

**UNIVERSIDADE FEDERAL DE JUIZ DE FORA
FACULDADE DE ODONTOLOGIA
PPG EM CLÍNICA ODONTOLÓGICA**

RAFAEL DE ALMEIDA SPINELLI PINTO

**EFEITO DE TRATAMENTOS DE SUPERFÍCIE E DA
TERMOCICLAGEM NA RESISTÊNCIA À MICROTRAÇÃO DE
MATERIAIS REFORÇADOS.**

Juiz de Fora

2018

RAFAEL DE ALMEIDA SPINELLI PINTO

**EFEITO DE TRATAMENTOS DE SUPERFÍCIE E DA
TERMOCICLAGEM NA RESISTÊNCIA À MICROTRAÇÃO DE
MATERIAIS REFORÇADOS.**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-graduação em Clínica Odontológica, da Faculdade de Odontologia da Universidade Federal de Juiz de Fora, como requisito parcial para obtenção do título de Mestre em Clínica Odontológica. Área de concentração em Clínica Odontológica.

Orientador: Prof^a Dra. Fabíola Pessôa Pereira Leite

Juiz de Fora

2018

AGRADECIMENTOS

À Deus e aos amigos espirituais, por nos conceder o amparo e energia constantes, essenciais em nossas vidas;

Aos meus pais Ricardo e Elisabete, e meu irmão Rodrigo, pelo amparo emocional, espiritual e pelo amor e incentivo em todos os momentos da minha vida;

À Carol, meu amor, por todo o incentivo, estímulo, paciência, dedicação, companheirismo e por estar sempre de mãos dadas em minha caminhada me fazendo alguém melhor;

À minha família, pelo apoio, confiança e incentivo tão importantes em minha vida;

À Prof. ^a Fabíola Leite, minha eterna orientadora, pela amizade, confiança, competência e pelas inúmeras e grandiosas oportunidades e incentivos ao aprimoramento científico e profissional;

Ao Prof. Rodrigo Othávio pela confiança, inestimável competência e pela oportunidade de fazer possível este trabalho;

Ao meu amigo Filipe Melo, que como um irmão, esteve ao meu lado em todos os momentos desta caminhada na qual crescemos e evoluímos juntos;

Ao doutorando e amigo Jean Miranda, pela parceria, paciência, confiança, dedicação e imensurável auxílio durante toda a caminhada;

Ao Prof. Ronaldo Carvalho por fazer parte da minha banca de Qualificação e realizar as análises estatísticas, além da enorme disponibilidade, incentivo e exemplo de dedicação;

Ao Prof. Estevão Kimpara, diretor da Faculdade de Odontologia de São José dos Campos – Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho”, UNESP, por todo o incentivo, confiança e receptividade;

À Thais Paradella e Márcio do Laboratório de Pesquisa de Materiais Dentários da Faculdade de Odontologia de São José dos Campos – Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho”, UNESP, pela confiança e ajuda imensurável na realização dos testes laboratoriais;

Ao Prof. João Paulo Machado do Laboratório Associado de Sensores e Materiais do Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais – INPE, por sua grande competência e disponibilidade;

Ao Prof. Júlio Brigolini por fazer parte da minha banca de Qualificação, pelas valiosas oportunidades de aprendizado e incentivo profissional;

Ao Prof. Rafael Pazinato pelas valiosas oportunidades de aprendizado e por estar sempre por perto apoiando, incentivando e inspirando minha caminhada;

Ao Prof. Leonardo Cunha pela amizade, disponibilidade e por todas as oportunidades sempre valiosíssimas de aprendizado;

Ao senhor Silvério e Carla Visentin do Laboratório Integrado de Pesquisas Odontológicas-UFJF, pela enorme disponibilidade, apoio e valioso auxílio ao longo de todo o trabalho;

Aos funcionários da secretaria do PPGCO - UFJF, Cláudio e Letícia, por toda a competência, paciência, disponibilidade e apoio;

Aos amigos e colegas de mestrado, em especial ao Arthur e Breno, pela amizade e grande apoio ao longo desta caminhada;

À Faculdade de Odontologia da UFJF em nome da diretora Maria das Graças Afonso Miranda Chaves;

Ao PPG em Clínica Odontológica da Faculdade de Odontologia da UFJF, em nome do Coordenador Antônio Márcio Resende do Carmo.

PINTO, R. A. S. **Efeito de Tratamentos de Superfície e da Termociclagem na Resistência à Microtração de Materiais Reforçados.** Juiz de Fora (MG), 2018. 73f. Monografia (Mestrado em Clínica Odontológica) – Faculdade de Odontologia, Universidade Federal de Juiz de Fora.

RESUMO

O recente desenvolvimento de materiais híbridos baseados na união de componentes cerâmicos e poliméricos para fresagem com a tecnologia *Computer-aided design and Computer-aided manufactured (CAD/CAM)*, associado ao limitado conhecimento sobre a influência do tratamento de superfície e dos princípios biomecânicos, torna relevante o estudo desses materiais para definir o correto protocolo de cimentação destas restaurações indiretas. **Objetivos:** O objetivo deste estudo foi avaliar o efeito de quatro tipos de tratamentos de superfície em três materiais reforçados na resistência à microtração após cimentação com cimento autoadesivo em dentina humana com ou sem envelhecimento hidrotérmico por Termociclagem. **Materiais e Métodos:** Foram estudados os materiais Lava Ultimate (3M ESPE - St. Paul, MN, EUA), VITA Enamic (Vita Zahnfabrik - Bad Sackingen, Alemanha) e IPS E.max CAD (Ivoclar Vivadent - Schaan Liechtenstein). Blocos de 0,4x1x1cm de cada material foram submetidos a 4 tipos de tratamentos de superfície: ácido hidrofúrico a 10% e silano, jateamento de óxido de alumínio (50 µm) e silano, jateamento com Rocatec® (30 µm) e silano, e Monobond Etch & Prime, e em seguida cimentados com cimento autocondicionante / autoadesivo (Rely X U200 3M ESPE - St. Paul, MN, EUA) em dentina humana. O conjunto foi cortado para obter palitos com dimensões de 1x1mm. Metade das amostras foi submetida à termociclagem e, posteriormente, ao teste de microtração. Adicionalmente, foram confeccionadas amostras para análises qualitativas, submetidas a perfilometria óptica, microscopia eletrônica de varredura (MEV) e espectrometria de energia dispersiva (EDS). Os dados obtidos foram submetidos às análises estatísticas de variância (ANOVA) e teste de comparação múltipla de Tukey. **Resultados:** Os testes mostraram uma diminuição estatisticamente significativa na resistência de união para o material VITA Enamic tratado com jateamento de óxido de alumínio após termociclagem e para Lava Ultimate tratada com ácido fluorídrico e Monobond Etch & Prime após termociclagem. **Conclusão:** A Termociclagem foi capaz de influenciar a resistência adesiva dos materiais. Os efeitos dos tratamentos de superfície, frente a resistência adesiva à microtração, são dependentes de cada material cerâmico.

Palavras-chave: Dissilicato de lítio, Resina nano cerâmica, Cerâmica infiltrada de polímeros.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 01 – Terceiro Molar fixado 1mm aquém da junção amelo-cementária.

Figura 02 – Exposição da dentina coronária.

Figura 03 – Lixamento para padronização da *smear layer*.

Figura 04 – Dimensões das pastilhas arredondadas.

Figura 05 – Dimensões das pastilhas sem arredondamento.

Figura 06 – Dispositivo para cimentação das pastilhas sobre os espécimes dentários.

Figura 07 – Cortes para obtenção dos corpos de prova para o teste de microtração

Figura 08 – Fixação dos corpos de prova.

Figura 09 – Ensaio de microtração (EMIC – DL1000).

Figura 10 – Classificação dos tipos de fratura após o teste de microtração.

Figura 11 – Perfilômetro óptico digital (LAS-INPE).

Figura 12 - Microscópio eletrônico de varredura (MEV-FEG) (LAS-INPE).

Figura 13 – Metalizadora (LAS-INPE).

Figura 14 – Espectrometro por Energia Dispersiva de Raios X (EDS) acoplado ao MEV (LAS-INPE).

Figura 15 – Perfilometria 3D do grupo EMX S.

Figura 16 – Perfilometria 3D do grupo EMX HF.

Figura 17 – Perfilometria 3D do grupo EMX MB.

Figura 18 – Perfilometria 3D do grupo EMX OX.

Figura 19 – Perfilometria 3D do grupo EMX ROC.

Figura 20 – Perfilometria 3D do grupo VE S.

Figura 21 – Perfilometria 3D do grupo VE HF.

Figura 22 – Perfilometria 3D do grupo VE MB.

Figura 23 – Perfilometria 3D do grupo VE OX.

Figura 24 – Perfilometria 3D do grupo VE ROC.

Figura 25 – Perfilometria 3D do grupo LU S.

Figura 26 – Perfilometria 3D do grupo LU HF.

Figura 27 – Perfilometria 3D do grupo LU MB.

Figura 28 – Perfilometria 3D do grupo LU OX.

Figura 29 – Perfilometria 3D do grupo LU ROC.

Figura 30 – EMX S (2.000x).

Figura 31 – MEV EMX HF (2.000x).

Figura 32 – EMX MB (2.000x).

Figura 33 – EMX OX (2.000x).

Figura 34 – EMX ROC (2.000x).

Figura 35 – VE S (2.000x).

Figura 36 – VE HF (2.000x).

Figura 37 – VE MB (500x).

Figura 38 – VE OX (2.000x).

Figura 39 – VE ROC (2.000x).

Figura 40 – LU S (2.000x).

Figura 41 – LU HF (2.000x).

Figura 42 – LU MB (10.000x).

Figura 43 – LU OX(2.000x).

Figura 44 – LU ROC (2.000x).

Figura 45 - Exemplos de falhas Mistas observadas ao MEV (200x). (A e B: VE HF10% s/ TC; C e D: LU Monobond c/ TC).

Figura 46 - Exemplos de falhas predominantemente adesivas observadas ao MEV (200x). (A e B: EMX Rocatec c/ TC; C e D: LU Rocatec s/ TC).

LISTA DE TABELAS

Tabela 01 - Nomes comerciais, tipos de material, fabricantes e lotes dos produtos utilizados nos experimentos.

Tabela 02 - Resultados da estatística descritiva para os valores de Perfilometria do material IPS E.max CAD (nm).

Tabela 03 - Resultados da estatística descritiva para os valores de Perfilometria do material VITA ENAMIC (nm).

Tabela 04 - Resultados da estatística descritiva para os valores de Perfilometria do material LAVA Ultimate (nm).

Tabela 05 - Resultados do teste Tukey, para os valores de Perfilometria, quando realizada a Comparação entre tratamentos de superfície de uma mesma cerâmica (por coluna).

Tabela 06 - Resultados do teste Tukey, para os valores de Perfilometria, quando realizada a comparação entre diferentes materiais cerâmicos, considerando cada um dos tratamentos de superfície (por linha).

Tabela 07 - Número e porcentagem de amostras que sofreram falha pré-teste e quantidades de amostras testadas do material IPS E.max CAD.

Tabela 08 - Número e porcentagem de amostras que sofreram falha pré-teste e quantidades de amostras testadas do material VITA Enamic.

Tabela 09 - Número e porcentagem de amostras que sofreram falha pré-teste e quantidades de amostras testadas do material LAVA Ultimate.

Tabela 10 - Estatística descritiva de cada tratamento de superfície sem ou com TC para o grupo IPS E. max CAD.

Tabela 11 - Estatística descritiva de cada tratamento de superfície sem ou com TC para o grupo VITA Enamic.

Tabela 12 - Estatística descritiva de cada tratamento de superfície sem ou com TC para o grupo Lava Ultimate.

Tabela 13 - Comparação entre os grupos E.max submetidos e não submetidos à TC para um mesmo tratamento de superfície ($p < 0,05$).

Tabela 14 - Resultados do teste Dunn, para os valores de Microtração do material E.max, quando comparados entre os tratamentos de superfície sem ou com TC por coluna.

Tabela 15 - Comparação entre os grupos Enamic submetidos e não submetidos à TC para um mesmo tratamento de superfície ($p < 0,05$).

Tabela 16 - Comparação entre os grupos LAVA submetidos e não submetidos à TC para um mesmo tratamento de superfície ($p < 0,05$).

Tabela 17 - Resultados do teste Turkey, para os valores de Microtração, quando comparados entre os tratamentos de superfície sem ou com TC no material VITA Enamic, por coluna.

Tabela 18 - Resultados do teste Turkey, para os valores de Microtração, quando comparados entre os tratamentos de superfície sem ou com TC no material Lava Ultimate, por coluna.

Tabela 19 - Volume em peso (%) dos elementos químicos presentes no material IPS E.max CAD através do EDS.

Tabela 20 - Volume em peso (%) dos elementos químicos presentes no material VITA Enamic através do EDS.

Tabela 21 - Volume em peso (%) dos elementos químicos presentes no material Lava Ultimate através do EDS.

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

CAD/CAM – “*Computer-aided-design, computer-aided-manufacturing*”.

EMX - IPS E.max CAD

VE - Vita Enamic

LU - Lava Ultimate

μ TBS - Teste de Resistência à Microtração.

FO/ UFJF - Faculdade de Odontologia da Universidade Federal de Juiz de Fora.

M1 - Primeiro momento.

M2 - Segundo momento.

MPa – Megapascal.

TC – Termociclagem.

S - Grupos sem tratamento de superfície.

HF - Grupos submetidos ao ácido hidrófluorídrico a 10%.

MB - Grupo submetido ao Monobond Etch and Prime.

OX - Grupos submetidos à jateamento com óxido de alumínio.

ROC - Grupo submetido à jateamento com Rocatec®.

MEV - Microscopia eletrônica de varredura.

EDS - Espectrometria por Energia Dispersiva de Raios X.

LAS-INPE - Laboratório Associados de Sensores do Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais.

FPT - Falha pré-teste.

CP - Corpos de prova.

Zr – Zircônia

O – Oxigênio

Al – Alumínio

C – Carbono

Na – Sódio

Si – Silício

K – Potássio

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO	13
2. PROPOSIÇÃO	16
3. MATERIAIS E MÉTODOS	17
3.1 Preparação dos espécimes dentários	17
3.2 Materiais Utilizados.....	19
3.3 Preparação dos Materiais Cerâmicos.....	19
3.4 Tratamento das superfícies.....	21
3.5 Procedimentos de Cimentação.....	22
3.6 Obtenção dos espécimes para o teste de Microtração	23
3.7 Termociclagem.....	24
3.8 Teste de Resistência à Microtração.....	24
3.9 Análises complementares.....	26
3.10 Análises estatísticas.....	29
4. RESULTADOS	30
4.1 Perfilometria	30
4.2 Microscopia eletrônica de varredura	34
4.3 Teste de Resistência à Microtração	38
4.4 Análise de modos de Falha	42
4.5 Espectrometria por energia dispersiva	44
5. DISCUSSÃO.....	45
6. CONSIDERAÇÕES FINAIS	50
REFERÊNCIAS	51
Apêndice A: Artigo (Revista JPD)	56
Apêndice A: Aprovação do Comitê de Ética (CEP/UFJF)	73

1. INTRODUÇÃO

Atualmente, a grande exigência estética e a busca por restaurações duradouras por parte dos pacientes, unida aos avanços dos materiais odontológicos para promover maior biocompatibilidade, resistência e durabilidade, vêm tornando as resinas compostas e as cerâmicas, os materiais de escolha para restaurações indiretas (KASSOTAKIS et al., 2015; GÜNGÖR et al., 2016).

O contínuo desenvolvimento dos materiais dentários e dispositivos tecnológicos vêm proporcionando maiores opções de confecção de restaurações indiretas pelos cirurgiões dentistas. A tecnologia “*Computer-aided-design, computer-aided-manufacturing*” (CAD-CAM), através de impressões ópticas intra e extra-orais, promove melhores resultados em termos de precisão, forma anatômica e adaptação das restaurações através de um dispositivo eletrônico de fresagem de blocos de diversos materiais, pelo comando de softwares simples de se utilizar. Além disso, o processamento destes materiais possibilita a redução de defeitos comparado ao processo manual (KASSOTAKIS et al., 2015; PARK e CHOI, 2016; WENDLER et al., 2016).

Atualmente, as mais recentes gerações de materiais à base de resinas compostas para CAD/CAM fazem o uso da nano-tecnologia por meio da adição de partículas de cerâmicas nanométricas, além de serem confeccionadas sob condições favoráveis, garantindo boas propriedades mecânicas e estéticas. Estes materiais permitem, ainda, tratamento prévio para adequada cimentação e são fáceis de ajustar, polir e reparar (ELSAKA, 2014; KASSOTAKIS et al., 2015; PARK E CHOI, 2016; WENDLER et al., 2016).

Termos como “Cerâmicas Híbridas, “Cerâmicas infiltradas por polímeros” ou “Resinas nano-cerâmicas” vêm sendo utilizados para nomear estes recentes materiais restauradores desenvolvidos para CAD/CAM. Esta nomenclatura se deve à sua composição microestrutural, que combinam as vantagens das cerâmicas e dos polímeros (CHEN et al., 2014; BADAWI et al., 2016; BELLI et al., 2016).

As cerâmicas infiltradas por polímeros consistem predominantemente por uma fase cerâmica reforçada por uma fase polimérica, as quais se penetram fortemente, configurando propriedades mecânicas semelhantes à estrutura dentária humana

(DELLA BONA A., CORAZZA B. P. H. e ZHANG Y. 2014; ELSAKA, 2014; EL ZHAWIA et al., 2016).

Os materiais Lava Ultimate (LU) (3M ESPE, St. Paul, MN, USA), e Vita Enamic (VE) (Vita Zahnfabrik; Bad Sackingen, Germany), são materiais híbridos pela interação de componentes cerâmicos e poliméricos em sua composição. No entanto, por serem fabricados de forma diferente, podem apresentar comportamentos diferentes (BELLI et al., 2016).

O VE é um material composto de cerâmica infiltrada por polímeros, contendo uma fase de vidro reforçada (86% de cerâmica inorgânica, de acordo com o fabricante) e uma fase polimérica (14% de conteúdo de polímero orgânico; dimetacrilato de uretano e dimetacrilato de tri-etilenoglicol), formando uma estrutura de rede dupla com uma estrutura cerâmica porosa presente numa matriz cerâmica sinterizada. Estes poros são preenchidos e assim reforçados com um material polimérico após a aplicação de um agente de união (BADAWI et al., 2016; BELLI et al., 2016; PEUMANS et al. 2016).

O material LU é considerado uma resina nanocerâmica com base no produto FiltekSupreme Ultra polimerizável (3M, St. Paul, MN, EUA), contendo sílica coloidal nanométrica dispersa e partículas esféricas de zircônia na forma aglomerada e não aglomerada (80% em peso, 65% em volume), incorporado numa resina de dimetacrilato, sendo pré-polimerizado industrialmente em forma de bloco sob condições ideais de temperatura e pressão, possuindo módulo de elasticidade semelhante à dentina, em torno de 12.8 GPa (BADAWI et al., 2016; BELLI et al., 2016; KREJCI et al., 2016; PARK E CHOI, 2016; PEUMANS et al., 2016).

O tratamento de superfície adequado das restaurações indiretas CAD/CAM desempenha um papel fundamental em seu processo de união ao cimento resinoso, representado uma questão desafiadora, uma vez que as interfaces de ligação possuem características individuais específicas, exercendo influência direta no comportamento clínico e longevidade da restauração (PISANI-PROENÇA et al., 2011; ELSAKA, 2014; KASSOTAKIS et al., 2015; SPITZNAGEL et al., 2016; PARK E CHOI, 2016).

É crucial que a união adesiva apresente longevidade para proporcionar alta retenção, prevenção de microinfiltrações e melhora da adaptação marginal entre dente e a restauração. Esta adesão é dependente de uma forte ligação química entre o cimento e a restauração, produzida por um tratamento de superfície da peça que promove rugosidades, aumentando a área de superfície e produzindo um

embricamento químico e micromecânico. As técnicas atuais para se produzir essas rugosidades incluem abrasão com instrumentos rotatórios, abrasão por jateamento, corrosão ácida ou combinação destas técnicas (KREJCI et al., 2016; PARK E CHOI, 2016; LOOMANSA, 2017).

A possibilidade de se confeccionar e/ou seccionar diferentes formatos de peças a partir dos blocos usados em CAD/CAM beneficia a realização de testes laboratoriais diferenciados e com alta relevância clínica, podendo, ainda, servir como controle de qualidade destes materiais (WENDLER et al., 2016).

Variados métodos são utilizados para medir a resistência adesiva dos materiais, como os testes de cisalhamento, microcisalhamento, tração, microtração. (MAROCHO et al., 2013; ABOUSHELIBA e SLEEM, 2014; AWADA e NATHANSON, 2015). As vantagens do teste de tração incluem a menor quantidade de material utilizado e obtenção da distribuição das tensões durante carga em relação ao teste de cisalhamento. Por outro lado, o teste de microtração (μ TBS) proporciona uma avaliação mais consistente dos valores de resistência adesiva e da distribuição das tensões com conseqüente diminuição de falhas coesivas (TIAN et al., 2014; EL-DEEB, EL-AZIZ e MOBARAK, 2015; MAENOSONO et al., 2015; PARK e CHOI, 2016).

Torna-se essencial a melhora da resistência adesiva entre os materiais restauradores indiretos e os cimentos, visto que a cimentação é um dos principais fatores no sucesso das próteses fixas (CEKIC-NAGAS et al., 2016; PEUMANS et al., 2016; EGILMEZ et al., 2017). Nesse sentido, a correta seleção do tratamento de superfície unido aos cimentos adequados e princípios biomecânicos assume importância significativa na cimentação de restaurações indiretas. Portanto, o objetivo do presente estudo foi avaliar o efeito de 4 tratamentos de superfície e a alteração de rugosidade superficial de três materiais reforçados cimentados em dentina humana, sobre a resistência adesiva à microtração, com e sem envelhecimento hidrotérmico por termociclagem.

2. PROPOSIÇÃO

O objetivo deste estudo foi avaliar o efeito de 4 tipos de tratamentos de superfície e a alteração de rugosidade superficial em três materiais reforçados sobre a resistência adesiva à microtração após cimentação com um cimento resinoso autocondicionante/ autoadesivo à dentina humana com ou sem envelhecimento hidrotérmico por Termociclagem.

Desta forma, frente aos objetivos deste estudo, as hipóteses são:

1. Os tratamentos de superfície alteram a rugosidade superficial dos materiais;
2. Os efeitos dos tratamentos de superfície, frente ao cimento resinoso e ao teste de microtração, são dependentes de cada material cerâmico;
3. A resistência à microtração é influenciada por cada tratamento de superfície empregado e pela termociclagem;

3. MATERIAIS E MÉTODOS

Após submissão e aprovação do Comitê de Ética em Pesquisa da Universidade Federal de Juiz de Fora (CEP-UFJF) sob o parecer de número 2.338.199, foi seguida a seguinte metodologia:

3.1 Preparação dos blocos dentários:

Foram utilizados 96 terceiros molares humanos hígidos, extraídos, coletados no Banco de Dentes Humanos da Faculdade de Odontologia da Universidade Federal de Juiz de Fora (FO/ UFJF), os quais foram inicialmente higienizados com ponta ultrassônica (Tip 01 Perio supra - PROFI II, Dabi Atlante, Brasil) até remoção completa de cálculos presentes e polimento com escova de Robinson (American Burs - Brasil) e pasta de pedra pomes (ASFER, Brasil) com água, sendo, em seguida armazenados em recipiente com água destilada e solução de timol 0,1%, sob refrigeração de 4°C, por 24 horas, para desinfecção.

Todos os dentes foram fixados em resina acrílica auto polimerizável incolor (Jet - Artigos Odontológicos Clássico Ltda), vertida no interior de cilindros de PVC com 25mm de diâmetro até 1mm aquém do nível da junção amelo-cementária, com o longo eixo do dente vertical e perpendicular à base do cilindro, (Figura 01).



Figura 01. – Terceiro Molar fixado 1mm aquém da junção amelo-cementária.

Após a fixação dos dentes, as faces oclusais foram cortadas 2 mm abaixo do sulco principal de cada terceiro molar em cortadeira de precisão (IsoMet® 1000 Precision Saw, Buehler, Lake Buff – IL, EUA), com disco de corte diamantado Extec High Concentration (Extec, Enfield – CT, EUA), expondo a dentina da porção coronária. Em seguida foram utilizadas lixas de granulação 320 e 600, respectivamente, durante 30s para a planificação da dentina e padronização da camada superficial agregada (smear layer), (ARMSTRONG et al., 2016), (Figuras 02 e 03).

Após estes procedimentos, as amostras foram reservadas em recipientes plásticos com água destilada, por 24 horas em estufa, à temperatura de 37°C até a realização dos procedimentos de cimentação.



Figura 02. – Exposição da dentina coronária.

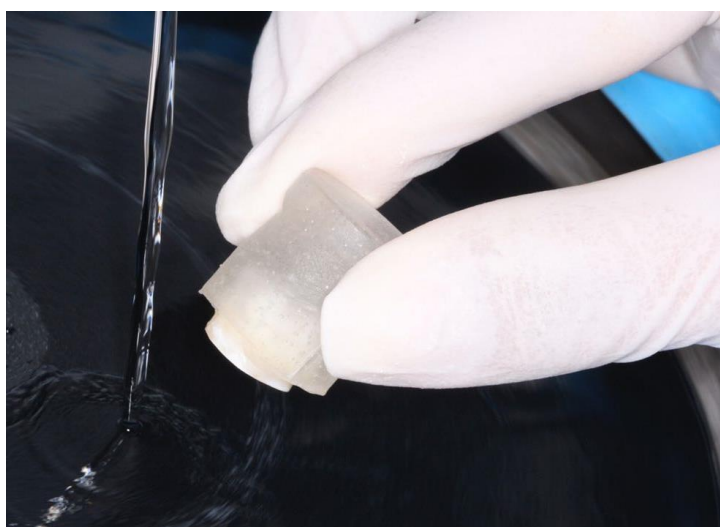


Figura 03. – Lixamento para padronização da smear layer.

3.2 Materiais Utilizados:

Os materiais utilizados neste estudo, bem como suas respectivas marcas comerciais, fabricantes e lotes estão apresentados na tabela 1.

Marca Comercial	Tipo de material	Fabricante	Lote
LAVA Ultimate	Resina Nano Cerâmica	3M ESPE	1716000547
Vita Enamic	Cerâmica infiltrada por polímeros	Vita Zahnfabrik	41720
IPS E.max CAD	Cerâmica reforçada por Dissilicato de Lítio	Ivoclar Vivadent	W04573
Rely X Ceramic Primer	Silano	3M ESPE	N822741
Condac Porcelana	Ácido Hidrofluorídrico a 10%	FGM	040417
Monobond etch and prime	Primer cerâmico	Ivoclar Vivadent	V09353
Óxido de Alumínio – Bio-Art	Pó de Óxido de Alumínio (50nm)	Bio Art	50390
Rely X U200	Cimento resinoso autocondicionante/ autoadesivo	3M ESPE	1712800139
Rocatec Soft	Óxido de Alumínio revestido por sílica	3M ESPE	388318

Tabela 01: Nomes comerciais, tipos de material, fabricantes e lotes dos produtos utilizados nos experimentos.

3.3 Preparação dos Materiais Restauradores:

Foram utilizados 10 blocos de cada material, LU (n=10) (3M ESPE - St. Paul, MN, USA), VE (n=10) (Vita Zahnfabrik - Bad Sackingen, Germany) e IPS E.max CAD (EMX) (n=10) (Ivoclar Vivadent – Schaan Liechtenstein), o qual serviu de parâmetro comparativo de uma cerâmica com padrão de tratamento de superfície bem estabelecido pela literatura em relação aos dois primeiros materiais (cerâmicas híbridas).

Em primeiro momento (M1) com o objetivo de se criar espécimes para análises qualitativas, 2 blocos de cada um dos materiais (n=6) foram arredondados com lixas d'água de granulação #180 sob irrigação em politriz EcoMet® 250 Grinder Polisher (Buehler, Lake Buff – IL, EUA) formando cilindros. Para isso a própria haste metálica dos blocos foi utilizada como padronização do diâmetro dos espécimes, resultando em cilindros de 12 mm de diâmetro. Em seguida, cada um dos cilindros foram cortados em cortadeira de precisão (IsoMet® 1000 Precision Saw, Buehler, Lake Buff – IL,

EUA), com disco de corte diamantado Extec High Concentration (Extec, Enfield – CT, EUA) gerando vinte discos com dimensões de 12 x 1,3 mm de cada um dos materiais (n=60). Os dois lados dos discos foram regularizados com lixas de óxido de alumínio (lixa d'água) de granulação #180 e #600 e receberam acabamento com granulação #1200 (Norton Saint-Gobain, São Paulo, Brasil) atingindo a dimensão padrão de 12 x 1,2 seguindo a norma ISO 6872, (Figura 04).



Figura 04. – Dimensões das pastilhas arredondadas.

Em segundo momento (M2), foram utilizados 8 blocos de cada material, que após cortados, nas mesmas condições descritas anteriormente, porém sem arredondamento e com dimensões de 15 x 15 x 4 mm, seguindo a norma ISO/ TS 11405 (Figura 05), geraram um total de 32 pastilhas por material (n=96), para cimentação nos dentes e posterior execução do teste μ TBS.

Como etapa necessária para o material EMX, as pastilhas geradas em M1 e M2, foram cristalizadas em forno Programat EP 5000 (Ivoclar Vivadent – Schaan, Liechtenstein) sob temperatura máxima de 840°C durante um ciclo de 7 minutos.



Figura 05. – Dimensões das pastilhas sem arredondamento.

3.4 Tratamentos de superfície:

Imediatamente antes de cada tratamento de superfície, as pastilhas de cada um dos materiais foram lavadas em banho ultrassônico (Lavadora Ultrassônica Cristófoli – Paraná – Brasil) com álcool isopropílico (Farmácia de Homeopatia e Manipulação – Juiz de Fora – MG – Brasil) durante oito minutos.

Para M1, as 20 pastilhas dos materiais VE, LU e EMX foram divididas em 4 grupos (n=5) de acordo com cada tratamento de superfície, sendo que em cada grupo, 03 pastilhas foram selecionadas aleatoriamente para o tratamento de superfície, 01 para análise sem tratamento e 01 como reserva. Para M2, as 32 pastilhas de cada material foram igualmente divididas em 4 grupos, totalizando 8 pastilhas por tratamento de superfície.

3.4.1 Grupos sem tratamento de superfície (S):

Um disco de cada material de M1 não recebeu tratamento de superfície com o objetivo de estabelecer padrão comparativo nos testes qualitativos (grupo controle).

3.4.2 Grupos submetidos ao ácido hidrofúorídrico a 10% (HF):

Três discos de cada material de M1 e 08 pastilhas de M2 receberam aplicação de ácido hidrofúorídrico 10%, durante 20s para EMX e 30s para VE e LU (segundo recomendação dos fabricantes) e em seguida lavadas com spray de ar e água pelo dobro do tempo do condicionamento. Em seguida foi aplicado 1 camada de silano RelyX Ceramic Primer com uso de um Microbrush (Vigodent, Brasil) por 60 segundos.

3.4.3 Grupo submetido ao Monobond Etch and Prime (MB):

Três discos de cada material de M1 e 08 pastilhas de M2 receberam aplicação ativa de Monobond Etch and Prime, durante 20s. Foi aguardado um período de 40s e, em seguida lavadas com spray de ar e água pelo dobro do tempo do condicionamento. Pelas propriedades deste agente condicionante e recomendações do fabricante, não foi utilizado o agente silano.

3.4.4 Grupos submetidos ao jateamento com óxido de alumínio (OX):

Três discos de cada material de M1 e 08 pastilhas de M2 receberam jateamento com óxido de alumínio (50 μm) por 10s a uma distância de 1,5cm e angulação de 45° através do jateador Dento-Prep™ (RØNVIG A/S) com pressão de 2,8 bar. Em seguida foi feita limpeza com jato de ar para remoção de partículas soltas. Logo após, receberam aplicação de silano RelyX Ceramic Primer com uso de um Microbrush (Vigodent, Brasil) por 60 segundos.

3.4.5 Grupo submetido à jateamento com Rocatec® (ROC):

Três discos de cada material de M1 e 08 pastilhas de M2 receberam jateamento com Rocatec® (30 μm) por 10s a uma distância de 1,5cm e angulação de 45° através do jateador Dento-Prep™ (RØNVIG A/S) com pressão de 2,8 bar. Em seguida foi feita limpeza com jato de ar para remoção de partículas soltas. Logo após, receberam aplicação de silano RelyX Ceramic Primer com uso de um Microbrush (Vigodent, Brasil) por 60 segundos.

3.5 Procedimento de Cimentação:

Para a cimentação das pastilhas confeccionados em M2 foi utilizado o cimento autocondicionante/ autoadesivo Rely X U200 (3M ESPE - St. Paul, MN, USA), manipulado de acordo com as recomendações do fabricante. Após aplicação do cimento sobre cada pastilha com o auxílio de uma espátula de metal, o conjunto pastilha/ cimento foi cuidadosamente posicionado sobre cada bloco dentário e submetido a uma pressão produzida por um peso de 750g através de um dispositivo específico para esse fim, promovendo espalhamento e homogeneização da película de cimento, (Figura 06). Após remoção dos excessos de cimento com Microbrush, o material foi fotoativado por 20s em cada uma das faces do conjunto através de dispositivo fotopolimerizador VALO (Ultradent – South Jordan, UT, USA) com intensidade de 1400mW/cm². O conjunto foi armazenado em água destilada em estufa (Olidex - Ribeirão Preto, São Paulo, Brasil) sob temperatura de 37°C por um período de 24h antes da obtenção dos espécimes para o teste de microtração.

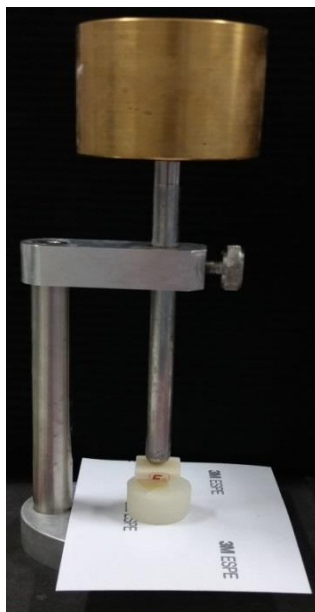


Figura 06. – Dispositivo para cimentação das pastilhas sobre os espécimes dentários.

3.6 Obtenção dos espécimes para o teste de Microtração:

Após armazenagem, as amostras cimentadas foram secas com jatos de ar e em seguida, fixados em um dispositivo metálico de base plana adaptável à máquina de cortes (Isomet™ 1000 – Buehler, Lake Bluff, IL, EUA). Foram realizados cortes paralelos e seriados primeiramente no sentido méso-distal com distância de 1,3 mm (para descontar a espessura de 0,3mm do disco de corte), totalizando uma média de 6 cortes. Em seguida, a base metálica foi posicionada em 90°, em relação ao primeiro seccionamento, e 6 novos cortes foram realizados no sentido vestibulo-lingual, obtendo-se espécimes em forma de palitos com espessura de aproximadamente 1 mm², (Figura 07). Em seguida, um corte no sentido perpendicular ao longo eixo das amostras separou a base acrílica do conjunto dente/cimento/cerâmica. Os espécimes obtidos da porção periférica de cada bloco cerâmico foram descartados, para assegurar a padronização de espessura do cimento e a não cimentação em esmalte. A área de cada palito foi registrada com o auxílio de um paquímetro digital para posterior obtenção dos valores de resistência microtração. Os corpos de prova selecionados foram armazenados em recipientes plásticos com água destilada em estufa a 37°C, por 24 horas.

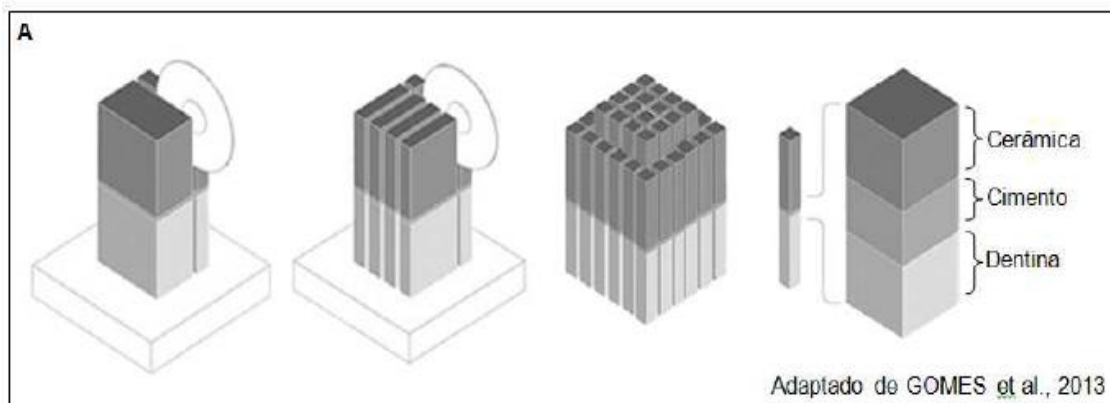


Figura 07. – Cortes para obtenção dos espécimes para o teste de microtração.

3.7 Termociclagem (TC):

Metade dos espécimes obtidos de cada grupo foram selecionados aleatoriamente para simulação de envelhecimento hidrotérmico pela TC. Os espécimes de cada grupo foram envoltos separadamente por tecido delgado, que permitisse a passagem de água, e em seguida amarrados com elásticos. Foi selecionado uma cor de tecido diferente para cada material, assim como elásticos de cores diferentes para cada grupo de tratamento de superfície de modo a capacitar a identificação correta dos grupos após TC. Os grupos foram fixados no recipiente metálico de uma Termocicladora (521-D – Ethik Technology/ Nova Ética – Vargem Grande Paulista - SP) e submetidos a 10.000 ciclos alternados em água destilada a 55°C e 5°C por 30s cada, com intervalo de troca de 5s.

A outra metade dos espécimes não submetidas à TC foi imediatamente encaminhada para o teste de microtração.

3.8 Teste de Resistência à Microtração (μ TBS):

Para o teste de resistência à microtração os corpos de prova envelhecidos e não envelhecidos termicamente, dos diferentes materiais e tratamentos de superfícies foram agrupados separadamente e em seguida foram fixados individualmente, o mais paralelo possível ao longo eixo de um dispositivo metálico específico para o teste de microtração, através de um adesivo à base de cianoacrilato (Loctite Super Bonder Gel Control, Henkel Ltda, São Paulo, Brasil), em ambas as extremidade de cada corpo de prova, de modo que a interface adesiva permanecesse posicionada

perpendicularmente ao eixo longitudinal do dispositivo de microtração (Figura 08). O conjunto foi posicionado na máquina universal de testes (EMIC, DL-1000 - São José dos Pinhais/PR, Brasil), sendo os ensaios realizados com célula de carga de 20N (2Kgf) (INSTRON) e padronização da velocidade de movimento de 0,5 mm/minuto, segundo padrão ISO TR 11405 (Figura 09).



Figura 08. – Fixação dos corpos de prova.

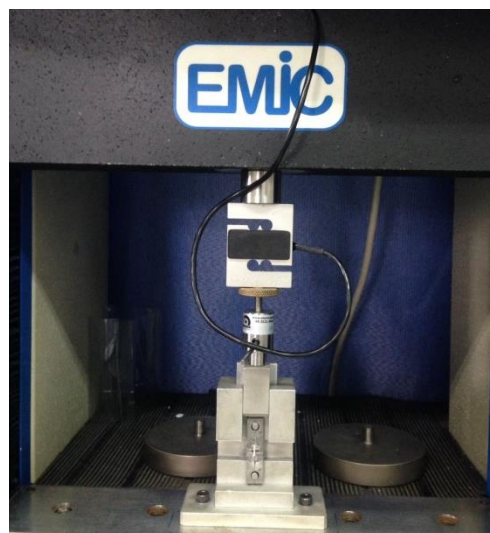


Figura 09. – Ensaio de microtração (EMIC – DL1000)

Após o acionamento da máquina até o momento da ruptura da união, os valores referentes à resistência de ruptura de cada corpo de prova foram calculados automaticamente pelo software da máquina a partir da razão entre força máxima (Kgf) e área transversal da interface adesiva (mm^2) previamente fornecida, obtendo-se valores em megapascal (MPa).

3.8.1 Análise da Fratura:

Após o ensaio mecânico de microtração foi efetuada a análise do padrão das fraturas, em todos os espécimes, com auxílio de uma lupa estereocópica (Carl Zeiss - Brasil) com aumento de quarenta vezes, determinando fraturas classificadas da seguinte forma, (Figura 10):

- Fraturas Adesivas (A): rompimento da união à nível da interface dentina/ cimento resinoso ou cerâmica/ cimento resinoso.
- Fraturas Coesivas (C): rompimento da união à nível do tecido dentinário ou do cimento ou da cerâmica.
- Fraturas Mistas (M): ocorrência mútua de fraturas coesiva e adesiva na mesma amostra.

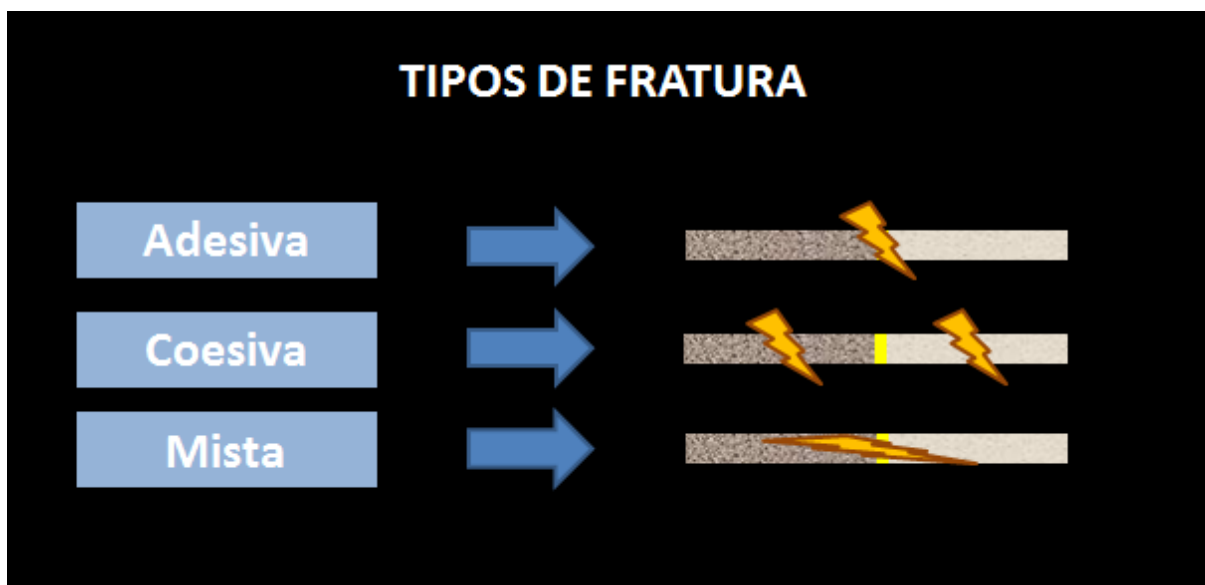


Figura 10. – Classificação dos tipos de fratura após o teste de microtração.

3.9 Análises complementares:

Para caracterização superficial e cristalográfica, foram realizadas análises complementares nos espécimes preparados em M1. As amostras analisadas não foram submetidas à ciclagem térmica. Todas as análises qualitativas referentes foram realizadas no Laboratório Associados de Sensores do Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais (LAS-INPE - São José dos Campos – SP).

3.9.1 Perfilometria:

As amostras preparadas em M1 foram utilizadas para avaliação da morfologia superficial, através do perfilômetro óptico digital (Wyko, NT 1100, Veeco - Tucson, USA), conectado a um PC com software de imagem (Vision 32, Veeco – Tucson, USA) para realização de micrografia de superfície (análise qualitativa da geometria tridimensional - 3D) e mensuração da rugosidade superficial, (Figura 11).

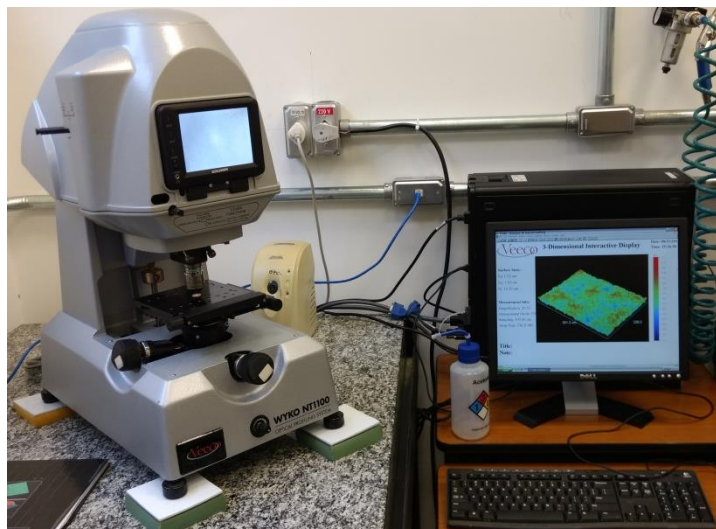


Figura 11 – Perfilômetro óptico digital (LAS-INPE).

3.9.2 Microscopia eletrônica de varredura (MEV):

Para a análise visual da superfície microscópica das amostras antes e após os tratamentos de superfície, foi utilizado um Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV-FEG) TESCAN (MIRA3 – Kohoutovice/ República Tcheca) em alto vácuo com auxílio de detector de elétrons secundários ETD, com aumentos de 100, 500, 2.000, 5000 e 10.000x, (Figura 12).



Figura 12 - Microscópio eletrônico de varredura (MEV-FEG) (LAS-INPE).

Para isto as amostras foram lavadas em banho ultrassônico (Lavadora Ultrassônica Cristófoli - Paraná, Brasil) com álcool 70% (Álcool Santa Cruz Ltda. –

Guarulhos, São Paulo, Brasil) durante oito minutos, seguida de limpeza com acetona 60% (Acetona Mithaza – R.T.R. Volante – EPP – Taquaritinga, São Paulo, Brasil) pelo mesmo tempo. As amostras foram secas por papel absorvente e em seguida, posicionadas em uma plataforma de alumínio (*stub*) específica do equipamento, com auxílio de uma fita condutora dupla face de carbono para então serem metalizadas em metalizadora Desk II (Denton Vacuum – Moorestown – NJ, USA), recebendo uma camada de 12 nm de liga de ouro para conseguinte realização da microscopia, (Figura 13).



Figura 13 – Metalizadora (LAS-INPE).

3.9.3 Espectrometria por Energia Dispersiva de Raios X (EDS):

Esta técnica foi utilizada para análise dos elementos químicos presentes na superfície dos materiais. Baseia-se na análise das energias características de Raios X emitidos por cada elemento que compõem a amostra, como resultado da incidência de um feixe de elétrons na superfície desta amostra. O espectrômetro EDS trabalha acoplado ao microscópio eletrônico de varredura (MEV) utilizado para as análises.

A espectroscopia por dispersão de energia foi realizada utilizando-se MEV TESCAN (MIRA3 – Kohoutovice/ República Tcheca) e utilizando o sistema EDS X-Max^N (Oxford Instruments – United Kingdom), (Figura 14). As leituras de cada amostra foram realizadas a uma distância de trabalho de 12 mm e 20 kV de voltagem de aceleração. Não foi realizada aplicação de cobertura condutora nas amostras. Para cada área mensurada da amostra (1mm²) os principais elementos foram analisados com *real time* de 100 segundos.

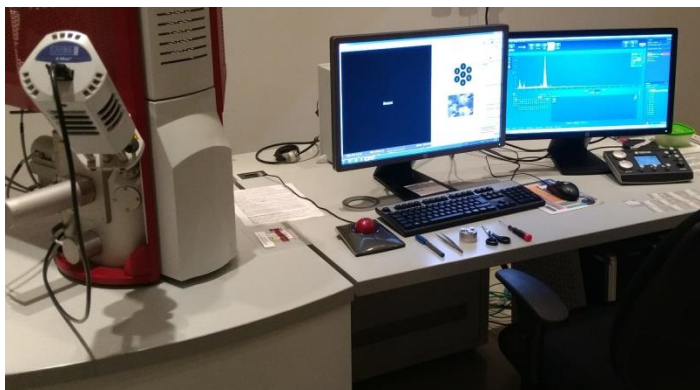


Figura 14 – Espectrometro por Energia Dispersiva de Raios X (EDS) acoplado ao MEV (LAS-INPE)

3.10 Análises estatísticas:

Os valores numéricos obtidos por meio da perfilometria óptica foram submetidos à análise estatística descritiva (média e desvio padrão) e ao modelo estatístico da análise de variância (ANOVA 1-fator) e teste de comparações múltiplas de Tukey (5%) a fim de se comparar as diferenças estatísticas entre os grupos.

Os valores numéricos obtidos por meio do teste de microtração dos materiais VE, LU e EMX e respectivos tratamentos de superfície foram submetidos à análise estatística descritiva (média e desvio padrão).

Para o material EMX a comparação entre as amostras submetidas e não submetidas à TC para o mesmo tratamento de superfície foram submetidos ao teste não paramétrico de Mann Whitney. Em seguida, para se comparar os diferentes tratamentos de superfície sem TC e com TC, separadamente, os dados obtidos foram submetidos aos testes não paramétricos de Kruskal-Wallis e em seguida ao teste de comparações múltiplas de Dunn.

Para os materiais VE e LU a comparação entre as amostras submetidas e não submetidas à TC para o mesmo tratamento de superfície, os dados obtidos foram submetidos ao teste T não Pareado. Em seguida, para se comparar os diferentes tratamentos de superfície sem TC e com TC, separadamente, os dados obtidos foram submetidos ao modelo estatístico da análise de variância (ANOVA). Após identificar diferença entre os grupos, os mesmos foram submetidos ao teste de comparações múltiplas de Tukey (5%) para identificar onde houve diferença estatística.

As análises estatísticas foram obtidas por meio dos softwares MINITAB (Minitab, version 17, 2013) e PRISM (versão 6.01, GraphPad, 2012). Valores de probabilidade ($p < 0,05$) foram considerados como estatisticamente significantes.

4. RESULTADOS:

4.1 Perfilometria:

Os resultados com análise estatística referentes à influência do tratamento de superfície sobre os materiais através da avaliação pela perfilometria, estão representados nas tabelas 02, 03 e 04, respectivamente.

EMX	S	HF	MB	OX	ROC
Número de valores	5	15	15	15	15
Mínimo	250,7	522,8	227,3	1200	882,6
Máximo	392,4	660,9	579,7	1610	1080
Média	294,1	627	430,2	1425	992,3
Desvio Padrão	56,24	39,42	109,4	139,6	58,35
Coefficiente de Variação	19,12%	6,29%	25,42%	9,80%	5,88%

Tabela 02: Resultados da estatística descritiva para os valores de Perfilometria do material IPS E.max CAD (nm).

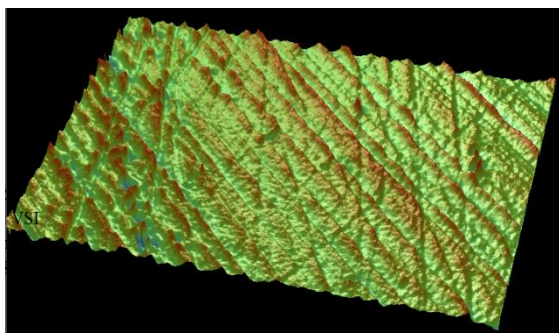


Figura 15 – Perfilometria 3D do grupo EMX S.

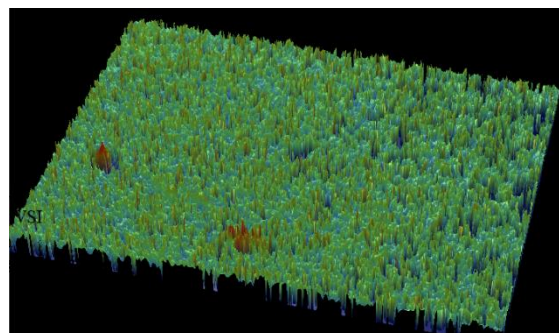


Figura 16 – Perfilometria 3D do grupo EMX HF.

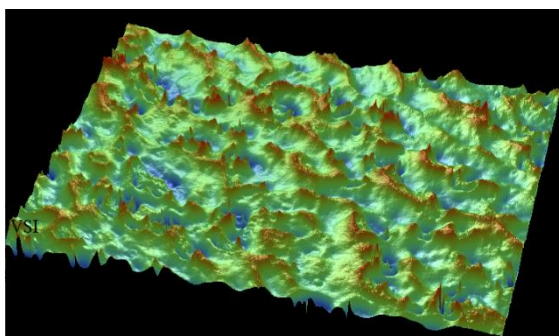


Figura 17 – Perfilometria 3D do grupo EMX MB

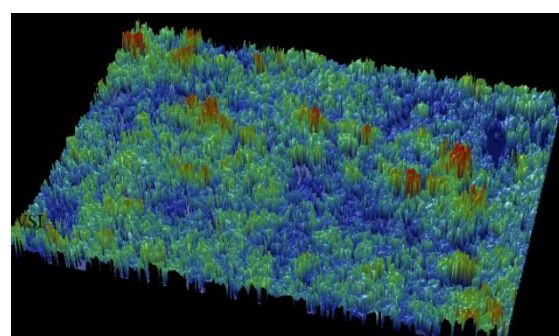


Figura 18 – Perfilometria 3D do grupo EMX OX

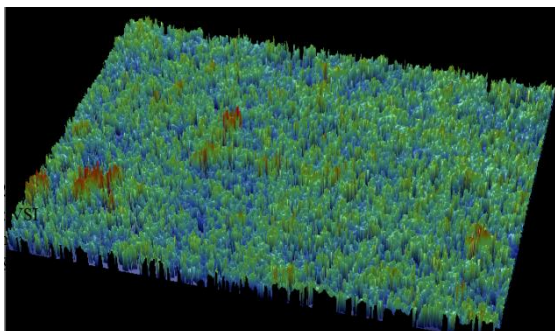


Figura 19 – Perfilometria 3D do grupo EMX ROC.

VE	S	HF	MB	OX	ROC
Número de valores	5	15	15	15	15
Mínimo	302,4	1150	264,1	1550	1010
Máximo	410,6	2220	639,4	2400	1540
Média	362,9	1648	428,3	1909	1303
Desvio Padrão	48,01	393,2	112,2	277,7	153
Coefficiente de Variação	13,23%	23,86%	26,20%	14,54%	11,74%

Tabela 03: Resultados da estatística descritiva para os valores de Perfilometria do material VITA ENAMIC (nm).

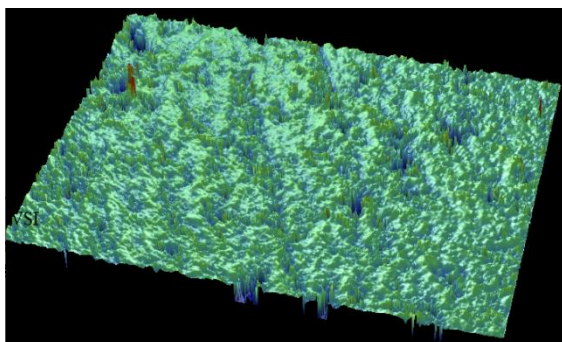


Figura 20 – Perfilometria 3D do grupo VE S.

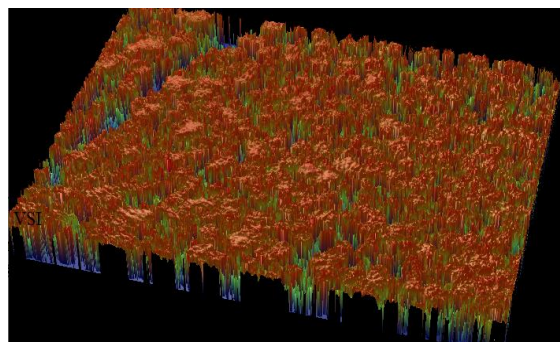


Figura 21 – Perfilometria 3D do grupo VE HF.

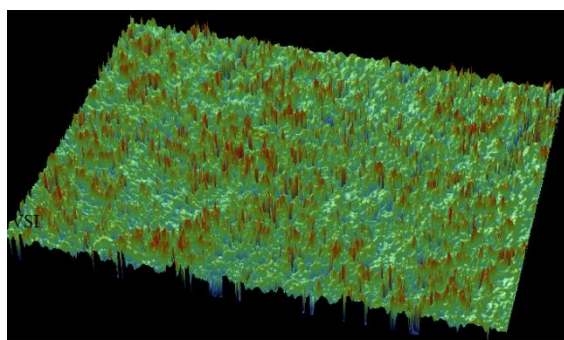


Figura 22 – Perfilometria 3D do grupo VE MB.

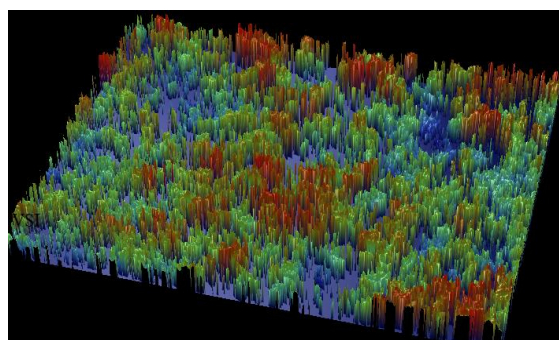


Figura 23 – Perfilometria 3D do grupo VE OX.

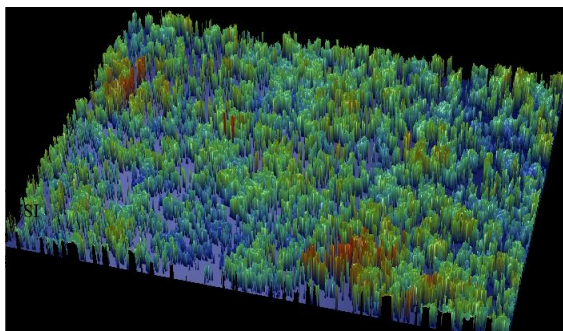


Figura 24 – Perfilometria 3D do grupo VE ROC.

LU	S	HF	MB	OX	ROC
Número de valores	5	15	15	15	15
Mínimo	348,2	652,5	540,3	1720	1050
Máximo	464,8	911,4	678,2	2160	1300
Média	411,9	807,8	623,4	1917	1163
Desvio Padrão	46,49	57,67	36,67	147,4	81,98
Coefficiente de Variação	11,29%	7,14%	5,88%	7,69%	7,05%

Tabela 04: Resultados da estatística descritiva para os valores de Perfilometria do material LAVA Ultimate (nm).

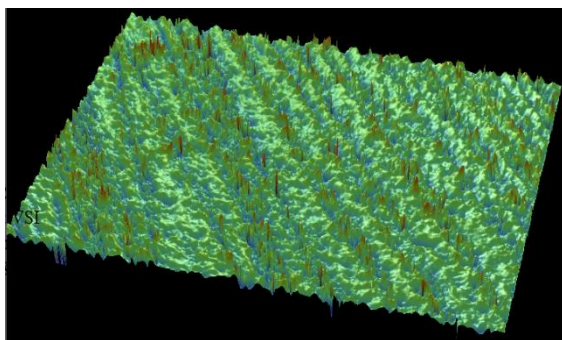


Figura 25 – Perfilometria 3D do grupo LU S.

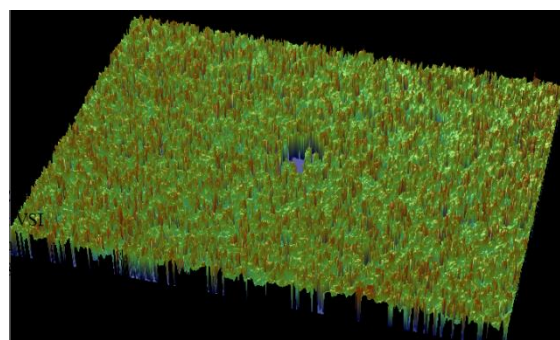


Figura 26 – Perfilometria 3D do grupo LU HF.

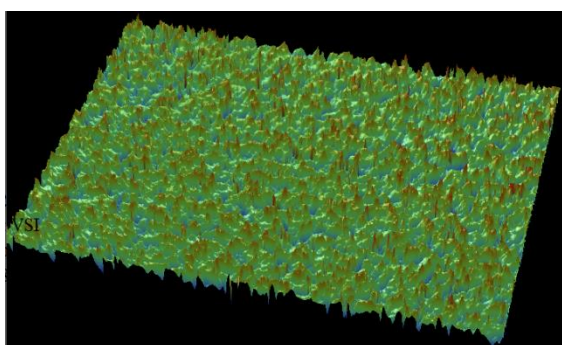


Figura 27 – Perfilometria 3D do grupo LU MB.

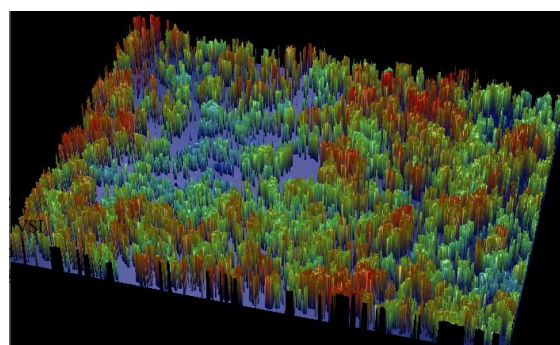


Figura 28 – Perfilometria 3D do grupo LU OX.

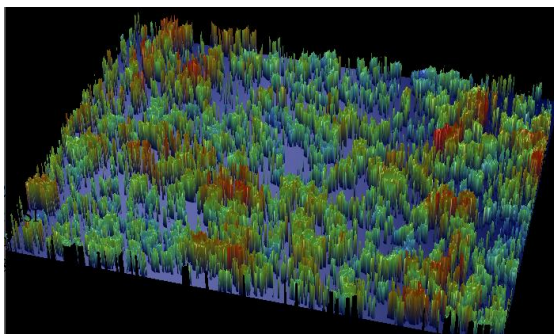


Figura 29 – Perfilometria 3D do grupo LU ROC.

Para avaliar a influência do tratamento de superfície nos diferentes materiais na perfilometria, os dados obtidos neste estudo foram submetidos ao modelo estatístico da análise de variância (ANOVA 1-fator), após ser considerada a distribuição dos resíduos. Após identificar diferença entre os grupos, os mesmos foram submetidos ao teste de comparações múltiplas de Tukey (5%) para identificar onde houve diferença estatística.

Em relação à comparação entre diferentes tratamentos de superfície para um mesmo material cerâmico, o teste Tukey demonstrou diferença estatística significativa entre todos os tratamentos para os grupos EMX e LU. Em contrapartida, o grupo VE apresentou semelhança entre os espécimes sem tratamento (S) e os espécimes tratados com MB (Tabela 05).

Tratamento de superfície	EMX		VE		LU	
	Média	*	Média	*	Média	*
S	294,10	a	362,90	a	411,90	a
HF	627,00	c	1648,00	c	807,80	c
MB	430,20	b	428,30	a	623,40	b
OX	1425,00	e	1909,00	d	1917,00	e
ROC	992,30	d	1303,00	b	1163,00	d

Tabela 05: Resultados do teste Tukey, para os valores de rugosidade (R_a), quando realizada a Comparação entre tratamentos de superfície de um mesmo material (por coluna).

*Diferentes letras minúsculas revelam diferença estatística (Tukey) entre os tratamentos de superfície de um mesmo material (por coluna).

A comparação entre cada um dos materiais em relação ao mesmo tratamento de superfície segundo o teste Tukey está representada na tabela 06.

Tratamento de superfície	EMX		VE		LU		P valor
	Mean	*	Mean	*	Mean	*	
S	294,10	a	362,90	ab	411,90	b	0,021
HF	627,00	a	1648,00	b	807,80	a	0,001
MB	430,20	a	428,30	a	623,40	b	0,001
OX	1425,00	a	1909,00	b	1917,00	b	0,001
ROC	992,30	a	1303,00	c	1163,00	b	0,001

Tabela 06: Resultados do teste Tukey, para os valores de rugosidade (R_a), quando realizada a comparação entre diferentes materiais, considerando cada um dos tratamentos de superfície (por linha).

*Diferentes letras minúsculas revelam diferença estatística (Tukey) entre os tipos de materiais, quando cada um dos tratamentos de superfície foi analisado isoladamente (por linha).

4.2 Microscopia eletrônica de varredura (MEV):

Nas imagens produzidas por MEV, de maneira geral, podem ser observados pontos esbranquiçados correspondentes às partículas de ouro advindas do processo de metalização das amostras.

As imagens referentes às figuras 30, 35 e 40, evidenciam cada um dos materiais sem nenhum tipo de tratamento de superfície, mas com ranhuras devido ao lixamento no momento correspondente à confecção das amostras. Ainda assim é possível se verificar uma homogeneidade e lisura da superfície.

Nas amostras tratadas com HF (Figuras 31, 36 e 41) é possível observar um maior aumento da rugosidade superficial nos materiais VE e LU em relação ao EMX.

As imagens das amostras tratadas com MB (Figuras 32, 37 e 42) demonstram que as ranhuras, apesar de presentes, não são tão evidentes.

Nas imagens referentes aos tratamentos com OX (Figuras 33, 38 e 43) e ROC (Figuras 34, 39 e 44), é possível verificar semelhante aumento da rugosidade superficial, em virtude da ação das partículas jateadas sob pressão.

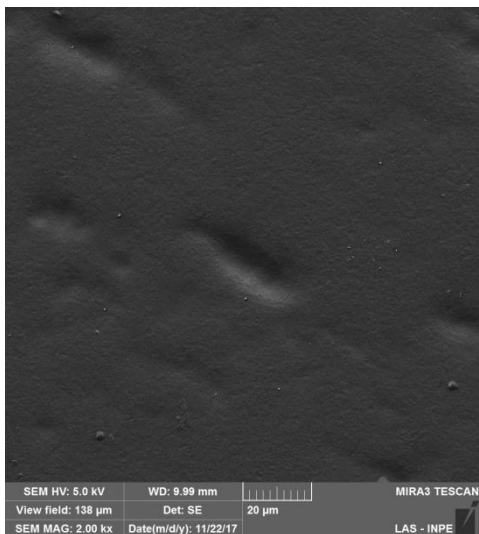


Figura 30 – EMX S (2.000x).

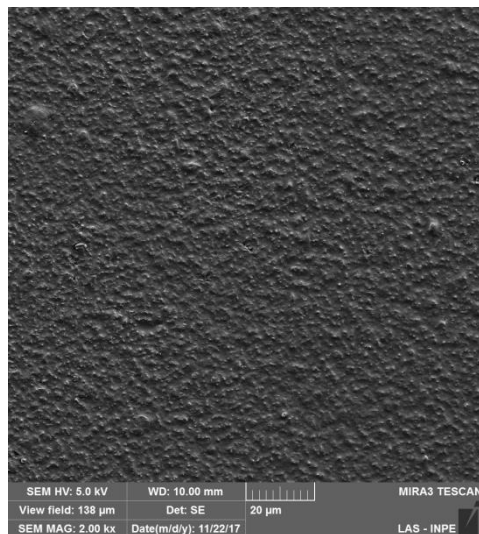


Figura 31 – MEV EMX HF (2.000x).

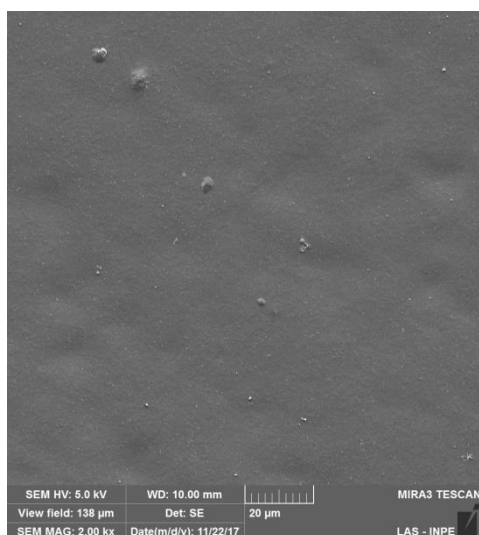


Figura 32 – EMX MB (2.000x).

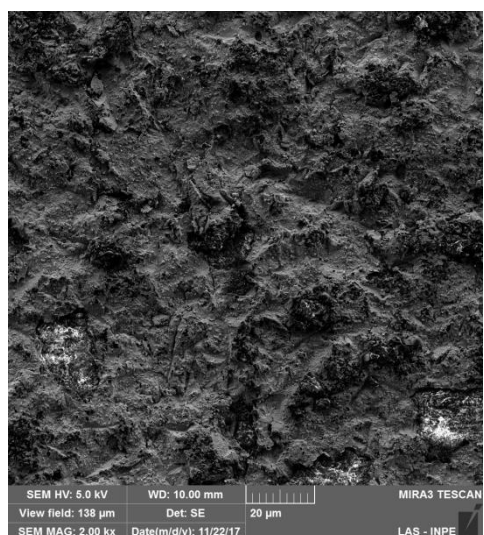


Figura 33 –EMX OX (2.000x).

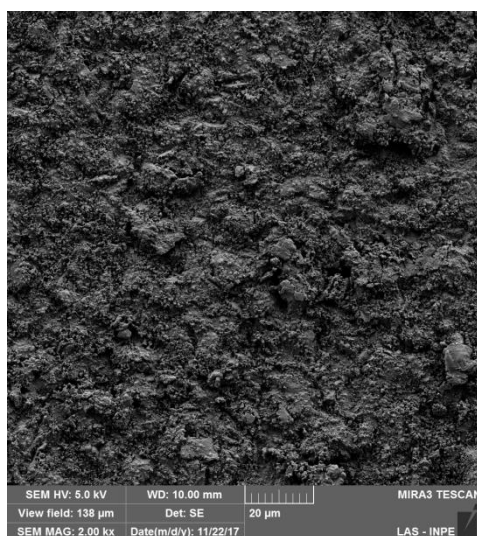


Figura 34 –EMX ROC (2.000x).

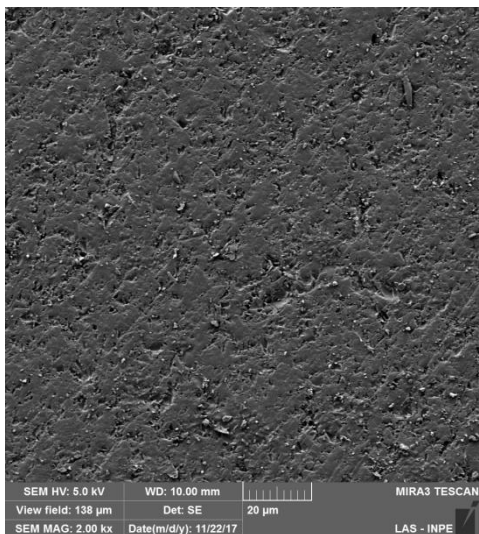


Figura 35 – VE S (2.000x).

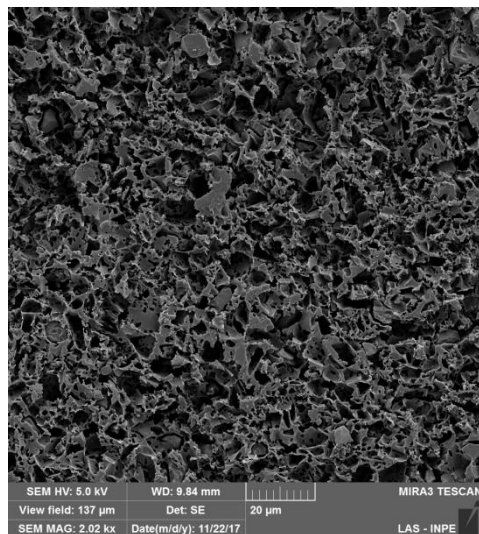


Figura 36 – VE HF (2.000x).

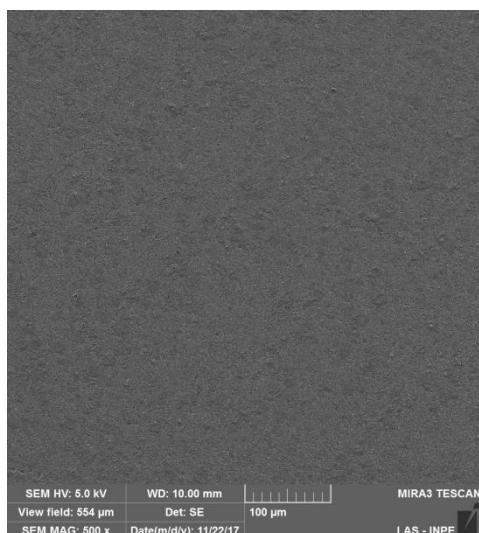


Figura 37 – VE MB (500x).

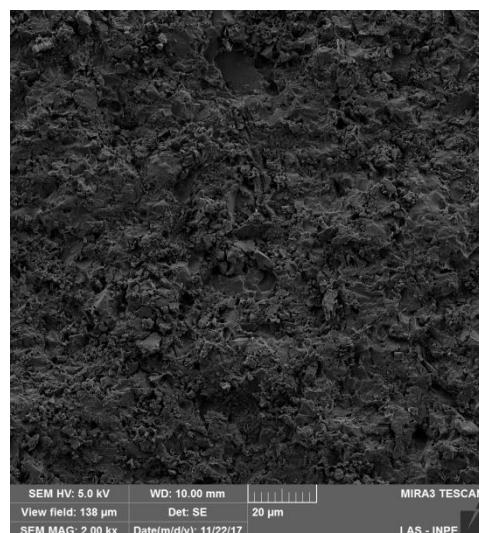


Figura 38 – VE OX (2.000x).

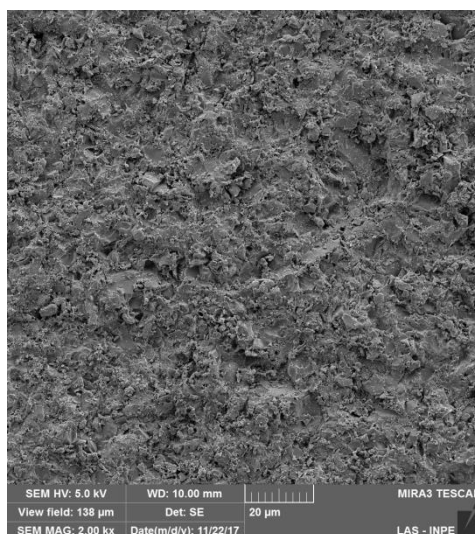


Figura 39 – VE ROC (2.000x).

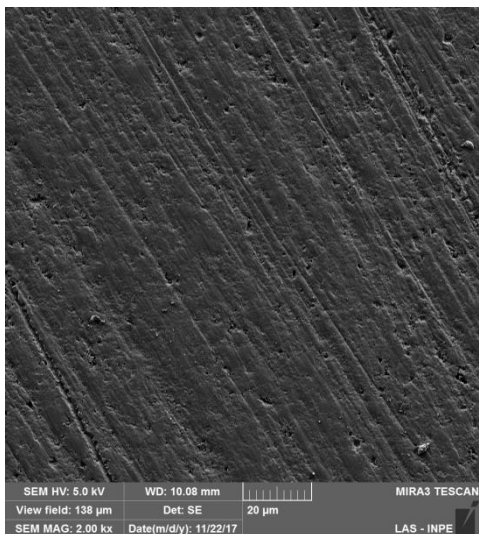


Figura 40 –LU S (2.000x).

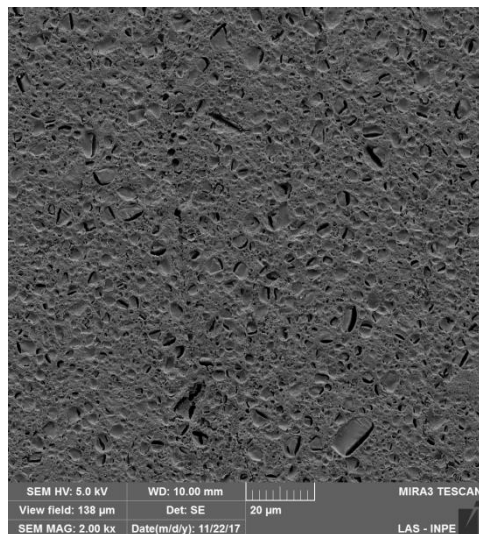


Figura 41 –LU HF (2.000x).

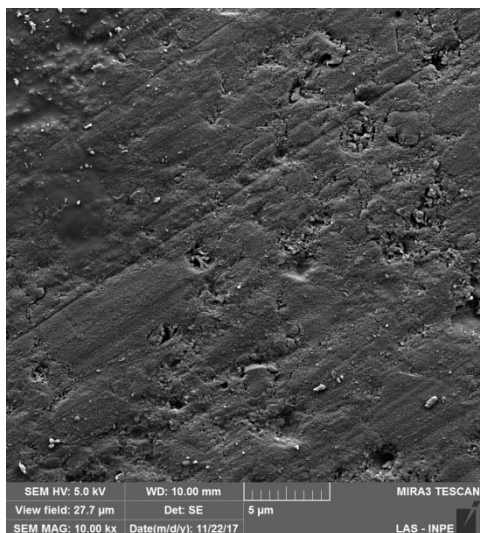


Figura 42 –LU MB (10.000x).

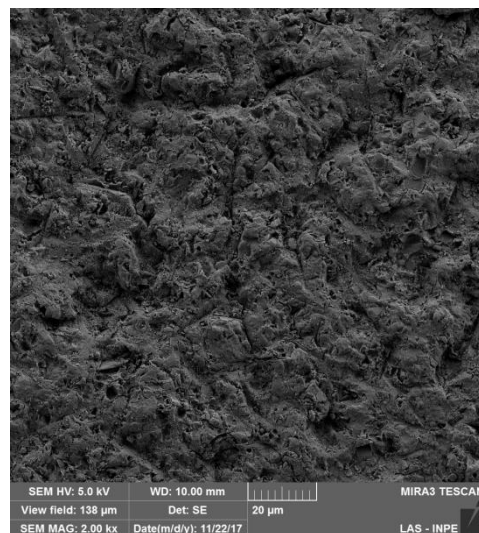


Figura 43 –LU OX(2.000x).

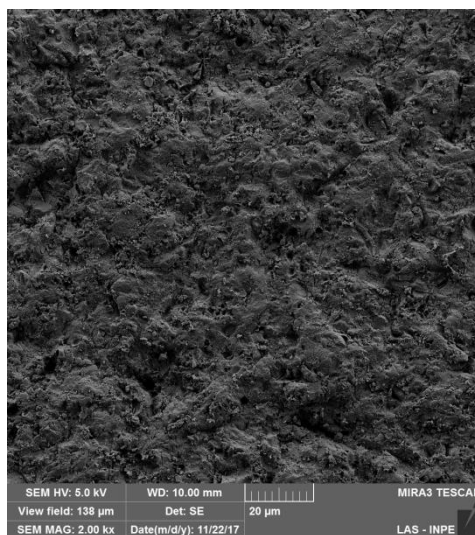


Figura 44 – LU ROC (2.000x).

4.3 Teste de Resistência à Microtração (μ TBS):

As análises estatísticas foram feitas considerando todos os dentes de um mesmo grupo de tratamento de superfície. De acordo com a literatura, a resistência adesiva pode variar em diferentes regiões da dentina em um mesmo dente, logo, optou-se por considerar todos os dentes de um mesmo grupo conjuntamente. (PASHLEY et al. 1999).

As tabelas 07, 08 e 09 apresentam o número e porcentagem de espécimes que sofreram falha pré-teste (FPT), assim como a quantidade de amostras testadas, para cada material e respectivos tratamentos de superfície. Não foi observada nenhuma falha pré-teste durante TC. Além disso devido à grande amostragem (n=822), tornou-se inviável a quantificação dos tipos de falha, após o teste de microtração.

EMX	nº e % de FPT	nº e % total de CP testadas
HF	99 (27,5)	11 (3,05)
MB	92 (25,55)	8 (2,22)
OX	74 (20,55)	16 (4,44)
ROC	28 (7,77)	32 (8,88)
(n=360)		

Tabela 07: Número e porcentagem de amostras que sofreram falha pré-teste e quantidades de amostras testadas do material IPS E.max CAD.

VE	nº e % de FPT	nº e % total de CP testadas
HF	13 (2,56)	152 (29,98)
MB	16 (3,15)	125 (24,65)
OX	6 (1,18)	113 (22,28)
ROC	6 (1,18)	76 (15)
n=507		

Tabela 08: Número e porcentagem de amostras que sofreram falha pré-teste e quantidades de amostras testadas do material VITA Enamic.

LU	nº e % de FPT	nº e % total de CP testadas
HF	5 (1,28)	88 (22,62)
MB	18 (4,62)	117 (30,07)
OX	13 (3,34)	97 (24,93)
ROC	4 (1,02)	47 (12,08)
n=389		

Tabela 09: Número e porcentagem de amostras que sofreram falha pré-teste e quantidades de amostras testadas do material LAVA Ultimate.

Os dados da estatística descritiva referentes aos valores dos materiais EMX, VE e LU de acordo com os diferentes tratamentos de superfície, submetidos e não submetidos à TC, frente à resistência à Microtração estão representados nas tabelas 10, 11 e 12 respectivamente:

EMX	HF		MB		OX		ROC	
	(S/ TC)	(C/ TC)	(S/ TC)	(C/ TC)	(S/ TC)	(C/ TC)	(S/ TC)	(C/ TC)
Número de valores	55	55	50	50	45	45	30	30
Média	3,322	2,820	3,926	3,444	3,176	4,502	9,935	8,259
Desvio Padrão	5,135	2,839	8,541	5,118	3,557	6,313	9,286	7,527
Coefficiente de variação	154,59%	100,67%	217,55%	148,61%	111,98%	140,24%	93,47%	91,13%

Tabela 10: Estatística descritiva de cada tratamento de superfície sem ou com TC para o grupo IPS E. max CAD.

VE	HF		MB		OX		ROC	
	(S/ TC)	(C/ TC)	(S/ TC)	(C/ TC)	(S/ TC)	(C/ TC)	(S/ TC)	(C/ TC)
Número de valores	65	66	60	49	57	50	37	30
Média	20,36	23,26	20,34	18,59	22,84	16,95	16,01	13,70
Desvio Padrão	11,14	10,85	11,00	11,95	9,836	7,451	9,410	5,045
Coefficiente de variação	54,72%	46,66%	54,05%	64,31%	43,06%	43,95%	58,79%	36,81%

Tabela 11: Estatística descritiva de cada tratamento de superfície sem ou com TC para o grupo VITA Enamic.

LU	HF		MB		OX		ROC	
	(S/ TC)	(C/ TC)	(S/ TC)	(C/ TC)	(S/ TC)	(C/ TC)	(S/ TC)	(C/ TC)
Número de valores	43	40	55	43	46	35	21	22
Média	19,46	13,68	16,88	10,36	14,61	14,51	14,17	16,98
Desvio Padrão	10,18	5,875	8,115	5,664	6,971	9,315	7,929	13,61
Coefficiente de variação	52,33%	42,95%	48,06%	54,69%	47,73%	64,19%	55,96%	80,16%

Tabela 12: Estatística descritiva de cada tratamento de superfície sem ou com TC para o grupo Lava Ultimate.

Em relação à comparação entre as amostras submetidas e não submetidas à TC para o mesmo tratamento de superfície no grupo EMX, os dados obtidos foram submetidos ao teste não paramétrico de Mann Whitney (Tabela 13) o qual não demonstrou diferenças estatísticas significantes para nenhum dos tratamentos ($p < 0,05$).

Tratamentos (COM e SEM TC)	(p)
HF	0,8833
MB	0,9674
OX	0,4507
ROC	0,5627

Tabela 13: Comparação entre os grupos E.max submetidos e não submetidos à TC para um mesmo tratamento de superfície ($p < 0,05$).

Para se comparar os diferentes tratamentos de superfície no grupo EMX sem TC e com TC, separadamente, os dados obtidos foram submetidos aos testes não paramétricos de Kruskal-Wallis e em seguida ao teste de comparações múltiplas de Dunn. Os dados estão representados nas Tabelas 14.

Tratamento de superfície (EMX)	SEM TC		COM TC	
	Média	*	Média	*
HF	3,322	a	2,820	a
MB	3,926	a	3,444	a
OX	3,176	a	4,502	a
ROC	9,935	b	8,259	b

Tabela 14: Resultados do teste Dunn, para os valores de Microtração do material IPS E.max CAD, quando comparados entre os tratamentos de superfície sem ou com TC por coluna.

*Diferentes letras minúsculas revelam diferença estatística (Dunn) entre os tratamentos de superfície com ou sem TC, por coluna.

Em relação à comparação entre as amostras submetidas e não submetidas à TC para o mesmo tratamento de superfície nos grupos VE e LU, os dados obtidos foram submetidos ao teste T não Pareado. As Tabelas 15 e 16 demonstram, respectivamente, que nos tratamentos do grupo VE, apenas o jateamento por OX demonstrou diferença estatística significativa entre as amostras submetidas e não submetidas a TC ($p < 0,05$). Por outro lado, no grupo LU, os tratamentos com HF e MB demonstraram diferença estatística significativa entre as amostras submetidas e não submetidas a TC ($p < 0,05$).

Tratamentos (COM e SEM TC)	(p)
HF	0,1338
MB	0,4269
OX	0,0008
ROC	0,2319

Tabela 15: Comparação entre os grupos Enamic submetidos e não submetidos à TC para um mesmo tratamento de superfície ($p < 0,05$).

Tratamentos (COM e SEM TC)	(p)
HF	0,0024
MB	< 0,0001
OX	0,9583
ROC	0,4156

Tabela 16: Comparação entre os grupos LAVA submetidos e não submetidos à TC para um mesmo tratamento de superfície ($p < 0,05$).

Para se comparar os diferentes tratamentos de superfície nos grupos VE e LU sem TC e com TC, separadamente, os dados obtidos foram submetidos ao modelo estatístico da análise de variância (ANOVA). Após identificar diferença entre os grupos, os mesmos foram submetidos ao teste de comparações múltiplas de Tukey (5%) para identificar onde houve diferença estatística. Os dados estão representados nas Tabelas 17 e 18.

Tratamento de superfície (VE)	SEM TC		COM TC	
	Média	*	Média	*
HF	20,36	ab	23,26	a
MB	20,34	ab	18,59	ab
OX	22,84	a	16,95	b
ROC	16,01	b	13,70	b

Tabela 17: Resultados do teste Tukey, para os valores de Microtração, quando comparados entre os tratamentos de superfície sem ou com TC no material VITA Enamic, por coluna.

*Diferentes letras minúsculas revelam diferença estatística (Tukey) entre os tratamentos de superfície com ou sem TC por coluna.

Tratamento de superfície (LU)	SEM TC		COM TC	
	Média	*	Média	*
HF	19,46	a	13,68	ab
MB	16,88	ab	10,36	a
OX	14,61	ab	14,51	ab
ROC	14,17	b	16,98	b

Tabela 18: Resultados do teste Tukey, para os valores de Microtração, quando comparados entre os tratamentos de superfície sem ou com TC no material Lava Ultimate, por coluna.

*Diferentes letras minúsculas revelam diferença estatística (Tukey) entre os tratamentos de superfície com ou sem TC por coluna.

No grupo EMX pode-se observar médias semelhantes entre os tratamentos de superfície com e sem TC, sendo que o tratamento ROC obteve valores estatísticos superiores com ou sem TC.

O grupo VE revelou média de resistência de união estatisticamente superior no tratamento com HF após TC, em relação a todos os outros tratamentos mesmo com ou sem TC.

4.4 Análise de modos de Falha / MEV:

A análise dos modos de falhas através de MEV não foi realizada em todas as amostras devido ao grande número de espécimes gerados (n=822), inviabilizando a análise.

Para representação dos modos de falhas, algumas amostras foram analisadas previamente em esteriomicroscópio e em seguida selecionadas as amostras mais representativas de cada tipo de modo de falha para análise em MEV. Observou-se predominantemente falhas adesivas e mistas. Não se observaram falhas coesivas.

A micrografia por MEV demonstrando os modos de falha Mista e adesiva está apresentada nas figuras 45 e 46 respectivamente:

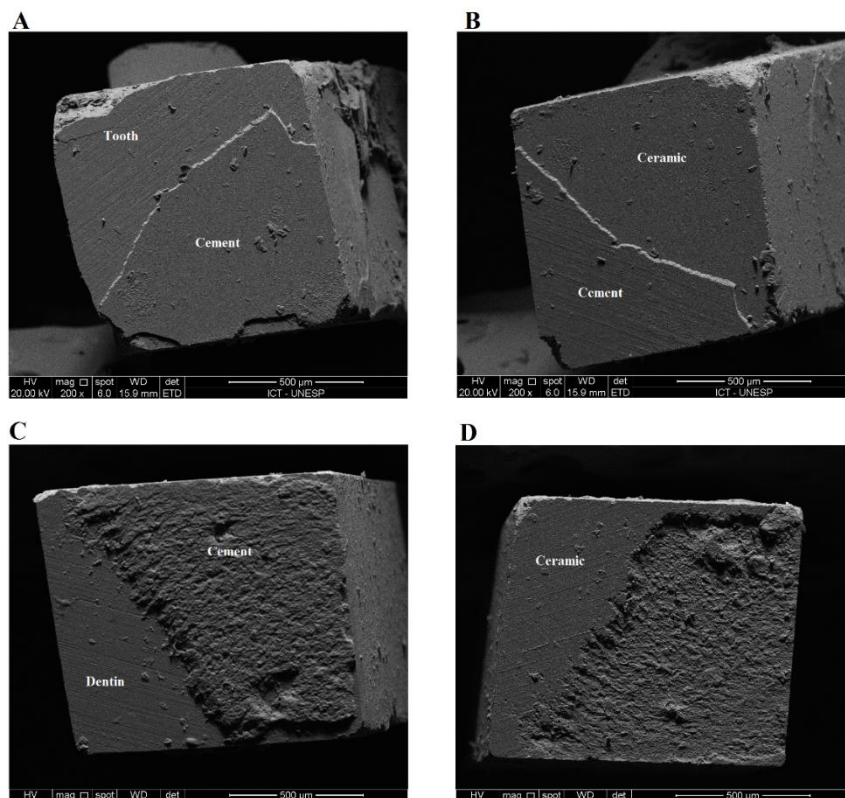


Figura 45: Exemplos de falhas Mistas observadas ao MEV (200x). (A e B: VE HF10% s/ TC; C e D: LU Monobond c/ TC).

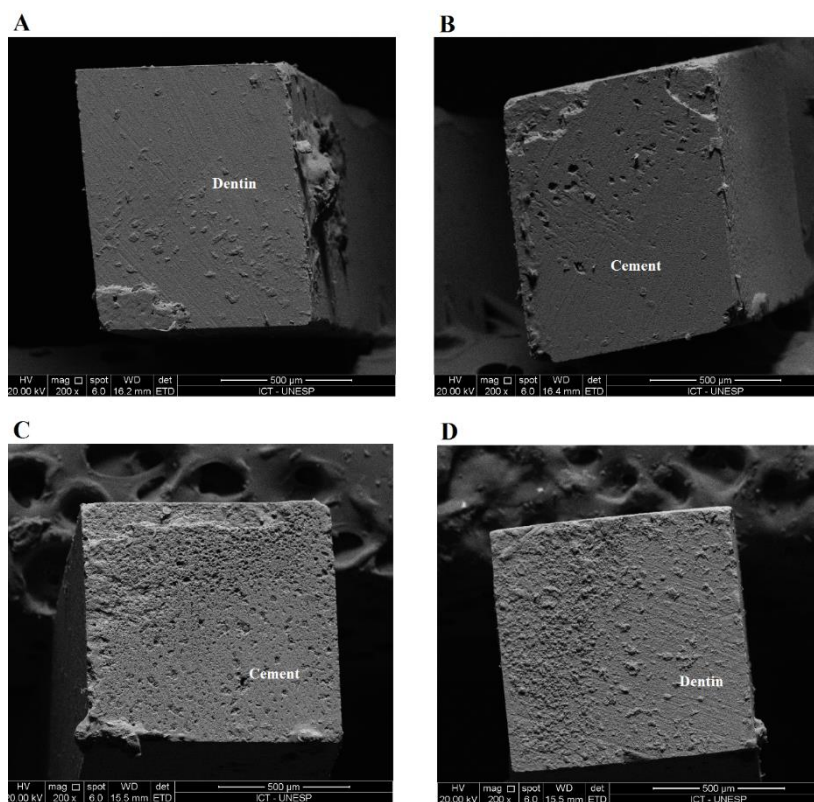


Figura 46 Exemplos de falhas predominantemente adesivas observadas ao MEV (200x). (A e B: EMX Rocatec c/ TC; C e D: LU Rocatec s/ TC).

4.5 Espectrômetria por energia dispersiva (EDS):

Os elementos e volume em peso (%) que compõem as amostras dos materiais EMX, VE e LU estão descritos nas tabelas 19, 20 e 21 a seguir:

EMX	Elementos químicos						
	Zr	O	Al	C	Na	Si	K
S	-	45,7	6,5	0,4	-	43,7	3,7
HF	-	43,4	2,6	0,4	-	48,8	4,9
MB	-	37,6	13,9	0,4	6,0	36,0	6,0
OX	-	48,6	6,5	0,4	-	40,6	3,9
ROC	-	37,3	-	0,4	-	62,3	-

Tabela 19 – Volume em peso (%) dos elementos químicos presentes no material IPS E.max CAD através do EDS.

VE	Elementos químicos						
	Zr	O	Al	C	Na	Si	K
S	-	46,5	2,4	0,4	-	47,0	3,6
HF	-	39,2	13,3	0,4	6,1	35,3	5,8
MB	-	40,0	13,6	0,4	5,9	34,5	5,7
OX	16,9	42,3	0,6	0,4	-	39,8	-
ROC	-	40,6	15,0	0,4	5,7	32,8	5,6

Tabela 20 – Volume em peso (%) dos elementos químicos presentes no material VITA Enamic através do EDS.

LU	Elementos químicos						
	Zr	O	Al	C	Na	Si	K
S	-	36,9	3,3	0,4	-	53,1	6,3
HF	-	65,1	-	0,4	-	34,5	-
MB	-	46,0	-	0,4	-	53,6	-
OX	-	53,9	9,8	0,4	3,5	27,6	4,9
ROC	11,6	45,0	2,6	0,4	-	40,4	-

Tabela 21 – Volume em peso (%) dos elementos químicos presentes no material Lava Ultimate através do EDS.

É possível observar que os tratamentos de superfície não alteraram significativamente a composição superficial dos materiais e que os elementos químicos presentes nas superfícies dos três materiais são semelhantes, apresentando altas concentrações de óxidos de sílica e alumínio.

5. DISCUSSÃO:

A indústria odontológica está sempre em busca de novos biomateriais inovadores com a intenção de oferecer produtos aprimorados. Os novos blocos CAD / CAM Vita Enamic (cerâmica híbrida) e Lava Ultimate (resina nano cerâmica) foram introduzidos no mercado com o objetivo de combinar os aspectos positivos dos polímeros e cerâmicas, para obter as vantagens de ambos os materiais. Os fabricantes alegam ainda que esses materiais são menos frágeis, mais fáceis de reparar e possuem excelente estabilidade durante usinagem. (MESMAR S. et al. 2017)

O objetivo do presente estudo foi avaliar a eficácia dos tratamentos de superfície na união adesiva destes materiais através do teste de microtração, diante de 4 diferentes tratamentos de superfície e envelhecimento hidrotérmico através da termociclagem.

O teste de microtração é capaz de fornecer uma estimativa mais precisa e sensível da resistência de união em comparação ao teste convencional de cisalhamento (ABOUSHELIBA e SLEEM, 2014; BARCA et al., 2017; ELSAKA et al., 2014; KASSOTAKIS et al., 2015; SANO et al., 1994), sendo que frequentemente o padrão de fratura no teste de cisalhamento resulta em fratura coesiva do material ao invés da interface adesiva, devido à distribuição de tensão não homogênea durante o teste, o que também pode levar à interpretação inválida dos dados (ABOUSHELIBA e SLEEM, 2014; ELSAKA et al., 2014).

A resistência adesiva à microtração e os modos de falha dependem de cada tipo de material e dos tratamentos de superfície específicos (ABOUSHELIBA e SLEEM, 2014; FRANKENBERGER et al., 2015; KIATLIN et al., 2016; PARK e CHOI, 2016; PEUMANS et al., 2016; QUEIROZ et al., 2012).

Segundo a literatura o silano age como um agente de união entre a superfície cerâmica e o material adesivo de escolha, potencializando a união química entre ambos e a durabilidade da adesão (ABOUSHELIBA e SLEEM, 2014; PEUMANS et al., 2016; SCHWENTER et al., 2016). Schwenter et al. (2016), demonstraram que a aplicação do agente de união silano no material VE, após tratamento superficial com HF, promoveu altos valores de resistência à adesão. No presente estudo, todos os materiais foram submetidos à aplicação de silano após tratamentos de superfície, com

exceção das amostras tratadas com Monobond Etch & Prime devido às propriedades deste agente condicionante e recomendações do fabricante.

Em relação ao material à base de dissilicato de lítio IPS E.max CAD, a literatura preconiza o uso de HF como tratamento de superfície ideal, o qual promove mudanças na matriz vítrea, criando uma rugosidade superficial ideal para a infiltração e retenção dos materiais adesivos (PARK e CHOI, 2016; PEUMANS et al., 2016; QUEIROZ et al., 2012). Neste estudo o material EMX foi utilizado como um conjunto de grupos controle com a finalidade de parâmetro de comparação entre os outros materiais. Demonstrou-se através da perfilometria e MEV que todos os tratamentos de superfície foram capazes de alterar a rugosidade superficial deste material. Porém, para os valores de resistência à microtração, apenas o jateamento com Rocatec obteve melhores resultados. Esta discordância com o que é preconizado pela literatura pode ser explicada pelo grande número de amostras impossibilitadas de serem testadas, as quais foram incluídas nas falhas pré-teste.

Para o grupo VE, a literatura e o fabricante, assim como o presente estudo, apontam o tratamento superficial com HF como o mais indicado para este material (ELDAFRAWY et al., 2018; PEUMANS et al., 2016; SCHWENTER et al., 2016; SPITZNAGEL et al., 2016). A aplicação de HF dissolve parcialmente a fase vítrea do material, promovendo o aumento da rugosidade superficial, potencializando a ação do silano e conseqüentemente na retenção micromecânica com o cimento (SPITZNAGEL et al., 2016). Peumans et al. (2016) demonstram ainda, que o jateamento em materiais predominantemente cerâmicos como VE, podem causar microfissuras na superfície, as quais podem levar a falhas prematuras. Em contraste, Elsaka et al. (2014) demonstraram que além do HF, o jateamento também foi considerado um tratamento satisfatório. Já no estudo de Cekic et al. (2016) o condicionamento por HF não afetou a resistência adesiva do material.

Em relação ao material LU, alguns autores demonstraram efetividade no aumento da resistência adesiva quando houve condicionamento por HF (ELDAFRAWY et al., 2018; ELSAKA, 2014; KIATLIN et al., 2016; PEUMANS et al., 2016). Por outro lado, assim como indica o fabricante e a literatura, o tratamento ideal para resinas nano-cerâmicas como o material LU é o jateamento de partículas (CHEN et al., 2014; FRANKENBERGER et al., 2015; KASSOTAKIS et al., 2015; MESMAR et al., 2017; PARK e CHOI, 2016). Ainda neste sentido, Park e Choi (2016), demonstraram que o uso de HF promoveu menor rugosidade superficial e resistência

adesiva do que a aplicação de jateamento por partículas como Rocatec, mesmo seguido da aplicação do agente de união silano. Em consonância com a literatura, o grupo LU no presente estudo apresentou maior efetividade quando tratado com HF 10%, quando não submetido à TC. Porém, após TC, o tratamento por jateamento com Rocatec demonstrou melhor efetividade em relação aos outros tratamentos.

No estudo de Frankenberger et al., 2015, o material VE exibiu maiores valores de resistência à microtração do que o LU, assim como sugere o presente estudo. Porém a comparação estatística de resistência à microtração entre os materiais avaliados no presente estudo não foi realizada devido às diferenças microestruturais de cada material, tornando a comparação pouco coerente.

A seleção do agente cimentante define um fator significativo na cimentação de restaurações indiretas. No presente estudo foi utilizado um cimento auto-condicionante, auto-adesivo (Rely X – U200 / 3M-ESPE) pela crescente tendência ao uso de materiais práticos no dia a dia clínico, além de consistir em uma técnica mais simplificada e menos sensível quando comparada aos sistemas convencionais, pois elimina fatores como excesso de condicionamento ácido, excesso de secagem da dentina e excesso de umidade (CEKIC et al., 2007; ELSAKA, 2014; KASSOTAKIS et al., 2015; KIREMITÇI et al., 2004).

Clinicamente, as restaurações indiretas são cimentadas em tecidos dentais ou a materiais resinosos. Apesar de alguns autores não preconizarem a cimentação à estrutura dentária para o teste de microtração (ELSAKA, 2014; PEUMANS et al., 2016), no presente estudo os materiais testados foram cimentados ao substrato dentinário para melhor representar as condições clínicas destes materiais (ARMSTRONG et al. 2016).

Entre vários fatores, as propriedades mecânicas e a microestrutura dos materiais para CAD/CAM configuram um fator crítico que exerce influência importante nas propriedades adesivas e por consequência, na cimentação destes materiais (ABOUSHELIBA e SLEEM, 2014; ELDAFRAWY et al., 2018; PEUMANS et al., 2016). Peumans et al. (2016), demonstraram em seu estudo que o material LU obteve menores valores de adesão em relação ao material VE, devido às propriedades mecânicas e diferenças microestruturais na composição de cada material testado. No presente estudo a resistência à microtração entre os diferentes materiais testados não foi comparada devido às diferentes características microestruturais e propriedades de cada material, podendo afetar os resultados e invalidar o teste.

A avaliação do envelhecimento hidrotérmico através da TC nas propriedades dos materiais é importante pela reprodução parcial das condições clínicas a longo prazo, trazendo informações importantes em relação à longevidade do material (JOHNSON et al., 2017; MAROCHO et al., 2013; TSUJIMOTO et al., 2016). No presente estudo, foi preconizado envelhecimento hidrotérmico através da TC por 10.000 ciclos (ARMSTRONG et al., 2016), os quais, de acordo com a literatura seriam equivalentes a 1 ano de uso clínico (GALE e DARVELL, 1999). No estudo de Frankenberger et al. (2015) a maioria das amostras foram incluídas em falhas pré-teste após TC de 10.000 ciclos. Em contraste ao presente estudo, após iguais 10.000 ciclos de TC em todos os grupos, nenhuma amostra foi perdida.

Segundo trabalhos feitos a partir da resistência adesiva de materiais CAD/CAM, as amostras após serem submetidas ao envelhecimento hidrotérmico através de armazenagem ou da TC obtiveram um efeito significativamente negativo na resistência adesiva dos materiais testados (CEKIC-NAGAS et al., 2016; ELSAKA, 2014; LOOMANS, 2017; GÜNGÖR et al., 2016). Este efeito se deve aos estresses térmicos nas superfícies dos materiais e da matriz resinosa do cimento, causando uma degradação hidrotérmica através de uma lenta difusão hídrica na rede polimérica, causando liberação de monômeros não reagidos e produzindo um efeito de amolecimento da matriz resinosa e, por consequência, causando enfraquecimento da união adesiva (CEKIC-NAGAS et al., 2016; ELSAKA, 2014; LOOMANS, 2017; MAROCHO et al., 2013; MESMAR et al., 2017).

No estudo de Abousheliba e Sleem (2014), a resistência adesiva ao teste de microtração no material IPS E.max CAD tratado com HF e silano, após armazenagem por 3 meses produziu forte adesão ao cimento resinoso empregado. Já no presente estudo nenhum dos tratamentos de superfície sobre o material E.max apresentou diferença estatística significativa na comparação entre as amostras termocicladas e não termocicladas.

No estudo de Elsaka (2014), o envelhecimento hidrotérmico mostrou influência considerável na degradação adesiva do cimento resinoso, sendo que a cimentação no material VE se apresentou estável e resistente em relação ao material LU. O presente estudo não comparou os efeitos da termociclagem entre os materiais, porém, o material VE demonstrou uma tendência em apresentar maiores valores diante dos tratamentos de superfície e envelhecimento hidrotérmico em relação ao material LU, em consonância ao estudo de Elsaka (2014).

As diferenças significativas entre a resistência adesiva dos materiais podem estar relacionadas com as diferenças microestruturais dos materiais cerâmicos assim como pelos efeitos do envelhecimento hidrotérmico. (CEKIC-NAGAS, et al., 2016).

As análises estatísticas dos resultados referentes ao teste de microtração, foram feitas considerando todos os 8 dentes de um mesmo grupo de tratamento de superfície. Segundo Armstrong et al. (2016), quando o espécime é considerado a unidade estatística no teste de microtração, é ideal que sejam utilizados um mínimo de 3 dentes por grupo experimental, sem a necessidade de se individualizar a amostra referente a cada dente. Além disso, a literatura demonstra que a resistência adesiva pode variar em diferentes regiões da dentina em um mesmo dente logo optou-se por considerar todos os dentes de um mesmo grupo conjuntamente. (PASHLEY et al. 1999)

Durante a confecção das amostras do material E.max em cortadeira de precisão, pôde-se notar que os cortes efetuados em um primeiro sentido não provocaram desunião entre o material e o dente, mas sim quando se iniciou o corte no sentido transversal ao primeiro, sugerindo que houve força de união entre os substratos. Armstrong et al. (2016), preconiza que as falhas pré-teste não atribuídas a erro de manipulação humana, possuem uma resistência adesiva desconhecida, as quais não podem ser ignoradas. Além disso, fatores externos como a trepidação do disco de corte e o longo tempo de corte exigido pela dureza deste material, podem ter afetado a resistência da união, principalmente na interface cimento/ dentina. Reis et al. (2004) e Marcho et al. (2013) provam que fatores como a velocidade de corte, torque e até o diâmetro do disco de corte podem afetar a resistência à microtração. Desta forma, para o material E.max, foi atribuído valor de resistência de 2MPa para todas as amostras que sofreram falhas pré-teste (BARCA et al., 2017; PASHLEY et al., 1999; REIS et al., 2003; VANDERLEI, 2008), pelo grande número de amostras perdidas previamente ao teste de microtração (Tabela 07). Portanto, as amostras perdidas durante o corte para confecção das amostras foram incluídas nas análises estatísticas.

Assim como no estudo de Wendler et al. (2016), a grande amostragem (n=822), tornou inviável a avaliação fractográfica, por esteriomicroscópio e MEV, da análise dos modos de falhas das amostras por completo. Nas amostras analisadas observou-se maior quantidade de falhas adesivas em dente e mistas, indicando eficácia na adesão aos materiais após tratamentos de superfície. Ao mesmo tempo, não foram

observadas falhas coesivas. Estes achados corroboram com outros estudos que mantiveram padrão semelhante de falhas predominantemente adesivas e mistas (BARCA et al., 2017; CASTRO, 2014; KASSOTAKIS et al., 2015; PEUMANS et al., 2016; QUEIROZ et al., 2012; REIS et al., 2004).

Sugere-se que mais estudos sejam realizados acerca dos tratamentos de superfície dos materiais VE e LU, assim como do EMX, incluindo outros tipos de modalidades adesivas e de cimentação avaliando a influência do envelhecimento hidrotérmico sobre a resistência à microtração, reproduzindo seu comportamento em ambiente bucal de modo a se definir o melhor protocolo clínico de manipulação destes materiais e garantindo a longevidade das restaurações.

6. CONSIDERAÇÕES FINAIS:

Diante do presente trabalho pode-se concluir:

1. Todos os tratamentos de superfície foram capazes de alterar a rugosidade superficial dos materiais estudados, sendo que o tratamento com Monobond Etch & Prime produziu pouca diferença segundo as análises por perfilometria e MEV;
2. A TC não produziu falhas pré-teste, porém, influenciou negativamente a resistência à microtração de forma significativa no grupo Ox. AL. quando aplicado sobre o material VE e nos grupos Monobond e HF10% no material LU;
3. Os efeitos dos tratamentos de superfície, frente ao cimento resinoso e ao teste de microtração, são dependentes de cada material cerâmico;
4. A resistência à microtração é influenciada por cada tratamento de superfície empregado;
5. Assim como recomendam os fabricantes, a aplicação de HF 10% para o material Vita Enamic e jateamento por partículas de óxido de alumínio para o material LAVA Ultimate, continuam sendo indicações satisfatórias para tratar a superfície destes materiais.

REFERÊNCIAS

ABOUSHELIBA M. N. e SLEEM D. Microtensile Bond Strength of Lithium Disilicate Ceramics to Resin Adhesives. **J Adhesive Dent.** v. 16, n. 6, p. 547-552, 2014.

ARMSTRONG S et al. Academy of Dental Materials guidance on in vitro testing of dental composite bonding effectiveness to dentin/enamel using micro-tensile bond strength (μ TBS) approach. **Dent Mat.** xxx, p. 1-11, 2016.

AWADA A., NATHANSON D. Mechanical properties of resin-ceramic CAD/CAM restorative materials. **J Prosth Dent.** v. 114, n. 4, p. 587-593, 2015.

BADAWYA R., EL-MOWAFYB O., TAM L. E. Fracture toughness of chairside CAD/CAM materials – Alternative loading approach for compact tension test. **Dent Materials.** v. 32, p. 847-852, 2016.

BARCA D. C. et al. Influence of ceramic thickness and light-curing time on long-term μ TBS between silicabased ceramic and human dentin. **J Adhesion Sci and Technol.** v. 31, 2017

BELLI R. et al. Chairside CAD/CAM materials. Part 1: Measurement of elastic constants and microstructural characterization. **Dent Materials.** v. 30, p. 1-15, 2016.

CASTRO, F. M. Efeito do preaquecimento de cimentos resinosos na resistência de união de cerâmica à dentina [Tese] Goiânia: Universidade Federal de Goiás; 2014.

CEKIC-NAGAS, I.; ERGUN, G.; LASSILA, L.V.J.; VALLITTU, P.K. Ceramic-dentin bonding: effect of adhesive systems and light-curing units. **J Adhes Dent.** v. 9, n. 1, p. 17-23, 2007.

CEKIC-NAGAS I., et al. Micro-shear bond strength of different resin cements to ceramic/glass-polymer CAD-CAM block materials. **J Prosth Research.** v. 60, p. 265–273, 2016.

CHEN C., et al. The fracture resistance of a CAD/CAM Resin NanoCeramic (RNC) and a CAD ceramic at different thicknesses. **Dent. Materials**. v. 30, p. 954–962, 2014.

DELLA BONA A., CORAZZA B. P. H. e ZHANG Y. Characterization of a polymer-infiltrated ceramic-network material. **Dent. Materials**. v. 30, p. 564–569, 2014.

EGILMEZ F., et al. Light Transmission of Novel CAD/CAM Materials and Their Influence on the Degree of Conversion of a Dualcuring Resin Cement. **J Adhesive Dent**. v. 19, n. 1, p. 39-48, 2017.

EL-DEEB H. A., EL-AZIZ S. A. e MOBARAK E. H. Effect of preheating of low shrinking resin composite on intrapulpal temperature and microtensile bond strength to dentin. **J Adv Research**. v. 6, p. 471–478, 2015.

EL ZHAWIA, H., et al. Polymer infiltrated ceramic network structures for resistance to fatigue fracture and wear. **Dent Materials**. v. 30, p. 1352–1361, 2016.

ELSAKA S. E. Bond Strength of Novel CAD/CAM Restorative Materials to Self-Adhesive Resin Cement: The Effect of Surface Treatments. **J Adhesive Dent**. v. 16 p. 531–540 2014.

ELDAFRAWY M. et al. Bonding to CAD-CAM Composites: An Interfacial Fracture Toughness Approach. **J Dent Res**. v. 97, n. 1, p. 60–67, 2018.

FRANKENBERGER R. et al. Adhesive luting of new CAD/CAM materials. **Int J Comp Dent**. v.18, n. 1, p. 9–20 ,2015.

GALE M. S. e DARVELL B. W. Thermal cycling procedures for laboratory testing of dental restorations. **J Dent**. v. 27, n. 2, p. 89-99, 1999.

GÜNGÖR M. B., et al. Effect of surface treatments on shear bond strength of resin composite bonded to CAD/CAM resin-ceramic hybrid materials. **J Adv Prosthodont**. v. 8 p. 259-266, 2016.

JOHNSON G.H. et al. Simplified cementation of lithium disilicate crowns: Retention with various adhesive resin cement combinations. **J Prosth.** p. 1-7, 2017.

KASSOTAKIS E. M. et al. Evaluation of the Effect of Different Surface Treatments on Luting CAD/CAM Composite Resin Overlay Workpieces. **J Adhes Dent**, v.17 p. 521–528, 2015.

KREJCI I. E 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** (Short Communication), p. 1-3, 2016.

KIREMITÇI, A.; YALÇIN, F.; GÖKALP, S. Bonding to enamel and dentin using self-etching adhesive systems. **Quintessence Int**, v. 35, n. 5, p. 367-70, 2004.

LOOMANS B.A.C. Effect of different surface treatment techniques on the repair strength of indirect composites. **J Dent.** v. 59, p. 18–25, 2017.

MAENOSONO, R.M., et al. Diode laser irradiation increases microtensile bond strength of dentin. **Braz Oral Res [online]**. v. 29, n.1, p. 1-5, 2015.

MAROCHO S. M. S., et al. Effect of Resin Cement Type on the Microtensile Bond Strength to Lithium Disilicate Ceramic and Dentin Using Different Test Assemblies. **J Adhes Dent.** v. 15, n. 4, p. 361-368, 2013.

MESMAR S. et al. Interfacial Fracture Toughness of Adhesive Resin Cement—Lithium-Disilicate/Resin-Composite Blocks. **J Prosth.** 00, p. 1–9, 2017.

ÖZCAN M. e VOLPATO C. A. M. Surface Conditioning and Bonding Protocol for Polymer-infiltrated Ceramic: How and Why? **J Adhes Dent.** v. 18, n. 2, p. 174-175, 2016.

PASHLEY DH, CARVALHO RM, SANO H, NAKAJIMA M, YOSHIYAMA M, SHONO Y. et al. The microtensile bond test: a review. **J Adhes Dent**. v. 1, n. 4, p. 299-309, 1999.

PARK J. e CHOI Y. Microtensile bond strength and micromorphologic analysis of surface-treated resin nanoceramics. **J Adv Prosthodont**. v. 8, p. 275-84, 2016.

PEUMANS M., et al. Bonding Effectiveness of Luting Composites to Different CAD/CAM Materials. **J Adhes Dent**. v. 18, n. 4, p. 289-302, 2016.

PISANI-PROENÇA J. P., et al. Influence of different surfasse conditioning protocols on microtensile bond strength of self-adhesive resin cements to dentin. **J Prosthet Dent**. v. 105, n. 4, p. 227-235, 2011.

QUEIROZ J.R.C. et al. Influence of acid-etching and ceramic primers on the repair of a glass ceramic. **Gen Dent**. p. e79-e85, 2012.

REIS A. et al. Moisture Spectrum of Demineralized Dentin for Adhesive Systems with Different Solvent Bases. **J Adhes Dent**. v. 5, n. 3, 2003.

REIS A. et al. The influence of storage time and cutting speed on microtensile bond strength. **J Adhes Dent**. v. 6, n. 1, 2004.

SANO H. et al. Relationship between surface area for adhesion and tensile bond strength: evaluation of a microtensile bond test. **Dent Mater**. v. 10, p. 236-40, 1994.

SCHWENTER J. et al. Adhesive bonding to polymer infiltrated ceramic. **Dent Mater J**. v. 35, n. 5, p. 796–802, 2016.

SPITZNAGEL F. A., et al. Horvath. Adhesive Bonding to Hybrid Materials: An Overview of Materials and Recommendations. **Mat Update - Adhes and Hybrids**. v. 37, n. 9, p. 630-637, 2016.

TIAN T. et al. Evaluation of microtensile bond strength on ceramic-resin adhesion using two specimen testing substrates. **Int J Adhesion & Adhesives**. v. 54, p.165–171, 2014.

TSUJIMOTO A. et al. Influence of Thermal Cycling on Flexural Properties and Simulated Wear of Computer-aided Design/Computer-aided Manufacturing Resin Composites. **Op Dent**. v. 41, n. 5, p. 000-000, 2016.

VANDERLEI A. D. Durabilidade da resistência adesiva entre uma cerâmica feldspática e cimento resinosos: efeito do tipo de adesivo e do cimento resinoso [dissertação]. São José dos Campos: Faculdade de Odontologia de São José dos Campos, Universidade Estadual Paulista; 2008.

WENDLER M. et al. Chairside CAD/CAM materials. Part 2: Flexural strength testing. **Dent Materials press**. v. xx, p. x-xx, 2016.

APENDICE A – Artigo (Revista JPD)

EFEITO DE TRATAMENTOS DE SUPERFÍCIE NA RESISTÊNCIA À MICROTRAÇÃO DE DUAS CERÂMICAS HÍBRIDAS.

RESUMO

Exposição do problema: O recente desenvolvimento do projeto auxiliado por computador baseado em polímero e os blocos de fresagem fabricados auxiliados por computador (CAD / CAM) e o conhecimento limitado sobre a seleção correta do tratamento de superfície e dos princípios biomecânicos tornam relevante o estudo desses materiais para definir o protocolo de cimentação correto para essas restaurações indiretas.

Justificativa: O objetivo deste estudo foi avaliar o efeito de quatro tipos diferentes de tratamentos superficiais em duas cerâmicas infiltradas por polímero na resistência à microtração após cimentação com cimento autocondicionante / autoadesivo em dentina humana extraída de terceiros molares sendo submetido ao envelhecimento hidrotérmico.

Material e Métodos: Os materiais estudados foram Lava Ultimate (3M ESPE - St. Paul, MN, EUA), VITA Enamic (Vita Zahnfabrik - Bad Sackingen, Alemanha) e IPS E.max CAD (Ivoclar Vivadent - Schaan Liechtenstein). Blocos de 0,4x1x1cm Blocos de cada material foram submetidos a 4 tipos diferentes de tratamentos superficiais: 10% de ácido hidrófluórico e silano (HF) Jateamento com 50 µm de óxido de alumínio e silano (O); Jateamento com Rocatec® 30 µm e silano (R); e aplicação de Monobond Etch & Prime (M), então cimentado em dentina humana. O conjunto foi cortado para obter micro-bastões. Metade das amostras foi submetida à termociclagem e, posteriormente, ao teste de microtração. As amostras designadas para análises qualitativas foram submetidas a perfilometria óptica, microscopia eletrônica de varredura (MEV) e espectrometria de energia dispersiva (EDS). Os dados obtidos foram submetidos às análises estatísticas de variância (ANOVA) e teste de comparação múltipla de peru.

Resultados: Os testes mostraram uma diminuição estatisticamente significativa na força de microtração para Vita Enamic tratada com jateamento de óxido de alumínio após termociclagem e para Lava Ultimate tratada com ácido fluorídrico e Monobond Etch & Prime após termociclagem.

Conclusão: Os materiais à base de polímeros de nova geração testados neste estudo Lava Ultimate e Vita Enamic devem ser tratados com jateamento de areia e ácido hidrófluórico, respectivamente, para promover uma melhor rugosidade superficial e posterior cimentação indireta.

Palavras-chave: Resina nano cerâmica, material CAD / CAM, dissilicato de lítio, cerâmica infiltrada de polímero

INTRODUÇÃO

A tecnologia “Computer-aided-design, computer-aided-manufacturing” (CAD-CAM), através de impressões ópticas intra e extra-orais, promove melhores resultados em termos de precisão, forma anatômica e adaptação das restaurações através de um dispositivo eletrônico de fresagem de blocos de diversos materiais, pelo comando de softwares simples de se utilizar. (KASSOTAKIS et al., 2015; PARK e CHOI, 2016; WENDLER et al., 2016).

Atualmente, as mais recentes gerações de materiais à base de resinas compostas para CAD/CAM são providas da nano-tecnologia por partículas de cerâmicas. Estes materiais permitem, ainda, boa adesão ao substrato dental e são fáceis de ajustar, polir e reparar. (ELSAKA, 2014; KASSOTAKIS et al., 2015; PARK E CHOI, 2016; WENDLER et al., 2016). Termos como “Cerâmicas Híbridas, “Polímeros infiltrados por cerâmica” ou “Resinas nanocerâmicas” vêm sendo utilizados para nomear estes recentes materiais restauradores desenvolvidos para CAD/CAM. (CHEN et al., 2014; BADAWI et al., 2016; BELLI et al., 2016).

Os materiais Lava Ultimate (3M ESPE, St. Paul, MN, USA), e Vita Enamic (Vita Zahnfabrik; Bad Sackingen, Germany), pertencem a uma mesma classe de materiais, tendo uma matriz resinosa e cargas cerâmicas. No entanto, por serem fabricados de forma diferente, podem apresentar comportamentos diferentes. (BELLI et al., 2016).

O material Lava Ultimate é considerado uma resina nanocerâmica com base no produto FiltekSupreme Ultra polimerizável (3M, St. Paul, MN, EUA), contendo sílica coloidal nanométrica dispersa e partículas esféricas de zircônia na forma aglomerada e não aglomerada (80% em peso, 65% em volume), incorporado numa resina de dimetacrilato, sendo pré-polimerizado industrialmente em forma de bloco sob condições ideais de temperatura e pressão, possuindo módulo de elasticidade semelhante à dentina, em torno de 12.8 GPa. (BADAWI et al., 2016; BELLI et al., 2016; KREJCI et al., 2016; PARK E CHOI, 2016).

A Vita Enamic é outro material composto de resina nanocerâmica contendo uma fase de vidro reforçada (86% de cerâmica inorgânica, de acordo com o fabricante) e uma fase polimérica (14% de conteúdo de polímero orgânico; dimetacrilato de uretano e dimetacrilato de tri-etilenoglicol), formando uma estrutura de rede dupla com uma estrutura cerâmica porosa presente numa matriz cerâmica sinterizada. (BADAWI et al., 2016; BELLI et al., 2016).

O tratamento de superfície adequado das restaurações indiretas CAD/CAM desempenha um papel fundamental em seu processo de adesão, que por sua vez, representa um dos principais fatores que contribuem para seu comportamento clínico e longevidade da restauração. (PISANI-PROENÇA et al., 2011; ELSAKA, 2014; KASSOTAKIS et al., 2015; PARK E CHOI, 2016).

A adesão é dependente de uma forte ligação química entre o cimento e a restauração, produzida após tratamento superficial da peça. As técnicas atuais para se produzir essas rugosidades incluem abrasão com instrumentos rotatórios, abrasão por jateamento, corrosão ácida ou combinação destas técnicas. (KREJCI et al., 2016; PARK E CHOI, 2016; LOOMANSA, 2017).

A possibilidade de se confeccionar e/ou seccionar diferentes formatos de peças a partir dos blocos usados em CAD/CAM beneficia a realização de testes laboratoriais diferenciados e com alta relevância clínica, podendo, ainda, servir como controle de qualidade destes materiais. (WENDLER et al., 2016). O teste de microtração proporciona uma avaliação mais consistente da distribuição das tensões e dos valores de resistência adesiva com menores falhas coesivas. (TIAN et al., 2014; EL-DEEB, EL-AZIZ e MOBARAK, 2015; MAENOSONO et al., 2015; PARK e CHOI, 2016).

Torna-se essencial a melhora da resistência adesiva entre os materiais restauradores indiretos e os cimentos, visto que a cimentação é o principal fator no sucesso das próteses fixas. (CEKIC-NAGAS et al., 2016; PEUMANS et al., 2016; EGILMEZ et al., 2017).

2. MATERIAIS E MÉTODOS

Após submissão e aprovação do Comitê de Ética em Pesquisa da Universidade Federal de Juiz de Fora (CEP-UFJF) sob o parecer de número 2.338.199, foi seguida a seguinte metodologia:

2.1 Preparação dos espécimes dentários:

Foram utilizados 08 terceiros molares humanos hígidos, extraídos, coletados no Banco de Dentes Humanos da Faculdade de Odontologia da Universidade Federal de Juiz de Fora (FO/ UFJF), os quais foram inicialmente higienizados com ponta ultrassônica (PROFI II, Dabi Atlante, Brasil) e polimento com escova de Robinson e pasta de pedra pomes (ASFER, Brasil) com água, sendo, em seguida armazenados em recipiente com água destilada e solução de timol 0,1%, sob refrigeração de 4°C, por 24 horas, para desinfecção.

Todos os dentes foram fixados em resina acrílica auto polimerizável incolor (Jet - Artigos Odontológicos Clássico Ltda), até 1mm aquém do nível da junção amelo-cementária, com o longo eixo do dente vertical e perpendicular à base do cilindro.

Após a fixação dos dentes, as faces oclusais foram cortadas 2 mm abaixo do sulco principal de cada terceiro molar em cortadeira de precisão (IsoMet® 1000 Precision Saw, Buehler, Lake Buff – IL, EUA), com disco de corte diamantado Extec High Concentration (Extec, Enfield – CT, EUA), expondo a dentina da porção coronária. Em seguida foram

utilizadas lixas de granulação 320 e 600, respectivamente, durante 30s para a planificação da dentina e padronização da smear layer.

Após estes procedimentos, as amostras foram reservadas em recipientes plásticos com água destilada, por 24 horas em estufa, à temperatura de 37°C até a realização dos procedimentos de cimentação.

2.2 Materiais Utilizados:

Os materiais utilizados neste estudo, bem como suas respectivas marcas comerciais, fabricantes e lotes estão apresentados na tabela 1:

Marca Comercial	Tipo de material	Fabricante	Lote
LAVA Ultimate	Resina Nano Cerâmica	3M ESPE	1716000547
Vita Enamic	Cerâmica infiltrada por polímeros	Vita Zahnfabrik	41720
IPS E.max CAD	Dissilicato de Lítio	Ivoclar Vivadent	W04573
Rely X Ceramic Primer	Silano	3M ESPE	N822741
Condac Porcelana	Ácido Hidrofluorídrico a 10%	FGM	040417
Monobond etch and prime	Primer cerâmico	Ivoclar Vivadent	V09353
Óxido de Alumínio – Bio-Art	Pó de Óxido de Alumínio (50nm)	Bio Art	50390
Rely X U200	Cimento resinoso autocondicionante/ autoadesivo	3M ESPE	1712800139
Rocatec Soft	Sílica revestida	3M ESPE	388318

Tabela 2: Nomes comerciais, tipos de material, fabricantes e lotes dos produtos utilizados nos experimentos.

2.3 Preparação dos Materiais Restauradores:

Foram utilizados 08 blocos para fresagem em CAD/CAM dos materiais, Lava Ultimate (n=2) (3M ESPE - St. Paul, MN, USA), VITA Enamic (n=4) (Vita Zahnfabrik - Bad Sackingen, Germany) e IPS E.max CAD (n=2) (Ivoclar Vivadent - Schaan Liechtenstein) como comparativo de uma cerâmica com padrão de tratamento de superfície bem estabelecido em relação aos dois primeiros materiais (cerâmicas híbridas).

Em primeiro momento (M1) com o objetivo de se criar espécimes para análises qualitativas dos materiais, 2 blocos de cada um dos materiais foram arredondados com lixas d'água de granulação #180 sob irrigação em politriz EcoMet® 250 Grinder Polisher (Buehler, Lake Buff – IL, EUA) formando cilindros. Para isso a própria haste metálica dos blocos foi utilizada como padronização do diâmetro dos espécimes, resultando em cilindros de 12 mm de diâmetro. Em seguida, cada um dos cilindros foram cortados em cortadeira de precisão (IsoMet® 1000 Precision Saw, Buehler, Lake Buff – IL, EUA), com disco de corte diamantado Extec High Concentration (Extec, Enfield – CT, EUA) gerando vinte pastilhas com dimensões padrão de 12 x 1,2 mm de cada um dos materiais (n=60), seguindo a norma ISO 6872, (Figura 04). Os dois lados das pastilhas foram regularizados com lixas d'água de granulação #180 e

#600 e receberam acabamento com lixas d'água de granulação #1200 (Norton Saint-Gobain, São Paulo, Brasil).

As pastilhas do material IPS E.max CAD, foram cristalizadas em forno Programat EP 5000 (Ivoclar Vivadent – Schaan, Liechtenstein) sob temperatura máxima de 840°C durante um ciclo de 7 minutos.

Em segundo momento (M2), foram utilizados 2 blocos do material VITA Enamic, escolhido aleatoriamente, que após cortados, nas mesmas condições descritas anteriormente, porém sem arredondamento, geraram oito pastilhas com dimensões de 15 x 4 mm, seguindo a norma ISO/ TS 11405, para cimentação nos dentes e posterior execução do teste de microtração.

2.4 Tratamento das superfícies:

Imediatamente antes de cada tratamento de superfície, as pastilhas de cada um dos materiais foram lavadas em banho ultrassônico (Lavadora Ultrassônica Cristófoli – Paraná – Brasil) em álcool isopropílico (Farmácia de Homeopatia e Manipulação – Juiz de Fora – MG – Brasil) durante oito minutos.

Para M1, as 20 pastilhas de cada material foram divididas em 4 grupos de acordo com cada tratamento de superfície (n=5), sendo que em cada grupo, 03 pastilhas foram selecionadas aleatoriamente para o tratamento de superfície, 01 para análise sem tratamento e 01 como reserva:

Grupos sem tratamento de superfície:

01 espécime de cada material de M1 não receberá tratamento de superfície com o objetivo de estabelecer padrão comparativo nos testes qualitativos (grupo controle).

Grupos submetidos ao ácido hidrófluorídrico a 10%:

03 espécimes de cada material de M1 (n=12) receberam aplicação de ácido hidrófluorídrico 10%, durante 20s e em seguida lavadas com spray de ar e água pelo dobro do tempo do condicionamento. Em seguida foi aplicado 1 camada de silano RelyX Ceramic Primer com uso de um Microbrush (Vigodent, Brasil) por 60 segundos.

Grupo submetido ao Monobond Etch and Prime:

03 espécimes de cada material de M1 (n=12) receberam aplicação de Monobond Etch and Prime, durante 20s e em seguida lavadas com spray de ar e água pelo dobro do tempo do condicionamento. Pelas propriedades deste agente condicionante e recomendações do fabricante, não fora aplicado silano.

Grupos submetidos à jateamento com óxido de alumínio:

03 espécimes de cada material de M1 (n=12) receberam jateamento com óxido de alumínio (50 µm) por 10s a uma distância de 1,5cm e angulação de 45° através do jateador Dento-Prep™ (RØNVIG A/S) com pressão de 2,8 bar. Em seguida os espécimes receberam

aplicação de silano RelyX Ceramic Primer com uso de um Microbrush (Vigodent, Brasil) por 60 segundos.

Grupo submetido à jateamento com Rocatec®:

03 espécimes de cada material de M1 (n=12) receberam jateamento com Rocatec® (30 µm) por 15s a uma distância de 1,5cm e angulação de 45° através do jateador Dento-Prep™ (RØNVIG A/S) com pressão de 2,8 bar. Em seguida os espécimes receberam aplicação de silano RelyX Ceramic Primer com uso de um Microbrush (Vigodent, Brasil) por 60 segundos.

2.5 Procedimento de Cimentação:

Para a cimentação das pastilhas confeccionados em M2 foi utilizado o cimento autocondicionante/ autoadesivo Rely X U200 (3M ESPE - St. Paul, MN, USA), manipulado de acordo com as recomendações do fabricante. Após aplicação do cimento sobre cada pastilha com o auxílio de uma espátula de metal, o conjunto pastilha/ cimento foi cuidadosamente posicionado sobre cada espécime dentário e submetido a uma pressão produzida por um peso de 750g através de um dispositivo específico para esse fim, promovendo espalhamento e homogeneização da película de cimento. Após remoção dos excessos de cimento com Microbrush, o material foi fotoativado por 20s em cada uma das faces do conjunto através de dispositivo fotopolimerizador VALO (Ultradent – South Jordan, UT, USA) com intensidade de 1400mW/cm². O conjunto foi armazenado em água destilada em estufa (Olidex - Ribeirão Preto, São Paulo, Brasil) sob temperatura de 37°C por um período de 24h antes da obtenção dos espécimes para o teste de microtração.

2.6 Obtenção dos espécimes para o teste de Microtração:

Após armazenagem, os espécimes foram secos com jatos de ar e em seguida, fixados em um dispositivo metálico de base plana adaptável à máquina de cortes (Isomet™ 1000 – Buehler, Lake Bluff, IL, EUA). Foram realizados cortes paralelos e seriados primeiramente no sentido mesio-distal com distancia de 1,3 mm, totalizando uma média de 6 cortes. Em seguida, a base metálica foi posicionada em 90°, em relação ao primeiro seccionamento, e 6 novos cortes foram realizados no sentido vestibulo-lingual, obtendo-se espécimes em forma de palitos com espessura de aproximadamente 1 mm², (Figura 01). Em seguida, um corte no sentido perpendicular ao longo eixo das amostras separou a base acrílica do conjunto dente/cimento/cerâmica. Os espécimes obtidos da porção periférica de cada bloco cerâmico foram descartados, para assegurar a padronização de espessura do cimento e a não cimentação em esmalte, totalizando, para cada dente, em média, 16 palitos como corpos de prova. A área de cada palito foi registrada com o auxílio de um paquímetro digital para posterior utilização na obtenção de unidade de medida específica. Os corpos de prova

selecionados foram armazenados em recipientes plásticos separados, de acordo com o dente correspondente, com água destilada em estufa à 37°C, por 24 horas.

2.7 Termociclagem (TC):

Metade dos corpos de prova obtidos de cada dente foram selecionados aleatoriamente para simulação de envelhecimento pela termociclagem. Os corpos de prova de cada dente foram envoltos separadamente por tecido delgado, que permitisse a passagem de água e em seguida amarrados com elásticos de cores diferentes de modo a diferenciar os dentes correspondentes. Os grupos foram fixados no recipiente metálico de uma Termocicladora (521-D – Ethik Technology/ Nova Ética – Vargem Grande Paulista - SP) e submetidos a 10.000 ciclos alternados em água destilada a 55°C e 5°C por 30s cada, com intervalo de troca de 5s.

2.8 Teste de Resistência à Microtração:

Para o teste de resistência à microtração os corpos de provas envelhecidos e não envelhecidos termicamente foram agrupados de acordo com o dente de origem e em seguida foram fixados individualmente, o mais paralelo possível ao longo eixo de um dispositivo metálico específico para o teste de microtração, através de um adesivo à base de cianoacrilato (Loctite Super Bonder Gel Control, Henkel Ltda, São Paulo, Brasil), em ambas as extremidade de cada corpo de prova, de modo que a interface adesiva permanecesse posicionada perpendicularmente ao eixo longitudinal do dispositivo de microtração. O conjunto foi posicionado na máquina universal de testes (EMIC, DL-1000 - São José dos Campos/SP, Brasil), sendo os ensaios realizados com célula de carga de 20N e padronização da velocidade de movimento de 0,5 mm/minuto, segundo padrão ISO TR 11405.

Após o acionamento da máquina até o momento da ruptura da união, os valores referentes à resistência de ruptura de cada corpo de prova foram calculados automaticamente pelo software da máquina a partir da razão entre força máxima (Kgf) e área transversal da interface adesiva (cm²) previamente fornecida, obtendo-se valores em megapascal (MPa).

2.8.1 Análise da Fratura:

Após o ensaio mecânico de microtração foi efetuada a análise do padrão das fraturas, em todos os espécimes, com auxílio de uma lupa estereoscópica (Carl Zeiss - Brasil) com aumento de quarenta vezes, determinando fraturas classificadas da seguinte forma:

- Fraturas Adesivas (A): rompimento da união à nível da interface dentina/ cimento resinoso ou cerâmica/ cimento resinoso.
- Fraturas Coesivas (C): rompimento da união à nível do tecido dentinário ou do cimento ou da cerâmica.
- Fraturas Mistas (M): rompimento coesivo na cerâmica + cimento resinoso e dentina.

2.9 Análises complementares:

Para caracterização superficial e cristalográfica, serão realizadas análises complementares nos espécimes preparados em M1. As amostras analisadas não serão submetidas à ciclagem térmica ou mecânica.

2.9.1 Perfilometria:

As amostras preparadas em M1 foram utilizadas para avaliação da morfologia superficial, através do perfilômetro óptico digital (Wyko, NT 1100, Veeco - Tucson, USA), conectado a um PC com software de imagem (Vision 32, Veeco – Tucson, USA) para realização de micrografia de superfície (análise qualitativa da geometria tridimensional - 3D) e mensuração da rugosidade superficial.

2.9.2 Microscopia eletrônica de varredura (MEV):

Para a análise visual da superfície microscópica das amostras antes e após os tratamentos de superfície, foi utilizado um Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV-FEG) TESCAN (MIRA3 – Kohoutovice/ República Tcheca) em alto vácuo com auxílio de detector de elétrons secundários ETD, com aumentos de 100, 500, 2.000, 5000 e 10.000x.

2.9.3 Espectrometria por Energia Dispersiva de Raios X (EDS):

A espectroscopia por dispersão de energia será realizada utilizando-se MEV TESCAN (MIRA3 – Kohoutovice/ República Tcheca) e utilizando o sistema EDS X-Max^N (Oxford Instruments – United Kingdom). As leituras de cada amostra foram realizadas a uma distância de trabalho de 12 mm e 20 kV de voltagem de aceleração.

2.10 Análises estatísticas:

Os valores numéricos obtidos por meio da perfilometria óptica foram submetidos à análise estatística descritiva (média e desvio padrão) e ao modelo estatístico da análise de variância (ANOVA 1-fator) e teste de comparações múltiplas de Tukey (5%) a fim de se comparar as diferenças estatísticas entre os grupos.

Os valores numéricos obtidos por meio do teste de microtração do material VITA ENAMIC tratado com ácido hidrofúorídrico a 10% foram submetidos à análise estatística descritiva (média e desvio padrão) e ao modelo estatístico de comparação entre grupos (Unpaired t-test) a fim de avaliar a influência do envelhecimento por meio da termociclagem na resistência à microtração. As análises estatísticas foram obtidas por meio dos softwares MINITAB (Minitab, version 17, 2013) e PRISM (versão 6.01, GraphPad, 2012). Valores de probabilidade ($p < 0,05$) foram considerados como estatisticamente significantes.

3. RESULTADOS

3.1 Microtração:

Os dados da estatística descritiva referentes aos valores de resistência a microtração dos materiais Emax, VITA Enamic e Lava Ultimate e respectivos tratamentos, com e sem termociclagem estão representados nas tabelas 02, 03 e 04.

	EMAX - Monobond - (SEM TC)	EMAX - Monobond - (COM TC)	EMAX - HF 10% (SEM TC)	EMAX - HF 10% (COM TC)	EMAX - Rocartec - (SEM TC)	EMAX - Rocartec - (COM TC)	EMAX - OX. AL. (SEM TC)	EMAX - OX. AL. (COM TC)
Number of values	50	50	55	55	30	30	45	45
Mean	3,926	3,444	3,322	2,820	9,935	8,259	3,176	4,502
Std. Deviation	8,541	5,118	5,135	2,839	9,286	7,527	3,557	6,313
Coefficient of variation	217,55%	148,61%	154,59%	100,67%	93,47%	91,13%	111,98%	140,24%

Tabela 02: Estatística descritiva de cada tratamento de superfície com e sem termociclagem para o grupo Emax.

Os tratamentos de superfície para o grupo Emax influenciaram de maneira estatisticamente significativa a resistência à microtração ($p < 0,0001$), sendo que o grupo Rocartec apresentou os melhores resultados comparados aos outros tratamentos, tanto nos grupos termociclados quanto nos grupos não termociclados.

A comparação entre grupos termociclados e não termociclados para o mesmo tratamento de superfície não apresentou resultados estatisticamente significantes para nenhum tratamento ($p > 0,05$).

	ENAMIC - Rocatec (SEM TC)	ENAMIC - Rocatec (COM TC)	ENAMIC - Monobond - (SEM TC)	ENAMIC - Monobond - (COM TC)	ENAMIC - Ox. Al. - (SEM TC)	ENAMIC - Ox. Al. - (COM TC)	ENAMIC HF10%- SEM TC:	ENAMIC HF10% - COM TC:
Numero de valores	37	30	60	49	57	50	65	66
Média	16,01	13,70	20,34	18,59	22,84	16,95	20,36	23,26
Desvio Padrão	9,410	5,045	11,00	11,95	9,836	7,451	11,14	10,85
Coefficient e de variação	58,79%	36,81%	54,05%	64,31%	43,06%	43,95%	54,72%	46,66%

Tabela 03: Estatística descritiva de cada tratamento de superfície com e sem termociclagem para o grupo Enamic.

Os tratamentos de superfície para o grupo ENAMIC influenciaram de maneira estatisticamente significativa a resistência à microtração ($p = 0,024$), sendo que nos grupos sem termociclagem o grupo Ox. Al. apresentou resultados estatisticamente significante em relação ao grupo

Rocatec, enquanto nos grupos com termociclagem, o grupo HF apresentou resultados estatisticamente significantes em relação aos grupos Rocatec e Ox. Al.

A comparação entre grupos termociclados e não termociclados para o mesmo tratamento de superfície apresentou resultados estatisticamente significantes apenas para o grupo Ox. Al. ($p < 0,05$).

	LAVA - HF10% - (SEM TC)	LAVA - HF10% - (COM TC)	LAVA - Rocatec - (SEM TC)	LAVA - Rocatec - (COM TC)	LAVA - Ox. Al. (SEM TC)	LAVA - Ox. Al. (COM TC)	LAVA - Monobond - (SEM TC)	LAVA - Monobond - (COM TC)
Número de valores	43	40	21	22	46	35	55	43
Média	19,46	13,68	14,17	16,98	14,61	14,51	16,88	10,36
Desvio padrão	10,18	5,875	7,929	13,61	6,971	9,315	8,115	5,664
Coefficient e de variação	52,33%	42,95%	55,96%	80,16%	47,73%	64,19%	48,06%	54,69%

Tabela 04: Estatística descritiva de cada tratamento de superfície com e sem termociclagem para o grupo LAVA.

Os tratamentos de superfície para o grupo LAVA influenciaram de maneira estatisticamente significativa a resistência à microtração ($p = 0,027$), sendo que nos grupos sem termociclagem o grupo HF. apresentou resultados estatisticamente significantes em relação ao grupo Ox. Al., enquanto nos grupos com termociclagem, o grupo Rocatec apresentou resultados estatisticamente significantes em relação ao grupo Monobond.

A comparação entre grupos termociclados e não termociclados para o mesmo tratamento de superfície apresentou resultados estatisticamente significantes nos grupos HF e Monobond ($p < 0,05$).

3.2 Perfilometria:

Os dados da estatística descritiva referentes aos valores da influência do ácido hidrofúorídrico a 10%, Monobond Etch & Prime, Óxido de Alumínio e Rocatec sobre a superfície dos materiais E.max, VITA ENAMIC e Lava Ultimate através da avaliação pela perfilometria, estão representados nas tabelas 05, 06 e 07, respectivamente.

	E.max Puro	E.max HF 10%	E.max Monobond	E.max Ox. Al.	E.max Rocatec
Número de valores	5	15	15	15	15
Mínimo	250,7	522,8	227,3	1200	882,6
Máximo	392,4	660,9	579,7	1610	1080
Média	294,1	627	430,2	1425	992,3
Desvio Padrão	56,24	39,42	109,4	139,6	58,35
Coefficiente de Variação	19,12%	6,29%	25,42%	9,80%	5,88%

Tabela 05: Resultados da estatística descritiva para os valores de Perfilometria do material E.max (nm).

	ENAMIC Puro	ENAMIC HF 10%	ENAMIC Monobond	ENAMIC Ox. Al.	ENAMIC Rocatec
Número de valores	5	15	15	15	15
Mínimo	302,4	1150	264,1	1550	1010
Máximo	410,6	2220	639,4	2400	1540
Média	362,9	1648	428,3	1909	1303
Desvio Padrão	48,01	393,2	112,2	277,7	153
Coefficiente de Variação	13,23%	23,86%	26,20%	14,54%	11,74%

Tabela 06: Resultados da estatística descritiva para os valores de Perfilometria do material VITA ENAMIC (nm).

	LAVA Puro	LAVA HF 10%	LAVA Monobond	LAVA Ox. Al.	LAVA Rocatec
Número de valores	5	15	15	15	15
Mínimo	348,2	652,5	540,3	1720	1050
Máximo	464,8	911,4	678,2	2160	1300
Média	411,9	807,8	623,4	1917	1163
Desvio Padrão	46,49	57,67	36,67	147,4	81,98
Coefficiente de Variação	11,29%	7,14%	5,88%	7,69%	7,05%

Tabela 07: Resultados da estatística descritiva para os valores de Perfilometria do material LAVA Ultimate (nm).

Para avaliar a influência do tratamento de superfície nos diferentes materiais na perfilometria, os dados obtidos neste estudo foram submetidos ao modelo estatístico da análise de variância (ANOVA 1-fator). Após identificar diferença entre os grupos, os mesmos foram submetidos ao teste de comparações múltiplas de Tukey (5%) para identificar onde houve diferença estatística.

Em relação à comparação entre diferentes tratamentos de superfície para um mesmo material cerâmico, o teste Turkey demonstrou diferença estatística significativa entre todos os tratamentos para os grupos E.max e Lava Ultimate. Em contrapartida, o grupo VITA ENAMIC apresentou semelhança entre os espécimes sem tratamento (grupo controle) e os espécimes tratados com Monobond Etch & Prime, (Tabela 08).

Tratamento de superfície	E.max		ENAMIC		LAVA	
	Mean	*	Mean	*	Mean	*

Controle	294,10	A	362,90	A	411,90	A
HF 10%	627,00	B	1648,00	B	807,80	B
Monobond	430,20	C	428,30	A	623,40	C
Ox. Al.	1425,00	D	1909,00	C	1917,00	D
Rocatec	992,30	E	1303,00	D	1163,00	E

Tabela 08: Resultados do teste Tukey, para os valores de Perfilometria, quando realizada a Comparação entre tratamentos de superfície de uma mesma cerâmica.

*Diferentes letras maiúsculas revelam diferença estatística (Tukey) entre os tratamentos de superfície de uma mesma cerâmica.

A comparação entre cada um dos materiais cerâmicos em relação aos diferentes tratamentos de superfície segundo o teste Turkey está representada na tabela 09.

Tratamento de superfície	Emax		ENAMIC		LAVA		P valor
	Mean	*	Mean	*	Mean	*	
Controle	294,10	a	362,90	ab	411,90	b	0,021
HF 10%	627,00	a	1648,00	b	807,80	a	0,001
Monobond	430,20	a	428,30	a	623,40	b	0,001
Ox. Al.	1425,00	a	1909,00	b	1917,00	b	0,001
Rocatec	992,30	a	1303,00	b	1163,00	c	0,001

Tabela 09: Resultados do teste Tukey, para os valores de Perfilometria, quando realizada a comparação entre diferentes materiais cerâmicos, considerando cada um dos tratamentos de superfície. *Diferentes letras minúsculas revelam diferença estatística (Tukey) entre os tipos de materiais cerâmicos, quando cada um dos tratamentos de superfície foram analisados isoladamente.

3.3 Microscopia eletrônica de varredura (MEV):

Nas amostras tratadas com ácido fluorídrico (Figuras 03 e 04) é possível observar um maior aumento da rugosidade superficial nos materiais VITA Enamic e LAVA Ultimate em relação ao IPS E.max.

As amostras tratadas com Monobond demonstram que as ranhuras, apesar de presentes, não são tão evidentes indicando que este material provoca poucas alterações na superfície dos materiais analisados.

Nas imagens referentes aos tratamentos com óxido de alumínio (Figuras 05 e 06) e Rocatec (Figuras 07 e 08), é possível verificar semelhante aumento da rugosidade superficial, em virtude da ação das partículas jateadas sob pressão.

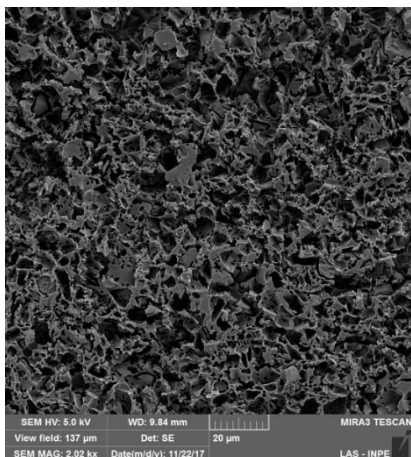


Figura 03–LAVA HF10% (2.000x)

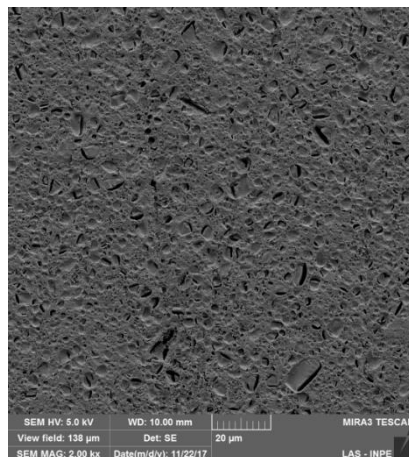


Figura 04–ENAMIC HF10% (2.000x)

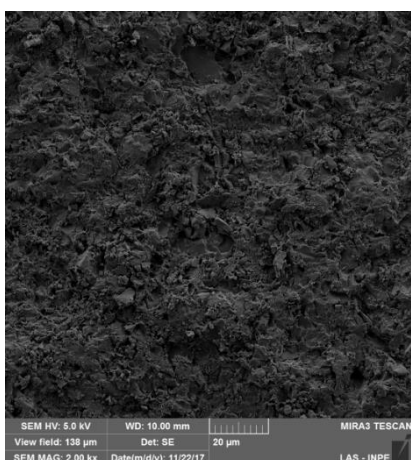


Figura 05 –LAVA Ox. Al. (2.000x)

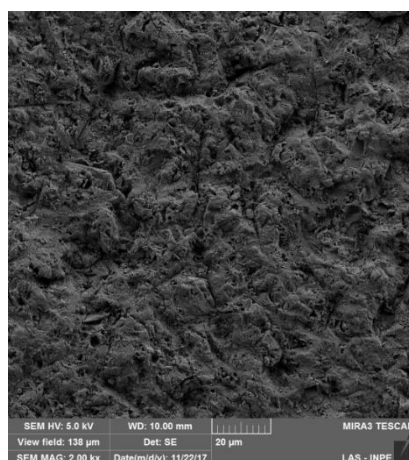


Figura 06 –ENAMIC Ox. Al. (2.000x)

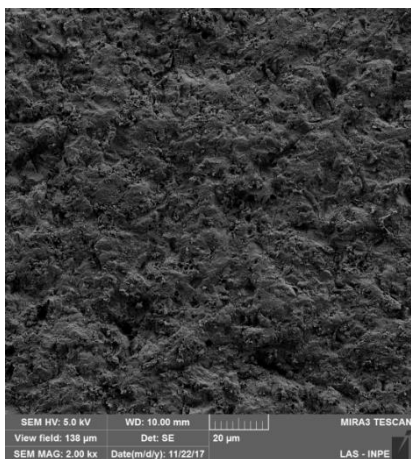


Figura 07 – LAVA Rocatec (2.000x)

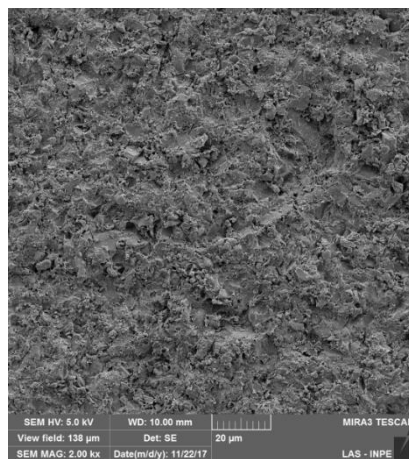


Figura 08 –ENAMIC Rocatec (2.000x)

3.4 Análise de modos de Falha (MEV):

A Micrografia por MEV esta apresentada na figura ?. A análise de falhas por MEV não foi realizada em todas as amostras devido ao grande número de espécimes gerados, inviabilizando a análise.

De maneira geral observou-se grande quantidade de falhas mistas, envolvendo principalmente o cimento, indicando eficácia na adesão à dentina e aos materiais após tratamentos de superfície.

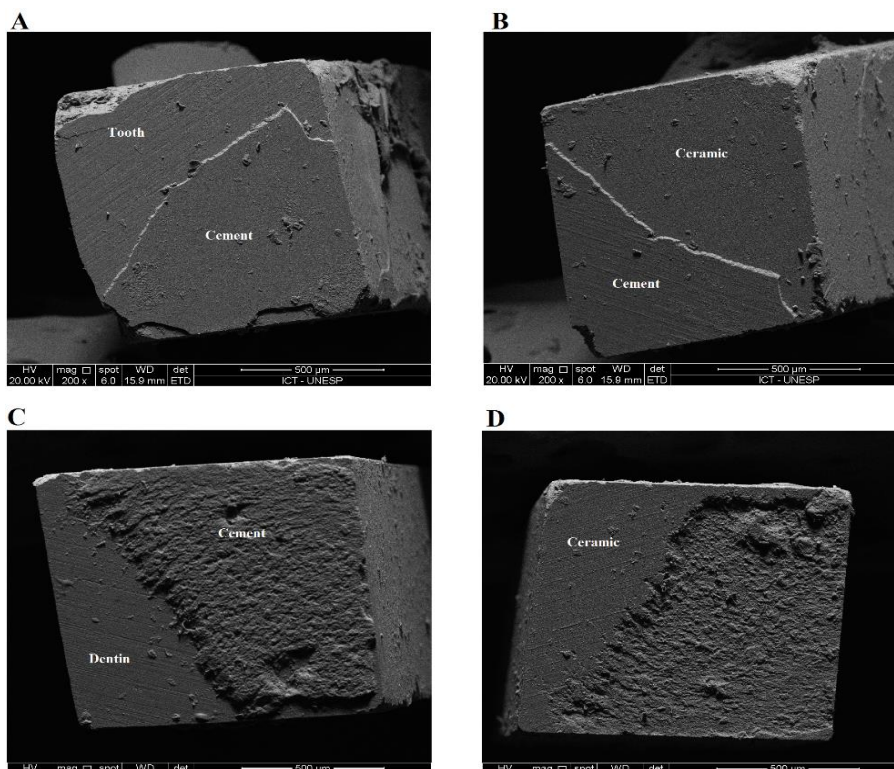


Figura 09 Exemplos de modos de falha observados ao MEV (200x). Falhas mistas (A-B: Lava-Monobon); (C-D: Enamic HF).

3.5 Espectrometria por energia dispersiva (EDS):

Os elementos e volume em peso (%) que compõem as amostras estão descritos na tabela a seguir:

	ZR	O	AL	C	NA	Si	k
EP	-	45,7	6,5	0,4	-	43,7	3,7
EHF	-	43,4	2,6	0,4	-	48,8	4,9
EO	-	48,6	6,5	0,4	-	40,6	3,9
ER	-	37,3	-	0,4	-	62,3	-
EM	-	37,6	13,9	0,4	6,0	36,0	6,0
VP	-	46,5	2,4	0,4	-	47,0	3,6
VHF	-	39,2	13,3	0,4	6,1	35,3	5,8
VO	16,9	42,3	0,6	0,4	-	39,8	-
VR	-	40,6	15,0	0,4	5,7	32,8	5,6
VM	-	40,0	13,6	0,4	5,9	34,5	5,7
LP	-	36,9	3,3	0,4	-	53,1	6,3
LHF	-	65,1	-	0,4	-	34,5	-

LO	-	53,9	9,8	0,4	3,5	27,6	4,9
LR	11,6	45,0	2,6	0,4	-	40,4	-
LM	-	46,0	-	0,4	-	53,6	-

Tabela 10: EDS. (E=Emax; V=Vita Enamic; L= Lava Ultimate; HF=Ácido Fluorídrico; O= Óxido de Alumínio; R= Rocatec; M= Monobond)

É possível observar que os elementos químicos presentes nas superfícies dos três materiais são semelhantes, apresentando altas concentrações de óxidos de sílica e alumínio.

4. DISCUSSÃO:

Os materiais avaliados no presente estudo representam um conceito bastante novo para um material odontológico, associando características de porcelana e compósitos à base de resina. Os novos blocos CAD / CAM “resina nano cerâmica” e “cerâmica híbrida” foram introduzidos no mercado com o objetivo de combinar os aspectos positivos de ambos os polímeros e cerâmicas, para obter propriedades vantajosas. Os fabricantes alegam que esses materiais são menos frágeis, mais fáceis de reparar / colar e possuem excelente usinabilidade e estabilidade de borda. (DELLA BONAA et al. 2014; MESMAR S. et al. 2017). O Vita Enamic é baseado em um material de rede cerâmica infiltrada com polímero que consiste em uma rede dominante (86% em peso) reforçada por uma rede de polímero acrílico (14%), com ambas as redes penetrando completamente uma na outra. Lava Ultimate é um nanocompósito de bloco à base de resina, composto de partículas de nanocerâmica de zircônia / sílica 80% em peso embebidas em uma matriz de resina altamente reticulada (20% em peso). (PEUMANS M., et al., 2016). O material PICN avaliado no presente estudo representa um conceito bastante novo para um material odontológico, associando características de porcelana e compósitos à base de resina. O objetivo do presente estudo foi avaliar a influência de 4 diferentes tratamentos de superfície na resistência à microtração de materiais CAD / CAM. A resistência adesiva à microtração e os modos de falha dependem de cada tipo de material e dos tratamentos de superfície específicos. (ABOUSHELIBA M. N. e SLEEM D., 2014; KIATLIN LIM et al., 2016; PARK J. e CHOI Y., 2016; PEUMANS M., et al., 2016; QUEIROZ J.R.C. et al., 2012).

Assim como indica o fabricante e a literatura, o tratamento ideal para resinas nanocerâmicas como o material LAVA ULTIMATE é o jateamento de partículas. (FRANKENBERGER R. et al., 2015; KASSOTAKIS E. M. et al., 2015; MESMAR S. et al., 2017; PARK J. e CHOI Y., 2016)

Park J. e Choi Y. (2016), demonstraram em seu estudo que o uso de HF promoveu menor rugosidade superficial e resistência adesiva do que a aplicação de jateamento por partículas como Rocatec, mesmo seguido da aplicação do agente de união silano. Além disso,

Kassotakis E. M. et al. (2015), demonstram que a utilização de jateamento por partículas de óxido de alumínio foi mais significativa no aumento da resistência à microtração do que o jateamento por partículas envolvidas por sílica evidenciando ainda, a importante efetividade da aplicação do silano no processo de tratamento da superfície neste material. Em contrapartida, alguns autores demonstraram efetividade no aumento da resistência adesiva no material LAVA ULTIMATE quando condicionamento por HF (ELSAKA S. E., 2014; KIATLIN LIM et al. 2016; PEUMANS M., et al., 2016).

Entre vários fatores, as propriedades mecânicas e a microestrutura dos materiais para CAD/CAM configuram um fator crítico que exerce influência importante nas propriedades adesivas e por consequência, na cimentação destes materiais (ABOUSHELIBA M. N. e SLEEM D., 2018; ELDAFRAWY M. et al., 2018; PEUMANS M., et al., 2016). Peumans et al. (2016) demonstrou em seu estudo que o material LAVA ULTIMATE obteve menores valores de adesão em relação ao material VITA ENAMIC, devido às propriedades mecânicas e diferenças microestruturais na composição de cada material testado.

No presente estudo a resistência à microtração entre os diferentes materiais testados não foi comparada devido às diferentes características microestruturais e propriedades de cada material, podendo afetar os resultados e invalidar o teste.

Clinicamente, as restaurações indiretas são cimentadas em tecidos dentais ou a materiais resinosos. Apesar de alguns autores não preconizarem a cimentação à estrutura dentária para o teste de microtração (ELSAKA S. E. , 2014; PEUMANS M., et al., 2016), no presente estudo os materiais testados foram cimentados ao substrato dentinário para melhor representar as condições clínicas destes materiais (ARMSTRONG S. et al. 2016)

O teste de microtração foi escolhido por fornecer uma estimativa mais precisa da resistência de união em comparação com o teste convencional de cisalhamento. O padrão de fratura no teste de cisalhamento frequentemente resulta em fratura de material coesivo dentro do substrato ao invés da interface, devido à geração de distribuição de tensão não homogênea durante o teste, o que também pode levar à interpretação inválida dos dados. Elsaka investigou o desempenho da colagem de Lava Ultimate e Enamic para o cimento resinoso autoadesivo Bifix SE (Voco) com resultados de TBS- μ muito diferentes, mas uma tendência similar em suas conclusões: Embora diferenças distintas entre os diferentes pré-tratamentos foram encontradas, o desempenho geral dos materiais testados foram promissores, e os valores de adesão deixaram claro que os valores registrados de μ -TBS eram altos o suficiente para resistir às forças mastigatórias na cavidade oral. Finalmente, torna-se essencial a melhora da resistência adesiva entre os materiais restauradores indiretos e os cimentos, visto que a cimentação é o principal fator no sucesso das próteses fixas. (CEKIC-NAGAS et al., 2016; PEUMANS et al., 2016; EGILMEZ et al., 2017). Desta

forma a correta seleção do tratamento superficial unido aos cimentos adequados e princípios biomecânicos assume importância significativa na cimentação de restaurações indiretas.

5. CONCLUSÃO:

A partir deste estudo, pode-se concluir:

- Os tratamentos de superfície foram capazes de alterar a rugosidade superficial dos materiais testados;
- Os efeitos dos tratamentos de superfície, frente ao cimento resinoso e ao teste de microtração, são dependentes de cada material cerâmico;
- A resistência à microtração é influenciada por cada tratamento de superfície empregado.
- Sugere-se mais estudos aprofundados em relação aos efeitos do envelhecimento hidrotérmico e que cada material seja estudado separadamente para avaliar seu comportamento em ambiente bucal e definir o melhor protocolo de cimentação.

REFERENCIAS

1. ABOUSHELIBA M. N. e SLEEM D. Microtensile Bond Strength of Lithium Disilicate Ceramics to Resin Adhesives. **J Adhesive Dent**, v. 16, n. 6, p. 547-552, 2014.
2. AWADA A., NATHANSON D. Mechanical properties of resin-ceramic CAD/CAM restorative materials. **J Prosth Dent**, v. 114, n. 4, p. 587-593, 2015.
3. BADAWYA R., EL-MOWAFYB O., TAM L. E. Fracture toughness of chairside CAD/CAM materials – Alternative loading approach for compact tension test. **Dent Materials**, v. 32, p. 847-852, 2016.
4. BELLI R. et al. Chairside CAD/CAM materials. Part 1: Measurement of elastic constants and microstructural characterization. **Dent Materials**, v. 30, p. 1-15, 2016.
5. CEKIC-NAGAS I., et al. Micro-shear bond strength of different resin cements to ceramic/glass-polymer CAD-CAM block materials. **J Prosth Research**, v. 60, p. 265 –273, 2016.
6. CHEN C., et al. The fracture resistance of a CAD/CAM Resin NanoCeramic (RNC) and a CAD ceramic at diferente thicknesses. **Dent. Materials**, v. 30, p. 954–962, 2014.
7. DELLA BONAA A., PEDRO H. CORAZZAB P. H., ZHANG Y. Characterization of a polymer-infiltrated ceramic-network material. **Dent. Materials**, v. 30, p. 564–569, 2014.
8. EGILMEZ F., et al. Light Transmission of Novel CAD/CAM Materials and Their Influence on the Degree of Conversion of a Dualcuring Resin Cement. **J Adhesive Dent**, v. 19, n. 1, p. 39-48, 2017.
9. EL-DEEB H. A., EL-AZIZ S. A. e MOBARAK E. H. Effect of preheating of low shrinking resin composite on intrapulpal temperature and microtensile bond strength to dentin. **J Adv Research**, v. 6, p. 471–478, 2015.
10. EL ZHAWIA, H., et al. Polymer infiltrated ceramic network structures for resistance to fatigue fracture and wear. **Dent Materials**, v. 30, p. 1352–1361, 2016.
11. ELSAKA S. E. Bond Strength of Novel CAD/CAM Restorative Materials to Self-Adhesive Resin Cement: The Effect of Surface Treatments. **J Adhesive Dent**, v. 16 p. 531–540 2014.
12. ELDAFRAWY M. et al. Bonding to CAD-CAM Composites: An Interfacial Fracture Toughness Approach. **J Dent Res**. V. 97(1) 60–67, 2018.
13. FRANKENBERGER R. et al. Adhesive luting of new CAD/CAM materials. **Int J Comp Dent**. 18(1): 9–20 ,2015.
14. GÜNGÖR M. B., et al. Effect of surface treatments on shear bond strength of resin composite bonded to CAD/CAM resin-ceramic hybrid materials. **J Adv Prosthodont**, v. 8 p. 259-266, 2016.

15. JOHNSON G.H. et al. Simplified cementation of lithium disilicate crowns: Retention with various adhesive resin cement combinations. **JPD**. 1-7, 2017.
16. KASSOTAKIS E. M. et al. Evaluation of the Effect of Different Surface Treatments on Luting CAD/CAM Composite Resin Overlay Workpieces. **J Adhes Dent**, v.17 p. 521–528, 2015.
17. KREJCI I. E 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** (Short Communication), p. 1-3, 2016.
18. LOOMANS B.A.C. Effect of different surface treatment techniques on the repair strength of indirect composites. **J Dent**, v. 59, p. 18–25, 2017.
19. MAENOSONO, R.M., et al. Diode laser irradiation increases microtensile bond strength of dentin. **Braz Oral Res [online]**. v. 29, n.1, p. 1-5, 2015.
20. MAROCHO S. M. S., et al. Effect of Resin Cement Type on the Microtensile Bond Strength to Lithium Disilicate Ceramic and Dentin Using Different Test Assemblies. **J Adhes Dent**, v. 15, n. 4, p. 361-368, 2013.
21. MESMAR S. et al. Interfacial Fracture Toughness of Adhesive Resin Cement— Lithium-Disilicate/Resin-Composite Blocks. **JPD**. 00, p.1–9, 2017.
22. ÖZCAN M. e VOLPATO C. A. M. Surface Conditioning and Bonding Protocol for Polymer-infiltrated Ceramic: How and Why? **J Adhes Dent**, v. 18, n. 2, p. 174-175, 2016.
23. PARK J. e CHOI Y. Microtensile bond strength and micromorphologic analysis of surface-treated resin nanoceramics. **J Adv Prosthodont**, v. 8, p. 275-84, 2016.
24. PEUMANS M., et al. Bonding Effectiveness of Luting Composites to Different CAD/CAM Materials. **J Adhes Dent**, v. 18, n. 4, p. 289-302, 2016.
25. PISANI-PROENÇA J. P., et al. Influence of different surfasse conditioning protocols on microtensile bond strength of self-adhesive resin cements to dentin. **J Prosthet Dent**, v. 105, n. 4, p. 227-235, 2011.
26. QUEIROZ J.R.C. et al. Influence of acid-etching and ceramic primers on the repair of a glass ceramic. **Gen Dent**. e79-e85, 2012.
27. SCHWENTER J. et al. Adhesive bonding to polymer infiltrated ceramic. **Dent Mater J**. 35(5): 796–802, 2016.
28. SPITZNAGEL F. A., et al. Horvath. Adhesive Bonding to Hybrid Materials: An Overview of Materials and Recommendations. **Mat Update - Adhes and Hybrids**, v. 37, n. 9, p. 630-637, 2016.
29. TIAN T., et al. Evaluation of microtensile bond strength on ceramic-resin adhesion using two specimen testing substrates. **Int J Adhesion & Adhesives**,v. 54, p.165–171, 2014.
30. WENDLER M. et al. Chairside CAD/CAM materials. Part 2: Flexuralstrength testing. **Dent Materials press**, v. xx, p. x-xx, 2016.

APENDICE B – Aprovação do CEP/ UFJF.



Continuação do Parecer: 2.338.199

norteadores da ética em pesquisa estabelecido na Res. 466/12 CNS e com a Norma Operacional N° 001/2013 CNS. Data prevista para o término da pesquisa: Maio de 2018.

Considerações Finais a critério do CEP:

Diante do exposto, o Comitê de Ética em Pesquisa CEP/UFJF, de acordo com as atribuições definidas na Res. CNS 466/12 e com a Norma Operacional N°001/2013 CNS, manifesta-se pela APROVAÇÃO do protocolo de pesquisa proposto. Vale lembrar ao pesquisador responsável pelo projeto, o compromisso de envio ao CEP de relatórios parciais e/ou total de sua pesquisa informando o andamento da mesma, comunicando também eventos adversos e eventuais modificações no protocolo.

Este parecer foi elaborado baseado nos documentos abaixo relacionados:

Tipo Documento	Arquivo	Postagem	Autor	Situação
Informações Básicas do Projeto	PB_INFORMAÇÕES_BÁSICAS_DO_PROJETO_971965.pdf	17/10/2017 23:21:16		Aceito
TCLE / Termos de Assentimento / Justificativa de Ausência	TCLE_Rafael_Spinelli.doc	06/10/2017 17:28:19	Fabiola Pessoa Pereira Leite	Aceito
Projeto Detalhado / Brochura Investigador	PROJETO_PESQ_Ceramicas_Hibridas_Rafael_Spinelli.docx	05/09/2017 22:51:12	Fabiola Pessoa Pereira Leite	Aceito
Declaração de Manuseio Material Biológico / Biorepositório / Biobanco	Biorrepositorio_Rafael_Spinelli.pdf	23/08/2017 00:36:49	Fabiola Pessoa Pereira Leite	Aceito
Folha de Rosto	Folha_de_Rosto_Rafael_Spinelli.pdf	23/08/2017 00:34:52	Fabiola Pessoa Pereira Leite	Aceito

Situação do Parecer:

Aprovado

Necessita Apreciação da CONEP:

Não

Endereço: JOSE LOURENCO KELMER S/N
 Bairro: SAO PEDRO CEP: 36.036-900
 UF: MG Município: JUIZ DE FORA
 Telefone: (32)2102-3788 Fax: (32)1102-3788 E-mail: cep.propesq@ufjf.edu.br