicionada con EDTA al 18% por 90 segundos presentarían diferencias</p>	<p>- Resistencia adhesiva</p>	<p>Fuerza/área</p>	<p>Continua/razón</p>

	<p>segundos en comparación con el ácido fosfórico al 35% por 15 segundos en premolares?</p> <p>3. ¿Cuál es la resistencia adhesiva <i>in vitro</i> de obturaciones con resina fotocurable acondicionada con EDTA al 18% por 60 segundos en comparación con el EDTA al 18% por 90 segundos en premolares?</p>	<p>fosfórico al 35% por 15 segundos en premolares.</p> <p>3. Comparar la resistencia adhesiva <i>in vitro</i> de obturaciones con resina fotocurable acondicionada con EDTA al 18% por 60 segundos frente al EDTA al 18% por 90 segundos en premolares.</p>	<p>significativas con el EDTA al 18% por 60 segundos en premolares.</p>			
DISEÑO, TIPO Y NIVEL		POBLACION Y MUESTRA	TECNICAS E INSTRUMENTOS	ANALISIS ESTADISTICO		
<p>DISEÑO: Experimental <i>in vitro</i>.</p> <p>TIPO DE INVESTIGACION</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>- Prospectivo: Porque los datos se recolectarán posterior al experimento.</li> <li>- Transversal: Porque los resultados se recabarán en un solo momento.</li> <li>- Analítico: Porque se realizará un análisis bivariado y se evaluará la</li> </ul>		<p><b>Unidad de Análisis.</b> Dientes premolares humanos.</p> <p><b>Muestra.</b> Se calculará a partir de un estudio piloto de 5 piezas dentarias y una vez obtenido el tamaño de muestra se distribuirán aleatoriamente en 4 grupos:</p> <p>A = acondicionados con EDTA al 18% a 60 segundos</p> <p>B = acondicionados con EDTA al 18% a 90 segundos</p>	<p>Para la ejecución experimental de este estudio se tomará en cuenta los procedimientos técnicos proporcionado por los estándares internacionales ISO / TS 11405: 2015. Los premolares serán sometidos a medidas profilácticas para eliminar los tejidos blandos circundantes existentes, además serán conservados en suero fisiológico y este será cambiado al menos una vez por semana.</p> <p>A cada premolar de le realizará un corte transversal a 4 mm de profundidad, respecto a la cara oclusal. Para ello, se utilizarán fresas de</p>	<p>Los datos recabados serán almacenados en una hoja de cálculo de Microsoft Office Excel 2019 y posteriormente serán exportados al paquete estadístico SPSS v24.0, la variable de tipo cuantitativa será resumida utilizando medidas de tendencia central como la media y medida de dispersión como la desviación estándar. Para la contrastación de la hipótesis se aplicarán los supuestos de normalidad y homocedasticidad para evaluar la aplicación de pruebas paramétricas y no paramétricas.</p>		



<p>dependencia de la variable resistencia adhesiva.</p> <p>- Experimental: Porque el investigador manipulará la variable independiente (agente acondicionador) para evaluar su efecto en la resistencia adhesiva.</p> <p><b>NIVEL DE INVESTIGACIÓN</b></p> <p>- Explicativo: Porque se explicará el efecto de la variable dependiente a partir de la aplicación de la variable independiente (agente acondicionador).</p>	<p>C = acondicionados con ácido fosfórico al 35%</p> <p>D = sin tratamiento acondicionador</p> <p>La asignación de las unidades de estudio a cada grupo será por muestreo aleatorio simple sin reposición.</p> <p><b>CRITERIOS DE INCLUSION</b></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>- Premolares extraídos en los últimos tres meses previos al experimento.</li> <li>- Premolares humanos superiores o inferiores extraídos con fines ortodónticos.</li> <li>- Premolares sin caries dental.</li> <li>- Premolares sin obturaciones o sellantes previos.</li> </ul> <p><b>CRITERIOS DE EXCLUSION</b></p>	<p>fisura con turbina de alta velocidad y refrigeración abundante.</p> <p>La muestra se distribuirá en cuatro grupo, de acuerdo al acondicionador utilizado para realizar el proceso previo de adhesión: ácido fosfórico al 35% por 15 segundos, gel de EDTA al 18% por 60, gel de EDTA al 18% por 90 segundos y un grupo sin tratamiento (control negativo), luego será refrigerado con abundante agua y secado con gasas Johnson estéril y se colocará el adhesivo de 5ta generación Adper Single Bond (3M ESPE) con un microbrush y se le aplicará un ligero aire proveniente de la jeringa triple por 3 segundos y acto seguido se le aplicará un fotopolimerizado por 20 segundos con lámpara LED.</p> <p>Posteriormente, se colocará un incremento de 4 mm de resina Filtek Bulk Fill en forma de hongo confeccionado con una matriz celuloide y se fotopolimerizará por 10 segundos con la misma lámpara Led de 3ra generación (Valo, Ultradent) a todos los grupos.</p> <p>Para poder realizar el termociclaje a todos los grupos (A, B, C y D) se les sellará el ápice con cemento ionómero de vidrio fotopolimerizable marca Fuji II, tal como indica el fabricante y además será reforzada conacrílico y esmalte de</p>	
---	--	--	--

	<p>- Premolares con presencia de dentina esclerótica.</p>	<p>uñas transparente sobre el mismo. Posteriormente, los dientes se sumergirán en agua destilada durante 24 h. Para el termociclado se realizarán 5000 ciclos en agua entre 5°C (+/- 3°) y 55°C (+/- 3°), la inmersión en cada baño será de al menos de 20 segundos y el tiempo de transferencia será de 5 a 10 s. Al culminar todo este procedimiento los dientes serán sometidos a la máquina de ensayo universal a una velocidad de 0.75 mm /min con una variación de +/- 0.30 mm/min constante, para realizar las pruebas de resistencia adhesiva.</p>	
--	---	--	--

Article

# Adhesive Strength in Dentin Conditioned with 18% Ethylenediaminetetraacetic Acid versus 35% Phosphoric Acid: In Vitro Study with 1-Year Artificial Aging

Ethér Alcántara-Obispo <sup>1</sup>, Flir Santander-Rengifo <sup>2</sup>, Marysela Ladera-Castañeda <sup>3</sup>, Carlos López-Gurroñero <sup>4</sup>, Antonieta Castro Pérez-Vargas <sup>5</sup>, Alberto Conejo-Pinto <sup>6,7</sup>, Luis Cervantes-Gamza <sup>8</sup> and César Cayo-Rojas <sup>1,8</sup>

<sup>1</sup> School of Stomatology, Universidad Privada San Juan Bautista, Lima 13066, Peru

<sup>2</sup> Academic Program of Dentistry, Universidad Peruana de Ciencias Aplicadas, Lima 13066, Peru

<sup>3</sup> Faculty of Dentistry and Postgraduate School, “Grupo de Investigación Salud y Bienestar Global”, Universidad Nacional Federico Villarreal, Lima 15001, Peru

<sup>4</sup> School of Stomatology, Universidad Científica del Sur, Lima 13067, Peru

<sup>5</sup> Faculty of Stomatology, Universidad Inca Garcilaso de la Vega, Lima 13064, Peru

<sup>6</sup> Correspondence: conejoa@postgrad.uns.edu.pe

**Citation:** Alcántara-Obispo, E.; Santander-Rengifo, F.; Ladera-Castañeda, M.; López-Gurroñero, C.; Castro Pérez-Vargas, A.; Conejo-Pinto, A.; Cervantes-Gamza, L.; Cayo-Rojas, C. Adhesive Strength in Dentin Conditioned with 18% Ethylenediaminetetraacetic Acid versus 35% Phosphoric Acid: In Vitro Study with 1-Year Artificial Aging. *Polymers* **2022**, *14*, 4291. <https://doi.org/10.3390/polym14204291>

Academic Editors: Antonia Papadopoulos and Antonios Pitsis

Received: 11 September 2022

Accepted: 10 October 2022

Published: 17 October 2022

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



Copyright: © 2022 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 (<https://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>).

**Abstract:** The success and longevity of a resin composite restoration is determined by its good bonding to the tooth structure, with the adhesion being a challenge to dentin due to its complexity and structural heterogeneity. The present study aimed to compare the adhesive strength of dentin conditioned with 18% ethylenediaminetetraacetic acid (EDTA) versus 35% phosphoric acid (H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>) in human premolars. **Materials and Methods:** This *in vitro* experimental study was performed on 40 human premolars. The occlusal thirds were sectioned and randomly placed into four groups according to the type of dentin conditioning: Group 1 (control), Group 2 (18% EDTA), Group 3 (35% H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>) and Group 4 (18% EDTA plus 35% H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>). Then, 10,000 thermocycles between 5 ± 2 °C and 35 ± 2 °C were applied. Adhesive strength was tested by shearing with a digital universal testing machine at a crosshead speed of 0.75 mm/min. The values obtained were analyzed in megapascals (MPa). The mean and standard deviation were used as measures of central tendency and dispersion. In addition, a one-factor intergroup ANOVA test was applied with Tukey’s post hoc test considering a significance level of *p* < 0.05. **Results:** The 18% EDTA and 18% EDTA plus 35% H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> showed significantly higher adhesive strength compared to the control group that did not receive dentin conditioning (*p* = 0.047 and *p* = 0.001, respectively). However, the group conditioned with 18% EDTA did not present significant differences compared to the group conditioned with 35% H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> (*p* = 0.997). In addition, the group conditioned with 18% EDTA plus 35% H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> showed significantly higher adhesive strength compared to the groups conditioned with 18% EDTA (*p* = 0.002) and 35% H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> (*p* = 0.001). **Conclusion:** The adhesion of bulk fill resin composite to dentin was favorable when preconditioning was performed using 18% EDTA followed by 35% H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>. In contrast, when both etchants were used separately, the bulk fill resin composite showed similar bond strength values in both cases, but significantly lower compared to their sequential application.

**Keywords:** phosphoric acid; ethylenediaminetetraacetic acid; resin composite; bulk fill resin; adhesive strength; shearing

## 1. Introduction

The adhesive strength of resin composite restorations is a major concern for the dental professional as their failure is often due to a lack of adhesive strength in the hybrid layer at dentinal level [1–4]. Therefore, various types of cavity conditioners, such as 35% or 37% phosphoric acid (H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>), sodium hypochlorite, hydrogen peroxide or ethylenedi-

aminotetraacetic acid (EDTA), among others [5–12], have been used to improve the adhesion of resin composites to the dentin substrate. These conditioners have been tested by *in vitro* shear [13] or microtension [1,5,6,14] with a universal testing machine to determine adhesive strength.

The 35% H3PO4 gel has been generally used as dental conditioning agent for cavity preparations because it removes dentin sludge and provides microrretention on the dental substrate, giving the hybrid layer considerable adhesive strength. [5,15] However, it is important to mention that etching dentin with phosphoric acid decreases the calcium concentration because the extrafibrillar and intrafibrillar minerals dissolve, making the collagen fibers very susceptible to dehydration. [16–18]

EDTA is a mild chelating agent with almost neutral pH (pH = 7.4) [7,19–21] compared to phosphoric acid, which causes different effects on dentin depending on its concentration and exposure time. Its proven conditioning action causes less and more superficial dentin demineralization, chelating calcium ions while preserving and avoiding alterations of native fibrillar collagen, and therefore less alteration of dentin proteins, such as collagen fibers, that retain most of the intrafibrillar mineral content. This greater amount of residual apatite crystals in the collagen matrix improves its longevity [6,16,22,23] and also partially removes the smear layer up to 0.5 to 5  $\mu\text{m}$ , keeping 30% of it inside the tubules without causing morphological alterations on the dentin surface. It also favors the opening of dentinal tubules for the formation of resin tags when placing the adhesive in the hybridization technique [7,12,15,21,24,25]. Cederlund et al. [26] reported that EDTA treatment increased shear bond strength, while Saiz et al. [14] reported that conditioning the smear layer with EDTA produced a less porous resin–dentin interface, resulting in a favorable effect on shear bonding. It should be noted that EDTA is an organic tetracarboxylic acid derived from ethane with the ability to chelate metal ions, with preference for Ca, Mg, Mn, Fe, Cu and Zn ions [5]. The interface created by this type of dentin conditioning presents lower degradation values because the greater number of crystals present in the collagenous matrix prevents its denaturation and promotes dentin remineralization [16]. A milder alteration of dentin proteins, compared to conditioning with phosphoric acid, allows the collagen to retain more apatite crystals, which could favor a greater mechanical microrretention of the bonding agent when it is light cured. In addition, EDTA has an inhibitory effect on metalloproteinases (MMPs) that are bound to the demineralized dentin matrix, blocking their enzymatic action by chelating the ionic cofactors necessary for the catalytic activity of these enzymes and producing more stable adhesive interfaces [1,27].

The present study is important because, if it is demonstrated that 18% EDTA gel increases the adhesive strength of light-curing resin composites, it could be a good option to favor the permanence and longevity of dental restorations by preventing their detachment during masticatory action.

For the above reasons, the present study aimed to determine which is the best dentin conditioning agent for conferring greater adhesive strength to resin composite restorations. For this purpose, 18% EDTA gel versus 35% H3PO4 gel were compared, controlling the variables “type of adhesive” and “type of light-curing resin composite”. It was considered as null hypothesis that restorations with resin composite in dentin conditioned with 18% EDTA would not present significant differences in adhesive strength when compared to dentin conditioned with 35% H3PO4 in human premolars.

## 2. Materials and Methods

### 2.1. Type of Study and Delimitation

This experimental *in vitro*, cross-sectional and analytical study was carried out at the Stomatology School of the Universidad Privada San Juan Bautista and at the High Technology Laboratory Certificate (ISO/IEC Standard: 17025), in Lima, Peru from January to March 2022. This study considered the CRIS Guidelines (Checklist for Reporting *In Vitro* Studies) [28].

## 2.2. Sample Calculation and Selection

The total sample was 40 human premolar teeth equally distributed in four groups under simple random sampling without replacement ( $n = 10$ ). The sample size was calculated using the data obtained in a pilot study prior to the final experiment with 5 sample units per group from a one-way analysis of variance formula in the statistical software G\*Power version 3.1.9.7, obtaining an effect size ( $f$ ) = 1.386, considering a significance level ( $\alpha$ ) = 0.05 and a statistical power ( $1 - \beta$ ) = 0.80.

Inclusion criteria are as follows:

- Human premolars extracted in the last three months prior to the study.
- Upper or lower human premolars extracted for orthodontic purposes.
- Human premolars without dental caries.
- Human premolars without previous fillings or sealants.

Exclusion criteria are as follows:

- Human premolars with presence of sclerotic dentin.

The groups were formed as follows (Figure 1):

- Group 1: Control (without dentin conditioner).
- Group 2: Dentin conditioned with 18% EDTA gel (Ultradent Products, South Jordan, UT, USA).
- Group 3: Dentin conditioned with 35%  $H_3PO_4$  (Ultra-Ech, Ultradent Products, South Jordan, UT, USA).
- Group 4: Dentin conditioned with 18% EDTA gel plus 35%  $H_3PO_4$ .

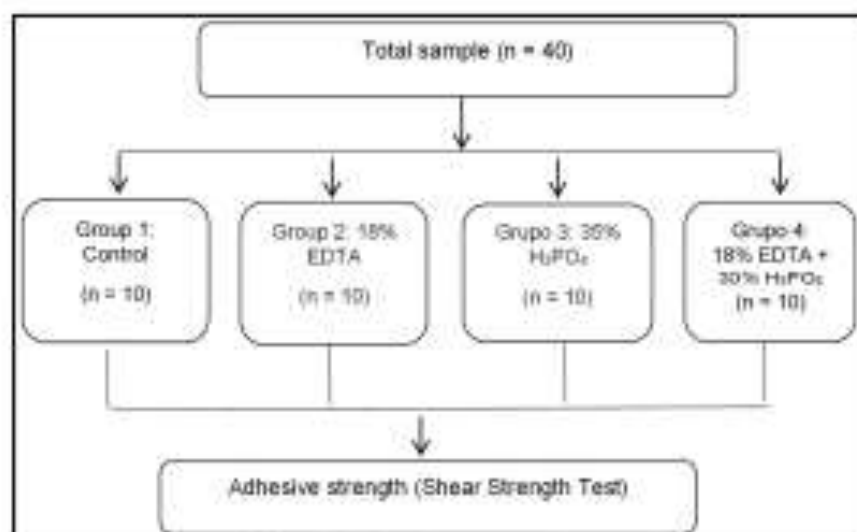


Figure 1. Random distribution of groups according to sample size.

## 2.3. Sample Characteristics and Preparation

Remains of soft tissue or bacterial plaque were removed from the teeth with an ultrasonic dental scaler (DTE DS-LED, Woodpecker, Guilin, Guangxi, China). The teeth were then washed and immersed in a 1% 1-chloramine solution (Milipore, Supelco, Lima, Peru) for one week for disinfection. They were then placed in a container with distilled water at 4 °C for maintenance, changing the water every 7 days. The 40 sample units were placed in saline solution for 24 h at 37 °C ± 2 °C before sectioning the occlusal third of the crown.



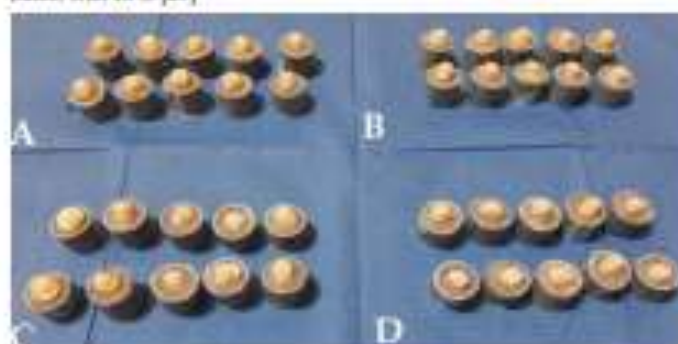
#### 2.4. Dentin Conditioning and Resin Composite Bonding

The sample was divided into four groups, and a single operator proceeded to cut the occlusal third with a low-speed micromotor (Strong 210, Saashin, Korea) and a low-speed water-cooled diamond cutting disc (DREMEL® 300 Series, Mt. Prospect, IL, USA). After the dentin was exposed, a total-etch adhesive (Tetric® N-Bond, Ivoclar Vivadent AG, Schaan, Liechtenstein) was placed and light cured for 20 s. Then, a block of Tetric® N-Ceram Bulk-Fill resin composite color A2 (Ivoclar Vivadent AG, Schaan, Liechtenstein) made from a standard mold with 4 × 4 mm surface area was applied to the dentin surface and light cured for 10 s. According to the material safety data sheets, Tetric® N-Ceram Bulk-Fill resin composite contains bis-GMA, bis-EMA, UDMA plus barium silicate aluminous glass, “isofiller” (prepolymer, glass, and ytterbium fluoride), ytterbium fluoride and mixed oxides. The block dimensions were measured with a WHO periodontal probe (Hu Friedy, Chicago, USA), and the diamond cutting disc was changed in each sample unit.

The procedure for each group was as follows (Figure 2):

- Group 1: No dentin etching. Only rinsed in water for 5 s, and excess moisture was dried with sterile gauze. Then, a layer of Tetric® N-Bond adhesive was placed with a microbrush, and air was gently applied for 5 s. Finally, a block of Tetric® N-Ceram Bulk-Fill resin composite color A2 was placed and light cured perpendicular for 10 s at a maximum distance of 1 mm to the upper surface with a Bluephase N LED (Ivoclar Vivadent AG, Schaan, Liechtenstein) at an intensity of 1200 mW/cm<sup>2</sup> for 10 s. (Figure 3). The light intensity of curing unit was previously verified using a radiometer (Bluephase Meter II, Ivoclar Vivadent AG, Schaan, Liechtenstein).
- Group 2: Dentin etching was performed with 18% EDTA gel for 90 s. Then it was washed with water for 10 s, and the excess moisture was dried with sterile gauze. Then, the adhesive was applied, and the resin composite was placed using the same procedure as group 1 [5].
- Group 3: Dentin etching was performed with 35% H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> gel for 15 s. Then, it was washed with water for 10 s, and the excess moisture was dried with sterile gauze. Then, the adhesive was applied, and the resin composite was placed using the same procedure as groups 1 and 2.
- Group 4: Dentin etching was performed with 18% EDTA gel for 90 s. Then, it was washed with water for 10 s, and the excess moisture was dried with sterile gauze. Then, 35% H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> gel was applied for 15 s. Then, it was again washed with water, and excess moisture was dried with sterile gauze. Then, the adhesive was applied, and the resin composite was placed using the same procedure as in groups 1, 2 and 3.

Subsequently, 10,000 thermocycles between 5 ± 2 °C and 55 ± 2 °C were applied to all sample units. The exposure to each bath was 30 s, and the transfer time between baths was 10 s. [29]



**Figure 2.** Sample units according to study group: (A) No dentin conditioning (Control), (B) dentin conditioned with 18% EDTA, (C) dentin conditioned with 35% H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> and (D) dentin conditioned with 18% EDTA plus 35% H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>.



Figure 3. Light curing of Bulk-Fill resin blocks with LED unit.

### 2.5. Shear Strength Test

The roots of the 40 sample units were immersed in self-curing acrylic (Vitacryl, Vitalloy, Lima, Peru) in cylindrical molds to facilitate their handling in the shear test. The 40 prepared samples were subjected to a shear strength study using a universal testing machine (CMT-5L, 7419 series, Liangong Group, Jinan, Shandong, China) with digital software (Smart Test) at a crosshead speed of 0.75 mm/min. A 1 mm wide bevel cutting bar located on the upper head of the universal testing machine was used. This head, when descending at the indicated speed, came into contact with the sample resin–dentin junction located on the lower head. As the bar descended, it exerted a force (Newton) that was counteracted by the resistance (MPa) provided by the resin–dentin bond. This force reached its maximum value when the separation between resin composite and dentin occurred. To obtain the bond strength values in megapascals (MPa), the shear stress formula was used:  $R = F/A$ , where  $R$  is strength,  $F$  is the force in newtons obtained with the universal testing machine and  $A$  is the bond area expressed in  $\text{mm}^2$  and constitutes the worked area (Figure 4).



Figure 4. Shear test with universal testing machine.

### 2.6. Statistical Analysis

Data were entered into a Microsoft Excel 2019® tab and subsequently imported into SPSS (Statistical Package for the Social Sciences Inc., IBM, Armonk, NY, USA) version 28.0 for statistical analysis. For descriptive analysis, measures of central tendency (mean) and

dispersion (standard deviation) were used. For comparative analysis, Shapiro-Wilk's statistical assumptions of normality and Levene's homoscedasticity and randomness based on the Wald-Wolfowitz mean were previously tested. Based on these results, a statistical decision was made to use the parametric one-factor intergroup ANOVA test with Tukey's post hoc test. All analyses were performed considering a significance level of 5% ( $p < 0.05$ ).

### 2.7. Ethical Considerations

This research respected the bioethical principles for medical research with human beings of the Declaration of Helsinki. This research was approved by the Ethics and Research Committee of the School of Stomatology of the Universidad Privada San Juan Bautista with approval letter No. 1410-2021-CBEI-U75JB. The teeth obtained in the present investigation were donated by the patients, with prior informed consent.

### 3. Results

The group without dentin conditioning presented the lowest average adhesive strength with  $5.54 \pm 0.88$  MPa, while the group with dentin conditioning based on 18% EDTA plus 35% H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> presented the highest average adhesive strength with  $8.72 \pm 1.02$  MPa (Table 1).

**Table 1.** Descriptive values of adhesive strength (MPa) according to type of conditioner used.

Conditioner	n	Mean	SD	SE	95% CI		Min	Max
					LL	UL		
Control	10	5.54	0.88	0.28	4.91	6.17	4.04	6.75
18% EDTA	10	6.84	1.39	0.44	5.84	7.83	4.95	9.41
35% H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub>	10	6.74	0.90	0.28	6.10	7.39	5.24	7.80
18% EDTA plus 35% H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub>	10	8.72	1.02	0.32	7.99	9.45	7.52	10.51

n: sample size; SD: standard deviation; SE: standard error of mean; 95% CI: 95% confidence interval; LL: lower limit; UL: upper limit; Min: minimum value; Max: maximum value.

When comparing the adhesive strength according to the dentin conditioning applied, significant differences ( $p < 0.001$ ) were observed between groups (Table 2). Therefore, multiple comparisons showed that 18% EDTA and 18% EDTA plus 35% H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> presented significantly higher adhesive strength compared to the group that did not receive dentin conditioning (control) ( $p = 0.047$  and  $p < 0.001$ , respectively). In addition, the group with 18% EDTA plus 35% H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> conditioning showed significantly higher adhesive strength compared to groups conditioned with 18% EDTA ( $p = 0.002$ ) and 35% H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> ( $p = 0.001$ ) (Table 3 and Figure 5).

**Table 2.** Comparison of adhesive strength (MPa) according to type of conditioner used.

Conditioner	n	Mean	SE	95% CI		* P	** P	*** P
				LL	UL			
Control	10	5.54	0.28	4.91	6.17	0.756		
18% EDTA	10	6.84	0.44	5.84	7.83	0.907	0.333	<0.001
35% H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub>	10	6.74	0.28	6.10	7.39	0.480		
18% EDTA plus 35% H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub>	10	8.72	0.32	7.99	9.45	0.440		

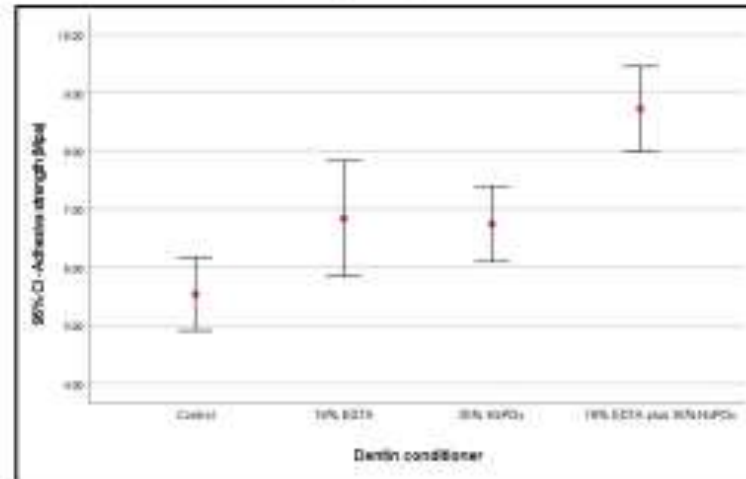
n: sample size; SE: Standard error of mean; 95% CI: 95% confidence interval; UL: upper limit; LL: lower limit; \* Based on Shapiro-Wilk test: normal distribution ( $p > 0.05$ ); \*\* Based on Levene's test: homogeneous variances ( $p > 0.05$ ); \*\*\* Intergroup one-factor ANOVA test: significant differences ( $p < 0.05$ ).



**Table 3.** Multiple comparison of adhesive strength (MPa) according to type of conditioner used.

Conditioner	MD	SE	95% CI		p *	
			LL	UL		
Control	18% EDTA	-1.3	0.48	-2.59	-0.01	0.047
	35% H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub>	-1.2	0.48	-2.49	0.08	0.073
	18% EDTA plus 35% H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub>	-3.18	0.48	-4.47	-1.90	<0.001
18% EDTA	35% H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub>	0.09	0.48	-1.19	1.38	0.997
	18% EDTA plus 35% H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub>	-1.88	0.48	-3.17	-0.60	0.002
35% H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub>	18% EDTA plus 35% H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub>	-1.98	0.48	-3.27	-0.69	0.001

MD: mean difference; SE: standard error; 95% CI: 95% confidence interval, UL: upper limit, LL: lower limit; \*Based on Tukey's post hoc:  $p < 0.05$  (significant differences).

**Figure 5.** Comparison of means at 95% CI of adhesive strength (MPa) according to conditioner applied.

#### 4. Discussion

The acid conditioning of dentin and the application of primers as bonding agents activate metalloproteinases (MMPs) [8–10,15–17,27], which are cell-derived proteolytic enzymes responsible for the degradation of collagen fibers [30]. The degradation of collagen within the hybrid layer by MMPs is a vulnerable point for modern adhesive systems. One way to minimize and prevent the release of MMPs is to use a neutral conditioning agent, such as EDTA [3,6,7,13], that dissolves the extra- and intra-fibrillar minerals. This process exposes the collagen fibers and causes neutral dehydration of dentin. A hybrid layer is then formed by priming, allowing for better resin composite infiltration [7,13,31]. Therefore, the present study aimed to compare which of the conditioning agents commonly used, such as 18% EDTA or 35% H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>, offered better adhesive strength in dentin when using resin composites. According to the results, the null hypothesis was not rejected since the adhesive strength in dentin conditioned with 18% EDTA did not show significant differences when compared to 35% phosphoric acid, but it is worth mentioning that applying 18% EDTA followed by 35% H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> produced a significantly higher adhesive strength compared to these conditioners used separately.

Imbery et al. [13] reported that 17% EDTA gel applied for 90 s on artificially aged dentin showed significantly higher adhesive strength values compared to 37.5% H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>.

This was discordant with what was obtained in the present study since no significant differences in adhesive strength were found between EDTA and H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> as dentin conditioning agents. This discrepancy may be due to the different concentrations used or the technique used for artificial aging. In the present study, a technique of 10,000 thermal cycles equivalent to 1 year of clinical aging was applied. In contrast, Imbery et al. [13], Kim et al. [6] and Deng et al. [32] used sodium hypochlorite (NaClO) between 10% and 12% for 1 to 3 h as a method of artificial aging, which is equivalent to 60,000 thermal cycles (6 years of aging) [29,33]. It should be noted that these differences could also be associated with other factors, such as the use of a different type of resin composite, the pH of the adhesive and the use of a higher light intensity (1200 mW/cm<sup>2</sup>), for curing the adhesive and resin composite system.

Kim et al. [6] and Imbery et al. [13] explained from a biological approach that the significant values of adhesive strength obtained when dentin is treated with EDTA may be due to its almost neutral pH, which would help prevent the release of MMPs. When the pH of conditioning agents is lower than 4.5, as in H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> (pH = 0.6), and these agents come into contact with MMPs, chemical reactions occur that engage calcium ions, zinc and extracellular proteins of the glycoprotein family that pair with different MMPs to block their catalytic damage [13,31]. In addition, the four carboxylic groups of EDTA sequester metal ions from dentin and cause selective or partial dissolution of hydroxyapatite [1,13], leaving residual apatite crystals in the collagen matrix and making it more resistant to denaturation [1,34,35]. Finally, EDTA could favor the stability of collagen fibers by removing the surface smear layer and allowing for the penetration of acidic primers creating a cleaner substrate with a more retentive etching pattern. [1,13,26,36]

In vitro and in vivo studies [6,14,37–39] explained that the decrease in resin–dentin adhesive strength and collagen degradation occur with the passage of time or by other artificial aging treatments. Because of this, it could be presumed that the 10,000 thermal cycles applied in the present study were not sufficient to compare the adhesive strength of EDTA versus H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> on dentin since no significant differences were found between them. This is in agreement with the results of Kim et al. [6], who reported that the immediate adhesive strength values of the EDTA-treated group did not differ significantly from those of the H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>-treated group. However, it is likely that not only the artificial aging factor could be related to the similar adhesive strength values between EDTA and H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>, but also the composition of the adhesive since the Tetric N Bond used in our study does not contain polyalkanoic acid [40,41], which has been reported to improve adhesive strength when dentin is preconditoned with H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>. This is based on the fact that the carboxylic group of polyalkanoic acid and dentin hydroxyapatite incompletely dissolved by H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> could form an ionic bond with high adhesive strength between the resin composite and dentin [6,42].

It is worth mentioning that Jacques et al. [7] reported that the use of 0.5 M or 18% EDTA (pH = 7.2) with subsequent application of Clearfil SE Bond self-etching adhesive (pH = 2), as well as the application of EDTA with prior conditioning using acidic primer and conventional single bond adhesive (pH = 4.3), showed very high adhesive strength values. Therefore, it can be deduced that EDTA, being a mild etchant, requires the help of a more acidic agent, such as an acidic primer or self-etching adhesives [7,24] with very high pH (pH 2–3), to sufficiently demineralize the dentin, unlike full conditioning adhesives that generally have pH > 5 [7–9].

To date (September 2022), no literature has been found that assesses adhesive strength when using 18% EDTA as dentin conditioner with complementary application of 35% H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>. The importance of the present study lies in the novel finding of applying these two conditioning agents in bulk-fill resin composites in a complementary manner and obtaining dentin adhesive strength values significantly higher than the results of the same conditioners used separately. This is probably because conditioning the dentin first with EDTA would cause inhibition of MMPs, allowing for the partial removal of the smear

layer in the dentin tubules without causing damage to the dentin collagen fibers. In addition, EDTA is likely to neutralize the very low pH of the H3PO4 subsequently applied as a conditioning protocol, thus attenuating the formation of MMPs for a measured exposure of the collagen fibers with wide intradibrillar spaces [7,13,39] and favoring a micromechanical adhesion [43,44] of the resin composite. Other authors [8,27] have agreed with the results obtained in the present study, pointing out the importance of new bonding systems providing long-lasting MMP inhibitory capabilities to preserve the integrity of the hybrid layer and improve the durability of the dentin-resin composite bond. Therefore, it is advisable to continue this line of research with scanning electron microscopy, Fourier transform infrared spectrometry (FTIR) or X-ray photoemission spectroscopy (XPS) studies to assess microstructural changes or dentin topography after etching in order to complement and reinforce the results obtained for adhesive strength in bulk-fill resin composites when dentin was conditioned with EDTA followed by H3PO4.

The methodology used in the present study is based on scientific precedents in terms of sample size, clear protocols for sample preparation, use of materials according to precedents and calibrated instruments to assess adhesive strength, among others. All this allowed us to reduce biases and strengthen the design. However, it should be recognized within the limitations of the present study that the data obtained should be taken with caution since this was an *in vitro* study and cannot be extrapolated to the clinical field. Despite the aforementioned limitations, this lays the groundwork for recommending future *in vitro* or *in vivo* studies with prolonged follow-up that focus on assessing dentin adhesive strength by applying EDTA 18% and then complementing it with 35% H3PO4 at different times under different artificial aging techniques, such as thermal cycling [7,31,32] or sample immersion in 10–13% sodium hypochlorite solution for 1 to 3 h [8,13,31,32] and using self-etch and total conditioning adhesive systems [7,45].

## 5. Conclusions

In summary, with the limitations of the present *in vitro* study, it can be concluded that the adhesion of the bulk-fill resin composite to dentin was favorable when preconditioning was performed using 18% EDTA followed by 35% H3PO4. In contrast, when both etchants were used separately, the bulk-fill resin composite showed similar bond strength values in both cases, but significantly lower compared to their sequential application.

**Author Contributions:** Conceptualization, E.A.-O. and C.C.-R.; Data curation, M.L.-C.; Formal analysis, F.S.-R., A.C.-P. and C.C.-R.; Funding acquisition, A.C.P.-V.; Investigation, E.A.-O. and F.S.-R.; Methodology, F.S.-R., C.L.-G., A.C.-P. and C.C.-R.; Project administration, M.L.-C. and C.C.-R.; Resources, A.C.P.-V., A.C.-P. and L.C.-G.; Supervision, C.L.-G.; Visualization, M.L.-C., A.C.P.-V. and L.C.-G.; Writing—original draft, E.A.-O., F.S.-R., C.L.-G., A.C.P.-V. and L.C.-G.; Writing—review and editing, C.L.-G., L.C.-G. and C.C.-R. All authors have read and agreed to the published version of the manuscript.

**Funding:** This research received no external funding.

**Institutional Review Board Statement:** This research respected the bioethical principles for medical research with human beings of the Declaration of Helsinki. This research was approved by the Ethics and Research Committee of the Universidad Privada San Juan Bautista with approval letter No. 1410-2023-CR1-UPSJB. The teeth obtained in the present investigation were donated by the patients, with prior informed consent.

**Informed Consent Statement:** Not applicable.

**Data Availability Statement:** The data presented in this study are available on request from the corresponding author.

**Acknowledgments:** We thank the team of the “Biomaterials” research line of the School of Stomatology of the Universidad Privada San Juan Bautista, Peru, for their constant support in the preparation of this manuscript.

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



## References

- Martini, E.; Parreiras, S.; Gutierrez, M.; Loguercio, A.; Reis, A. Effect of Different Protocols in Preconditioning With EDTA in Sclerotic Dentin and Enamel Before Universal Adhesives Applied in Self-etch Mode. *Cypr. Dent.* **2017**, *42*, 284–296.
- De Fiores, P.M.; Phelras, J.G.; Himeel, V.T.; De Rijk, W.G. Methacrylate Resin Adhesion in Root Canals Conditioned with Phosphoric Acid and Ethylenediaminetetraacetic Acid. *Eur. Endod. J.* **2017**, *2*, 1–6.
- Sebold, M.; André, C.B.; Ambrosano, G.M.B.; Nascimento, F.D.; Giannini, M. Bond strength and adhesive interface analysis using EDTA as a dentin conditioner. *Int. J. Adhes. Adhes.* **2017**, *77*, 157–163.
- Toledano, M.; Aguilera, F.S.; Osorio, E.; Cabello, I.; Toledano-Osorio, M.; Osorio, R. Bond Strength and Biocompatibility of Zn-Doped Dental Adhesives Promoted by Load Cycling. *Microw. Microanal.* **2014**, *21*, 214–230.
- Caço, C.; Llançari, L.; Merdasa, R.; Corvantes, L. Marginal filling and adhesive resistance of bulk fill resin applying 18% edta gel compared with 37% phosphoric acid gel in vitro dental conditioning. *J. Oral Res.* **2019**, *8*, 228–233. <https://doi.org/10.17126/orav.20191034>
- Kim, D.-S.; Park, S.H.; Choi, G.-W.; Choi, K.-K.; Kim, S.-Y. Effect of EDTA treatment on the hybrid layer durability in total-etch dentin adhesives. *Dent. Mater.* **2011**, *30*, 717–722. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2011.05.066>
- Jacques, P.; Hebling, J. Effect of dentin conditioners on the microtensile bond strength of a conventional and a self-etching primer adhesive system. *Dent. Mater.* **2009**, *23*, 105–109. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2003.12.004>
- de Moraes, I.Q.S.; Nascimento, T.G.D.; da Silva, A.T.; de Lira, L.M.S.S.; Pereira, A.; de Moraes Porto, L.C.C. Inhibition of matrix metalloproteinases: A troubleshooting for dentin adhesion. *Revista Dent. Endod.* **2020**, *45*, e31. <https://doi.org/10.5393/rde.2020.45.e31>
- Freira, V.; Aspin, N.; Apollonio, D.; Buono, R.; Tapia, G.; Bologna, R. Metalloproteinases (MMPs) of the extracellular matrix in Dentistry. *Dentohistology* **2016**, *18*, 25–29.
- Strobel, S.; Hellwig, E. The effects of matrix-metallo-proteinases and chitosanamine on the adhesive bond. *Swiss Dent. J.* **2013**, *123*, 134–140.
- Li, T.-T.; Sun, M.-M.; Kang, J.-T.; Sun, Z. Clinical research of EDTA pretreatment on the bonding strength of resin. *Shanghai kou qing yi xue - Shanghai J. Stomatol.* **2015**, *24*, 594–597.
- Ibrahim, I.M.; Elkassas, D.W.; Youssry, M.M. Effect of EDTA and Phosphoric Acid Pretreatment on the Bonding Effectiveness of Self-Etch Adhesives to Ground Enamel. *Eur. J. Dent.* **2008**, *04*, 418–428.
- Imbery, T.A.; Kennedy, M.; James, C.; Moor, P.C. Evaluating EDTA as a substitute for phosphoric acid-etching of enamel and dentin. *Gen. Dent.* **2012**, *60*, e55–e61.
- Sauro, S.; Mammocci, F.; Toledano, M.; Osorio, R.; Pashley, D.H.; Watson, T.F. EDTA or HDPG/NaOCl dentine treatments may increase hybrid layers' resistance to degradation: A microtensile bond strength and coronal micropermeability study. *J. Dent.* **2009**, *37*, 279–288. <https://doi.org/10.1016/j.jdent.2008.12.002>
- Etimahuzzahry, N.; Haniastuti, T.; Handayani, J. 37% Phosphoric Acid Induced Stronger Matrix Metalloproteinase-8 Expression of the Dental Pulp than 18% Ethylene Diamine Tetraacetic Acid. *J. Trop. Life Sci.* **2014**, *4*, 195–200.
- Vola, J. Metalloproteinase inhibitors, cross-linking agents and biomimetic remineralization influence in the adhesive bond longevity. Part I. *Acta Odontol.* **2014**, *17*, 10–21.
- Vola, J. Metalloproteinases inhibitors, cross-linking agents and biomimetic remineralization influence in the adhesive bond longevity. Part II. Cross-linking agents and biomimetic remineralization. *Acta Odontol.* **2013**, *12*, 6–13.
- Toledano, M.; Aguilera, F.S.; Sauro, S.; Cabello, I.; Osorio, E.; Osorio, R. Load cycling enhances bioactivity at the resin-dentin interface. *Dent. Mater.* **2014**, *30*, e189–e198.
- Sauro, S.; Toledano, M.; Aguilera, F.S.; Mammocci, F.; Pashley, D.H.; Tay, F.R.; Osorio, R. Resin-dentin bonds to EDTA-treated vs. acid-etched dentin using ethanol wet-bonding. *Dent. Mater.* **2010**, *26*, 368–379.
- Sauro, S.; Toledano, M.; Aguilera, F.S.; Mammocci, F.; Pashley, D.H.; Tay, F.R.; Watson, T.F.; Osorio, R. Resin-dentin bonds to EDTA-treated vs. acid-etched dentin using ethanol wet-bonding. Part II: Effects of mechanical cycling load on microtensile bond strengths. *Dent. Mater.* **2011**, *27*, 563–572. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2011.02.010>
- Bogra, P.; Kassar, S. Etching with EDTA—an in vitro study. *J. Indian Soc. Pediatr. Prev. Dent.* **2003**, *21*, 79–83.
- Carvalho, R.M.; Tay, F.; Sano, H.; Yoshitama, M.; Pashley, D.H. Long-term mechanical properties of EDTA-demineralized dentin matrix. *J. Adhes. Dent.* **2000**, *2*, 183–199.
- Fuentes, V.; Coballos, L.; Osorio, R.; Toledano, M.; Carvalho, R.M.; Pashley, D.H. Tensile strength and microhardness of treated human dentin. *Dent. Mater.* **2004**, *20*, 523–529.
- Lagae-Martinez, I.; Muñoz, M.A.; Mesa-Serrano, A.; Haas, V.; Reis, A.; Loguercio, A.D. Effect of EDTA conditioning on coronal restorations bonded with a self-etch adhesive: A randomized double-blind clinical trial. *J. Dent.* **2013**, *41*, 1175–1183.
- Mohammed Hassan, A.; Ali Gada, A.; Baroudi, K. The Effect of Different Disinfecting Agents on Bond Strength of Resin Composites. *Int. J. Dent.* **2014**, *2014*, 1–7.
- Cokerlund, A.; Iversen, B.; Blomlöf, J. Do intact collagen fibers increase dentin bond strength? *Scand. Dent. J.* **2002**, *26*, 159–166.
- Arshida, V.; Kumar, R.A.; Murthy, C.S.; Samuel, A. Extracellular matrix degradation by host matrix metalloproteinases in restorative dentistry and endodontics: An overview. *J. Oral Maxillofac. Pathol.* **2020**, *24*, 332–340. [https://doi.org/10.4103/jomfp.jomfp\\_24\\_20](https://doi.org/10.4103/jomfp.jomfp_24_20)

28. Krihnikadatta, J.; Datta, M.; Gopikrishna, V. CRIS Guidelines (Checklist for Reporting In-vitro Studies): A concept note on the need for standardized guidelines for improving quality and transparency in reporting in-vitro studies in experimental dental research. *J. Conserv. Dent.* **2014**, *17*, 301–304. <https://doi.org/10.4103/0972-0707.136238>.
29. Cayo-Rojas, C.F.; Hernández-Cuba, K.K.; Allaga-Martínez, A.S.; Ladera-Castañeda, M.I.; Cervantes-García, L.A. Microleakage in class II restorations of two bulk fill resin composites and a conventional nanohybrid resin composite: An in vitro study at 10,000 thermocycles. *BMC Oral Health* **2021**, *21*, 1–8. <https://doi.org/10.1186/s12903-021-01942-0>.
30. Cayo-Rojas, C.F.; Seto-Castro, L.; Castro-Monta, M.; Medrano-Crdonares, S.; López-Guerrero, C.; Córdova-Limaylla, N.; Brizuela-Vergel, G.; Ladera-Castañeda, M.; Cervantes-García, L. Level of knowledge about metalloproteinases in dental students close to graduate from three universities in Peruvian capital city. *Eur. J. Dent. Educ.* **2021**, *00*, 1–9. <https://doi.org/10.1111/eje.12748>.
31. Zhang, S.C.; Kern, M. The role of host derived dentinal matrix metalloproteinases in reducing dentin bonding of resin adhesives. *Int. J. Oral Sci.* **2009**, *1*, 165–176.
32. Deng, D.; Yang, H.; Guo, J.; Chen, X.; Zhang, W.; Huang, C. Effects of different artificial ageing methods on the degradation of adhesive–dentine interfaces. *J. Dent.* **2014**, *42*, 1577–1585. <https://doi.org/10.1016/j.jdent.2014.09.001>.
33. Sobota, V.P.A.; Silva, F.C.F.A.; Naka, F.; Mazzoni, A.; Cadornani, M.; Mazzoni, G.; Giannini, M.; Bruschi, L. Analysis of differential artificial ageing of the adhesive interface produced by a two-step etch-and-rinse adhesive. *Eur. J. Oral Sci.* **2009**, *127*, 618–624.
34. Camargo, M.A.; Marques, M.M.; de Cara, A.A. Morphological analysis of human and bovine dentine by scanning electron microscope investigation. *Arch. Oral Biol.* **2008**, *53*, 105–108.
35. Wang, Y.; Spencer, P. Analysis of acid-treated dentin smear debris and smear layers using confocal Raman microspectroscopy. *J. Biomed. Mater. Res.* **2002**, *60*, 300–308.
36. Kusuzaki, M.; Itoh, K.; Hisamitsu, H. Measurement of shear bond to intact dentin. *Dent. Mater.* **2010**, *29*, 199–205.
37. Hashimoto, M.; Ohno, H.; Kaga, M.; Endo, K.; Sano, H.; Oguchi, H. In vivo degradation of resin–dentin bonds in humans over 1 to 3 years. *J. Dent. Res.* **2000**, *6*, 1385–1391.
38. Yang, B.; Adelung, E.; Ludwig, K.; Böllmann, K.; Pashley, D.H.; Kern, M. Effect of structural change of collagen fibrils on the durability of dentin bonding. *Biomaterials* **2005**, *26*, 5021–5031. <https://doi.org/10.1016/j.biomaterials.2005.01.024>.
39. Erhardt, M.C.G.; Osorio, R.; Tolodaro, M. Dentin treatment with MMPs inhibitors does not alter bond strengths to caries-affected dentin. *J. Dent.* **2008**, *36*, 1068–1073.
40. Ivoclar Vivadent. Tetric N Bond. Scientific Documentation. 2016. Available online: <https://www.ivoclar.com/wp-content/uploads/2016/10/TetricN-Bond.pdf> (accessed on 14 May 2022).
41. Almahdy, A. Influence of Photodynamic therapy and different gingival retraction agents on bond integrity of composite to dentin. *Photodyn. Photodyn. Ther.* **2021**, *34*, 102269. <https://doi.org/10.1016/j.pdpdt.2021.102269>.
42. Fukuda, R.; Yoshida, Y.; Nakayama, Y.; Okazaki, M.; Ito, S.; Sano, H.; Suzuki, K.; Shintani, H.; Moorbeek, B. Bonding efficacy of polyalkenoic acids to hydroxyapatite, enamel and dentin. *Biomaterials* **2003**, *24*, 1861–1867.
43. Perdigão, J.; Lopes, M. Dentin bonding—Questions for the new millennium. *J. Adhes. Dent.* **1999**, *1*, 191–200.
44. Van Meerbeek, B.; Inokoshi, S.; Braem, M.; Lambrechts, P.; Vanherle, G. Morphological Aspects of the Resin–Dentin Interdiffusion Zone with Different Dentin Adhesive Systems. *J. Dent. Res.* **1992**, *71*, 2530–2540. <https://doi.org/10.1177/00220349920710081301>.
45. From Buonocore's Processing Acid-Etch Technique to Self-Adhering Restoratives: A Status Perspectives of Rapidly Advancing Dental Adhesive Technology. *J. Adhes. Dent.* **2020**, *22*, 7–34. <https://doi.org/10.3290/jad.a43994>.