



UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA
"JÚLIO DE MESQUITA FILHO"
Campus de São José dos Campos
Instituto de Ciência e Tecnologia

LEONARDO CUSTÓDIO DE LIMA

**INFLUÊNCIA DO SUBSTRATO, CIMENTO E ENVELHECIMENTO NA
RESISTÊNCIA A FLEXÃO BIAXIAL DO DISSILICATO DE LÍTIO**

2017

LEONARDO CUSTÓDIO DE LIMA

**INFLUÊNCIA DO SUBSTRATO, CIMENTO E ENVELHECIMENTO NA
RESISTÊNCIA A FLEXÃO BIAxIAL DO DISSILICATO DE LÍTIO**

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado ao Instituto de Ciência e Tecnologia, Universidade Estadual Paulista (Unesp), Campus de São José dos Campos, como parte das exigências para a obtenção do grau de CIRURGIÃO-DENTISTA.

Orientador: Prof. Titular Dr. Estevão Tomomitsu Kimpara

Coorientador: Me. Jean Soares Miranda

São José dos Campos

2017

Instituto de Ciência e Tecnologia [internet]. Normalização de tese e dissertação [acesso em 2018]. Disponível em <http://www.ict.unesp.br/biblioteca/normalizacao>

Apresentação gráfica e normalização de acordo com as normas estabelecidas pelo Serviço de Normalização de Documentos da Seção Técnica de Referência e Atendimento ao Usuário e Documentação (STRAUD).

Lima, Leonardo Custódio de
Influência do substrato, cimento e envelhecimento na resistência a flexão biaxial do dissilicato de lítio / Leonardo Custódio de Lima. - São José dos Campos : [s.n.], 2017.
30 f. : il.

Trabalho de Conclusão de Curso (TCC) - Graduação em Odontologia -
Universidade Estadual Paulista (Unesp), Instituto de Ciência e Tecnologia,
São José dos Campos, 2017.
Orientador: Estevão Tomomitsu Kimpara.

1. Cerâmica. 2. Dissilicato de lítio. 3. Cimentação. 4. Envelhecimento. I.
Kimpara, Estevão Tomomitsu, orient. II. Universidade Estadual Paulista
(Unesp), Instituto de Ciência e Tecnologia, São José dos Campos. III.
Universidade Estadual Paulista 'Júlio de Mesquita Filho' - Unesp. IV.
Universidade Estadual Paulista (Unesp). V. Título.

BANCA EXAMINADORA

Prof. Titular Dr Estevão Tomomitsu Kimpara (Orientador)

Universidade Estadual Paulista (Unesp)

Instituto de Ciência e Tecnologia

Departamento de Materiais Dentários e Prótese

Prof^a. Assist. Dr^a. Paula Carolina Komori de Carvalho

Universidade Estadual Paulista (Unesp)

Instituto de Ciência e Tecnologia

Departamento de Materiais Dentários e Prótese

Prof. Assist. Dr. Eduardo Galera da Silva

Universidade Estadual Paulista (Unesp)

Instituto de Ciência e Tecnologia

Departamento de Odontologia Social e Clínica Infantil

São José dos Campos, 06 de novembro de 2017.

DEDICATÓRIA

Dedico este trabalho primeiramente a **Deus**, meu criador, que sempre iluminou meu caminho, me fez acreditar e deu forças para sempre seguir em frente. À Ele meu louvor e minha gratidão.

Ao meu **pai**, Leandro Hélio de Lima (*in memoriam*) que sonhou este sonho comigo e acompanhou de tão perto cada etapa que percorri. Por todo seu empenho, motivação e alegria em me ver realizar tudo isso, meu respeito e admiração a ele.

À minha **mãe**, Maria Eurides Custódio, meu exemplo de perseverança e luta, minha referência na vida pessoal e profissional, que sempre está do meu lado, me incentivando e cuidando de mim.

Ao meu **irmão**, Fabio Augusto Custódio de Lima, assim como aos meus padrinhos, avós e demais familiares.

Aos meus **colegas de república**, Daniel, Danilo, Marcus e Rafael pelos anos de convivência e partilha de aprendizado.

A minha **dupla** de atividades laboratoriais e clínicas, Letícia Torquato, que se mostrou uma verdadeira irmã e sempre será lembrada com muito carinho, e aos **amigos da faculdade**, Bruna Takamura, Gustavo de Souza, Joyce Arcanjo, Natália Gonçalves, Nathália Araújo, Monique Gerlach, Lucas Rodrigues e Thaynara Lima, com os quais a vivência clínica, os trabalhos e a partilha do conhecimento, tornou esta fase mais leve.

Aos meus **amigos de infância**, que sabem o quanto este momento é importante para mim e caminham ao meu lado há tanto tempo. Por sempre me apoiarem e serem um porto seguro na minha jornada: Alysson Luiz, Ana Gabriela, Ingrid Alves, Jacqueline Ferreira, Jéssica Insá, João Paulo, Lucas Hess, Maria Gabriela, Marina Marques e Patrícia Mury.

AGRADECIMENTOS

Agradeço ao **ICT**, Instituto de Ciência e Tecnologia da UNESP, por toda minha formação acadêmica, bem como aos docentes e funcionários, que sempre foram prestativos e passaram o seu conhecimento, contribuindo no meu crescimento.

Ao meu **orientador**, professor Dr Estevão Tomomitsu Kimpara, que se tornou referência de profissional para mim, pois me orientou em pesquisa, extensão, me incentivou a ser um estudante empenhado e comprometido. Por esses anos de trabalhos juntos, o meu muito obrigado.

Ao meu **coorientador** Jean Soares Miranda, que sempre foi extremamente solícito na execução das atividades laboratoriais, bem como na elaboração dos textos científicos.

Aos **colaboradores**, Ronaldo Luís Almeida de Carvalho e Aline Serrado de Pinho Barcellos, que também contribuíram na execução deste trabalho de conclusão de curso.

Ao **CNPq**, Conselho Nacional de Pesquisa, que financiou este projeto, permitindo que eu me dedicasse de forma mais íntegra no mesmo.

"Devemos sempre correr atrás dos nossos sonhos. Como um alimento, eles nos sustentam".

Celso Kasprzak

SUMÁRIO

RESUMO	7
ABSTRACT	8
1 INTRODUÇÃO	9
2 MATERIAL E MÉTODOS	11
3 RESULTADOS	22
4 DISCUSSÃO	25
5 CONCLUSÃO	28
REFERÊNCIAS	29

Lima LC. Influência do substrato, cimento e envelhecimento na resistência a flexão biaxial do dissilicato de lítio [trabalho de conclusão de curso]. São José dos Campos (SP): Universidade Estadual Paulista (Unesp), Instituto de Ciência e Tecnologia; 2017.

RESUMO

Essa pesquisa objetivou avaliar a resistência a flexão biaxial de uma cerâmica à base de dissilicato de lítio (DL), cimentada em diferentes substratos (resina epóxi - G; ou metal - M) e cimentos (resinoso - P; ou de fosfato de zinco - Z), submetidas ou não ao envelhecimento térmico (E). Foram realizados oito grupos (n = 10): PG (DL+P+G); PM (DL+P+M); ZM (DL+Z+M); ZG (DL+Z+G); PGE (DL+P+G+E); PME (DL+P+M+E); ZME (DL+Z+M+E); ZGE (DL+Z+G+E). Os discos metálicos foram todos jateados com óxido de alumínio. Os discos DL e G destinados a cimentação adesiva foram condicionados com ácido fluorídrico e fosfórico respectivamente. A cimentação foi realizada com o auxílio de um dispositivo padronizado com uma carga de 750g. O teste de flexão biaxial foi realizado com uma máquina de teste universal com uma célula de carga de 1000KgF a uma velocidade de 1mm/min até que algum tipo de falha fosse detectada. Um espécime de cada material (DL, M e G) com e sem tratamento de superfície foram avaliados por microscopia eletrônica de varredura. Os testes ANOVA três fatores e Tukey revelaram um efeito significativo dos fatores substrato ($p=0,000$) e envelhecimento ($p=0,02$), interação significativa entre substrato/envelhecimento ($p=0,03$) e cimento/envelhecimento ($p=0,047$), porém, não houve interação significativa entre os três fatores ($p=0,071$). Os maiores valores de resistência em MPa foram encontrados nos grupos ZM (459,80), PM (353,50), PME (287,10), ZME (193,80), seguidos por PG (60,20), PGE (59,69), ZG (54,64) e ZGE (44,49). As imagens de microscopia revelaram alteração da topografia dos materiais após os tratamentos de superfície realizados. Com isso pode-se concluir que o substrato e o envelhecimento, modificaram significativamente a resistência do dissilicato de lítio à flexão biaxial. Contudo, o tipo de cimento não demonstrou diferença significativa entre os grupos, visto que dependendo do substrato, o agente cimentante apresentou um comportamento diferente.

Palavras-chave: Cerâmica. Dissilicato de lítio. Cimentação. Envelhecimento.

Lima LC. Influence of substrate, aging and luting material on the biaxial flexural strength of lithium disilicate [graduation final work]. São José dos Campos (SP): São Paulo State University (Unesp), Institute of Science and Technology; 2017.

ABSTRACT

The aim of this research was to evaluate the biaxial flexural strength of a lithium disilicate ceramic (LD) cemented in different substrates (epoxy resin – G; or metal – M) with different cements (resin cement – P; or zinc phosphate – Z), whether or not subjected to thermal aging (E). Eight groups were made (n=10): PG (LD+P+G); PM (LD+P+M); ZM (LD+Z+M); ZG (LD+Z+G); PGE (LD+P+G+E); PME (LD+P+M+E); ZME (LD+Z+M+E); ZGE (LD+Z+G+E). The metal disks were all blasted with aluminum oxide. The DL and G discs intended for adhesive cementation were conditioned with hydrofluoric and phosphoric acid respectively. The luting process was performed with the aid of a standardized device with a 750g load. The biaxial bending test was performed with a universal test machine with a load cell of 1000KgF at a speed of 1mm min until some type of failure was detected. A specimen of each material (LD, M and G) with and without surface treatment were evaluated by scanning electron microscopy. The three-factor ANOVA and Tukey tests revealed a significant effect of substrate ($p=0,000$) and aging ($p=0,02$), significant interaction between substrate/aging ($p=0.03$) and cement/aging ($p=0.047$), but there was no significant interaction between the three factors ($p=0.071$). The highest values of resistance in MPa were found in the groups ZM (459,80), PM (353,50), PME (287,10), ZME (193,80), followed by PG (60,20), PGE (59,69), ZG (54,64) and ZGE (44,49). The microscopy images revealed a change in the topography of the materials after the surface treatments performed. It can be concluded that the substrate and aging significantly modified the resistance of lithium disilicate to the bending test. However, the cement type did not show significant difference between the groups, since, depending on the substrate, the cementing agent presented a different behavior.

Keywords: Ceramics. Lithium disilicate. Cementation. Aging.

1 INTRODUÇÃO

O aumento da demanda por restaurações puramente cerâmicas tem motivado inúmeras pesquisas envolvendo materiais livres de metal. Apesar do sucesso das restaurações metalocerâmicas, a necessidade de uma melhor estética e biocompatibilidade impulsionaram o desenvolvimento de restaurações puramente cerâmicas [1-3].

A cerâmica vítrea acrescida de óxidos de dissilicato de lítio recebe destaque devido à sua alta resistência [1,4], porém evidências clínicas de longevidade dessas restaurações ainda não são claras [5]. Sabe-se que as propriedades mecânicas de uma cerâmica não dependem somente da sua microestrutura [6-7], mas também da técnica de fabricação [8] e das condições de armazenamento [8-9]. Portanto, ainda existe a necessidade de entender a fratura das cerâmicas odontológicas, especialmente sob condições de envelhecimento.

Outro fator importante na longevidade das restaurações são os cimentos que constituem um elo entre a estrutura de cerâmica e o substrato [10]. Eles permitem uma proteção a absorção de fluidos da saliva e da dentina e diminuem a tensão da carga que incide na cerâmica [11]. Neste caso, o comportamento do material restaurador depende também do agente cimentante empregado [12]. Vale lembrar que algumas restaurações podem não serem realizadas sob dentes naturais, mas sobre substratos metálicos, como núcleos metálicos fundidos ou munhões protéticos para próteses sobre implante [13]. Contudo, o estresse gerado sobre cada tipo de substrato ainda não é bem conhecido.

Muitos estudos têm abordado o desenvolvimento de trincas nas cerâmicas [14-16], bem como a influência do cimento quando as amostras são expostas a

diferentes condições de estresse/envelhecimento. Normalmente, esses testes são realizados com água e a exposição do corpo de prova ao envelhecimento pode variar de algumas horas a alguns dias [17]. A termociclagem, por exemplo, consiste em mudança de temperatura, repetitivas contrações e expansões, gerando estresse no corpo de prova ou na sua interface, o que teoricamente resulta em um impacto significativo na resistência adesiva [18].

Além disso, para essa verificação do comportamento mecânico *in vitro* os corpos de prova podem ser submetidos a testes monotônicos, que consistem da aplicação única e rápida de uma carga crescente até a fratura do corpo de prova, sendo amplamente utilizados para a caracterização de materiais [19].

Dentro deste contexto, essa pesquisa objetivou avaliar a resistência a flexão biaxial de uma cerâmica à base de dissilicato de lítio, cimentada em diferentes substratos (resina epóxi análoga a dentina ou metálico) e cimentos (resinoso adesivo ou de fosfato de zinco convencional), submetidas ou não ao envelhecimento térmico.

2 MATERIAL E MÉTODOS

2.1 Material utilizado

Os materiais utilizados para confecção dos corpos de prova dessa pesquisa estão listados na Quadro 1.

Quadro 1 - Tipo de material, nomes comerciais, fabricantes e composição dos produtos utilizados nos experimentos

TIPO DE MATERIAL	MARCA COMERCIAL	FABRICANTE	COMPOSIÇÃO
Cerâmica de dissilicato de lítio	IPS e-max CAD	Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein	SiO ₂ , Li ₂ O, K ₂ O, P ₂ O ₅ , ZrO ₂ , ZnO, Al ₂ O ₃ , MgO
Cimento resinoso dual	Panávia F	Kuraray, Japão	Pasta A: MDP; Dimetacrilato aromático; Sílica silanizada; Catalisadores e Iniciadores. Pasta B: Dimetacrilato aromático; Partículas de vidro de bário silanizado; Fluoreto de sódio; Catalisadores; Aceleradores e Pigmentos
Cimento convencional de Fosfato de zinco	Cimento LS	SS White, Brasil	Pó: óxido de zinco (90%) e óxido de magnésio (10%); Líquido: ácido ortofosfórico, água, alumínio e zinco
Substrato Metálico	FIT FLEX	Degudent Dentsply (DeguDent Ind. e Com. Ltda., São Paulo, SP, Brasil)	Liga Co-Cr
Substrato análogo a dentina	NEMA Grade G10	St. Louis, Missouri, EUA	Resina epóxica
Ácido para condicionamento de cerâmica	Condac Porcelana 5%	FGM, Joinville, SC, Brasil	Ácido fluorídrico a 5%
Ácido para condicionamento dentinário	Condac 37%	FGM, Joinville, SC, Brasil	Ácido fosfórico 37%
Partículas de óxido de alumínio	Kota Knebel	KOTA, Cotia, SP, Brasil	Partículas de óxido de alumínio de 320µm
Agente de união silano	Monobond S	Schaan, Liechtenstein	Solução de álcool de metacrilato de silano
Primer Metálico	Alloy Primer	Kuraray, Japão	VBATDT, 10-MDP e acetona

2.2 Secção das amostras de dissilicato de lítio

Blocos de dissilicato de lítio parcialmente cristalizados (IPS e.max CAD, cor LTA3/ C14, IvoclarVivadent, Schaan, Liechtenstein), foram arredondados manualmente (EcoMet 250 Grinder Polisher, Buehler, Lake Buff, Illinois, EUA) até obter um cilindro com 12mm de diâmetro. Após este processo, os cilindros foram levados a máquina de corte Isomet 1000 (Buehler, Lake Buff, Illinois, EUA) e cortados de forma a obter 80 discos com espessura de aproximadamente 1,2mm (ISSO 6872/2008). Em seguida, esses discos foram polidos na mesma EcoMet 250 com lixas de carvão de silício de granulação #400, #600 e #1200 (Figura 1).

Após o processo de polimento, a integridade dos discos foram avaliada por microscópio óptico (Mitutoyo MF, Mitutoyo Ltda, Tokyo, Japan). Caso apresentassem trincas ao longo de sua extensão, bem como lascas, seriam descartados [20], porém isso não ocorreu.

Os discos de dissilicato de lítio foram levados então ao interior de um forno cerâmicos (EP5000, IvoclarVivadent, Schaan, Liechtenstein) para o processo de cristalização da cerâmica. Neste forno há um programa específico para este procedimento, que regula a velocidade gradual de fechamento/abertura do mesmo, bem como aquecimento e resfriamento. A temperatura máxima para a cristalização foi de 840°C, o máximo de discos cristalizados ao mesmo tempo foram seis e cada processo durava 30 minutos (Figura 2).

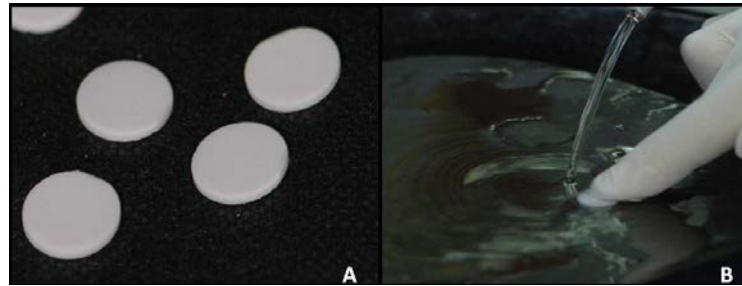


Figura 1 – Obtenção dos discos de dissilicato de lítio a) após processo de arredondamento dos blocos e cortes na ISOMET; b) Polimento das amostras.

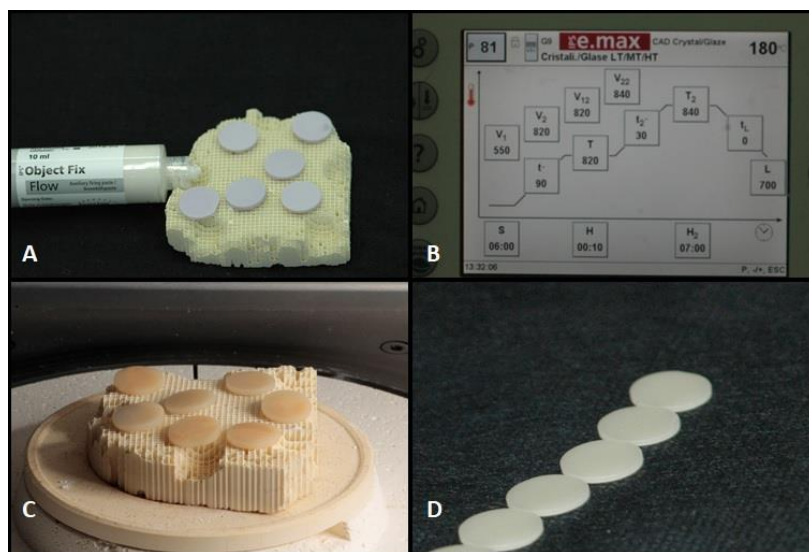


Figura 2 – Processo de sinterização do dissilicato de lítio a) uso da pasta Object Fix para fixar os discos sobre o suporte; b) Visor do forno durante o processo; c) Discos retirados do forno; d) Discos após processo de queima.

2.3 Obtenção de substratos

A resina epoxica (Nema Grade G10, St. Louis, Missouri, EUA), material comprovadamente análogo a dentina [21-22], já possuía formato cilíndrico e foi fatiado na máquina de corte Isomet 1000 e lixado com lixas de carvão de silício de granulação #600, para simular a *smear layer*, de forma a obter 40 discos com espessura de 1,2mm (Figura 3).



Figura 3 – Resina Epoxica: material análogo à dentina.

Os 40 discos metálicos foram inicialmente encerados com cera de escultura e posteriormente fundidos em com liga de Co-Cr (ME) (DeguDent Ind. e Com. Ltda., São Paulo, SP, Brasil). Após o polimento com a lixa #120 #400 e #600 esses discos obtiveram espessuras iguais aos discos de G10. Em todos os discos metálicos foi realizado o jateamento com partículas de Óxido de Alumínio Extrafino (50 μ m) (Bio-Art, São Carlos, SP, Brasil) na superfície destinada a adesão (Figura 4).

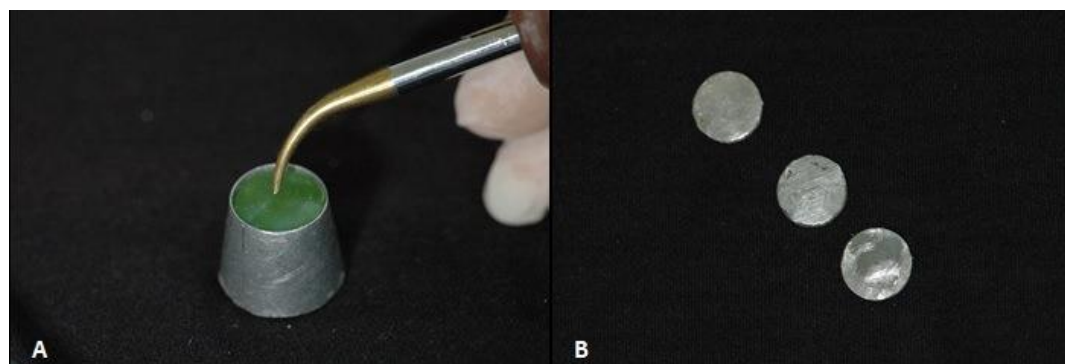


Figura 4 – Substrato metálico. A) Enцерamento com cera de escultura e auxílio de goteador elétrico. B) Discos obtidos após processo de fundição com liga Co-Cr e polidos.

2.4 Distribuição das amostras

Os discos de dissilicato de lítio foram aleatoriamente distribuídos em oito grupos (n=10) de acordo com o tipo de cimento e o substrato utilizado, como elucidada a o quadro 2.

Quadro 2 – Distribuição das amostras

NÃO ENVELHECIDOS		ENVELHECIDOS	
<p>PG DL +Pan+G10 (n=10)</p>	<p>ZG DL +Fosf Zinco+ G10 (n=10)</p>	<p>PGE DL +Pan+ G10+CT (n=10)</p>	<p>ZGE DL + Fosf Zinco + G10+CT (n=10)</p>
<p>PM DL +Pan+metal (n=10)</p>	<p>ZM DL +Fosf Zinco+metal (n=10)</p>	<p>PME DL +Pan+ metal+CT (n=10)</p>	<p>ZME DL +Fosf Zinco+ metal+CT (n=10)</p>

Legenda: As amostras de dissilicato foram alocadas em oito grupos segundo o tipo de cimento, substrato e presença ou ausência de envelhecimento térmico. DL: dissilicato de lítio (e-Max, Ivoclar Vivadent, Liechtenstein); Pan: Panávia 2.0 (Kuraray, Japão); Fosf.Zin: cimento de fosfato de zinco (SS White, Brasil); G10: resina epóxica (Nema Grade G10, USA); Metal: Co-Cr Degudent (Dentsply, Brasil); CT: ciclagem térmica.

2.5 Cimentação

Todos os discos, antes de qualquer tratamento de superfície, foram lavados em banho ultrassônico por 5min em uma cuba ultrassônica (Cristófoli Ultrasonic Washer, Campo Mourão, Paraná, Brasil).

Os discos de resina epoxica destinados a cimentação resinosa (PG e PGE) foram tratados com ácido fosfórico 37 % (Condac, FGM, Joinville, SC, Brasil) por 15s, lavados com jato de ar e água por 30s (Figura 5) e novamente passaram por banho em cuba ultrassônica. Logo após sua secagem, uma mistura de primers

adesivos A e B do kit do cimento resinoso Panavia (Kuraray, Japao) foi aplicada seguindo as recomendaoes do fabricante. Ja os discos de resina epoxi destinados a cimentao convencional com fosfato de zinco (ZM e ZME) nao tiveram nenhum tipo de tratamento de superficie realizados.

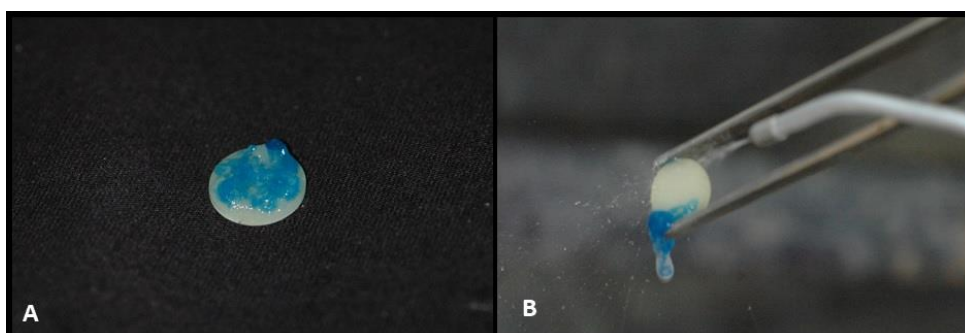


Figura 5 – Discos de resina epoxi. A) Condicionamento com acido fosforico 37%. B) Processo de lavagem com jato de ar e agua, segundo as recomendaoes do fabricante.

Os discos metalicos destinados a cimentao adesiva (PM e PME) foram tratados com primer para metal (Alloy Primer, Kuraray, Japao), segundo recomendaoes do fabricante. Ja os discos metalicos destinados a cimentao convencional (ZM e ZME) nao tiveram esse tratamento adicional ao jateamento com oxido de aluminio (Figura 6).

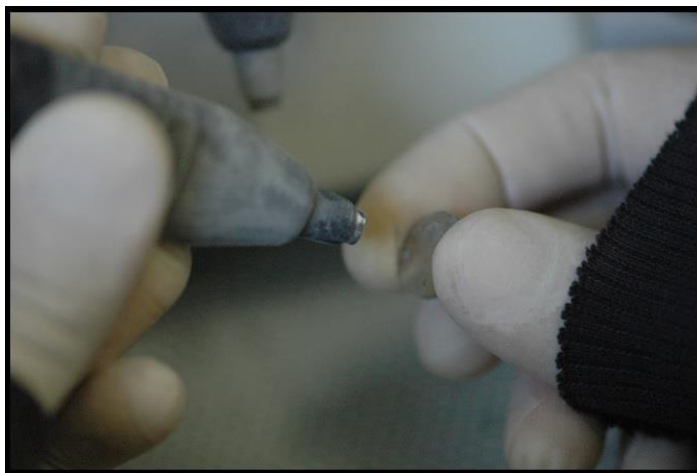


Figura 6 – Jateamento dos discos metálicos com partículas de óxido de alumínio.

Diferentemente dos discos de dissilicato de lítio cimentados convencionalmente com fosfato de zinco (ZM, ZME, ZG e ZGE), que não passaram por tratamento de superfície adicional, os discos cerâmicos destinados a cimentação adesiva (PM, PME, PG e PGE) tiveram sua superfície adesiva condicionadas com ácido fluorídrico (HF) a 5% (Condicionador de Porcelanas; Dentsply; Brasil) por 20s, em seguida, lavados com jatos de água por 40s, (Figura 7) limpos em ultra-som com água destilada por 5min e posteriormente, secos com jatos de ar por 30s. As superfícies tratadas do discos cerâmicos receberam aplicação do agente de união silano (Monobond S, Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein), que foi aplicado em camada e friccionado durante 30s. Em seguida, a superfície cerâmica foi completamente seca com jato de ar por 30s para que se prosseguisse com a cimentação.

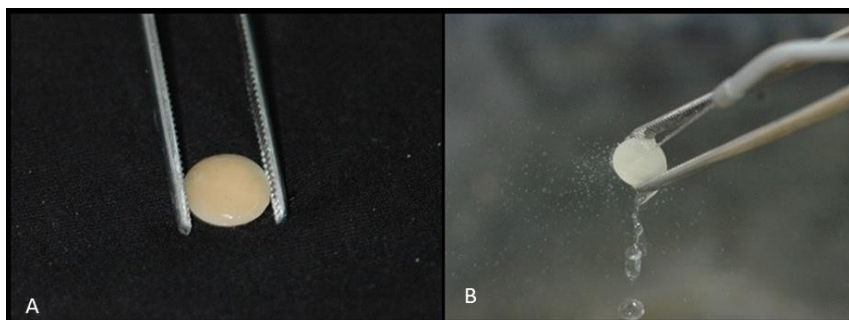


Figura 7 – Discos de dissilicato de lítio. A) Condicionamento com ácido fluorídrico 5%. B) Processo de lavagem com jato de ar e água, segundo as recomendações do fabricante.

O conjunto cerâmica/cimento resinoso/substrato foi posicionado em um dispositivo adaptado para cimentação com a superfície de cimentação da cerâmica voltada para baixo, perpendicular à aplicação de uma carga vertical estática de 750g durante 10min. Após o posicionamento do conjunto, os excessos de cimento foram removidos com espátula Suprafill Número 01 (SSWhite Duflex, Brasil) e a fotopolimerização do cimento resinoso (PM, PME, PG e PGE) foi realizada por 40 segundos em cada face do disco utilizando-se uma unidade foto-ativadora (UltraLED- Ultradent®, South Jordan, Utah, EUA). (Figura 8)

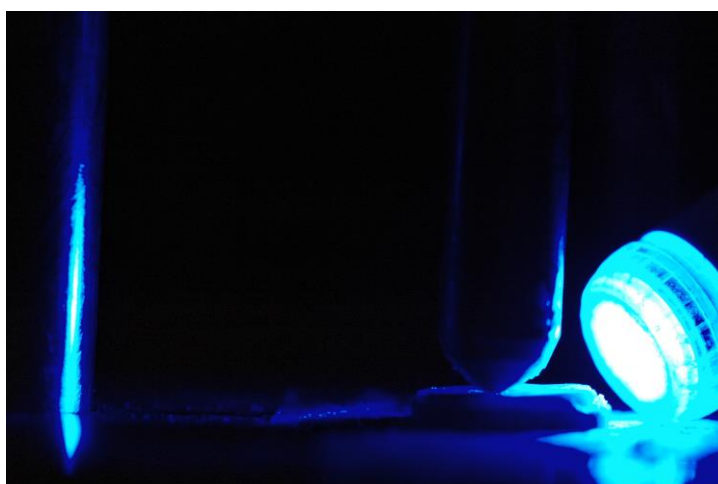


Figura 8 – Fotopolimerização da cimentação adesiva.

A cimentação com o fosfato de zinco foi realizada da mesma maneira, porém sem tratamento de superfície da peça e do substrato. A fotopolimerização também não foi necessária, porém o conjunto permaneceu sobre pressão no dispositivo de cimentação por 7min, tempo de presa indicado pelo fabricante do cimento. (Figura 9)

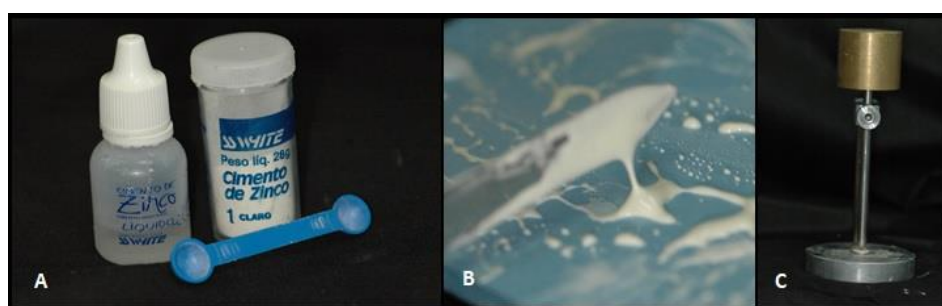


Figura 9 – Cimentação convencional. A) Embalagens do cimento de fosfato de zinco, apresentado comercialmente na forma pó/líquido. B) Manipulação do material. C) Cimentação com auxílio de dispositivo auxiliar com carga padronizada.

Os conjuntos cerâmica/cimento/substrato foram armazenados em água destilada a 37° C durante 24hs para que a presa química final máxima, tanto do cimento convencional, quanto do cimento resinoso dual, fosse atingida.

2.6 Envelhecimento

Os grupos PME, PGE, ZME e ZGE foram submetidos a envelhecimento a 10.000 ciclos térmicos numa termocicladora (TC) Nova Ética (Nova Ética, São Paulo, SP, Brasil), com temperatura variando de 5°C ±1°C a 55°C ±1°C, com 30s de imersão a cada banho (Figura 10).



Figura 10 – Ciclagem Térmica

2.7 Resistência a fratura

Todos os grupos foram submetidos ao ensaio mecânico de compressão, para a determinação da resistência a fratura. Uma haste de aço inox, com extremidade esférica de 4 mm de diâmetro, foi montada numa máquina de ensaios universal (EMIC DL-1000, Brasil), utilizando para aplicar uma carga (célula de carga de 1000 Kgf) no longo eixo do espécime numa velocidade de 1 mm/min até à fratura.

Os espécimes foram posicionados de tal forma que a carga compressiva (N) seja aplicada perpendicularmente ao centro de cada disco cerâmico (Figura 11).

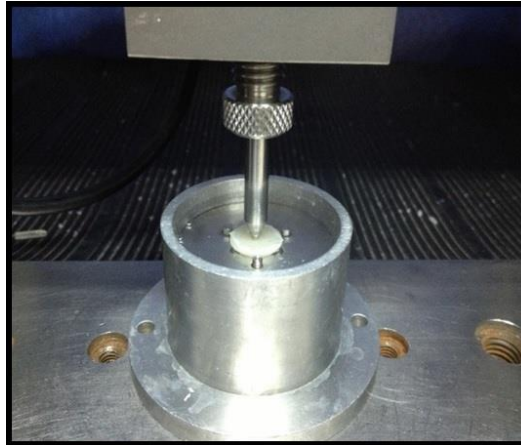


Figura 11 – Ensaio mecânico.

2.8 Análises estatísticas

Os resultados dos ensaios foram realizados por meio de análise de variância de três fatores (ANOVA) e teste de Tukey com nível de significância de 95%.

2.9 Análise por microscópio eletrônico de varredura (MEV)

Um espécime de material (dissilicato de lítio, metal e resina epóxi) com e sem tratamento de superfície foram avaliados em MEV (Inspect S50, FEI Company, Brno, Czech Republic) em diferentes magnificações para observação da superfície de cada material destinada a adesão em cada grupo.

3 RESULTADOS

3.1 Flexão Biaxial

Os valores numéricos obtidos para a fratura dos espécimes foram submetidos à análise estatística descritiva (média e desvio padrão) e inferencial, mediante o teste paramétrico de análise de variância (ANOVA) três fatores e o teste de Tukey ($\alpha=0,05$) pelos softwares MITAB (Minitab, version 16.1, 2010) e PRISM (versão 5.0, GraphPad, 2009) (Tabela 1).

Tabela 1 - Média (\pm desvio padrão) dos dados de resistência a flexão (valores em MPa) em MPa obtidos para os corpos de prova, de acordo com o grupo experimental

Grupo	Média (Desvio Padrão) (MPa)
G10+Panavia	60,20 (14,06)
G10+Panavia+envelhecimento	59,69 (8,90)
G10+Fosfato	54,64 (4,64)
G10+Fosfato+envelhecimento	44,49 (12,03)
Metal+Panavia	353,50 (107,80)
Metal+Panavia+envelhecimento	287,10 (68,05)
Metal+Fosfato	459,80 (242,60)
Metal+Fosfato+envelhecimento	193,80 (97,82)

O teste ANOVA três fatores (Tabela 2) revelou um efeito de interação significativa para alguns fatores individualmente, como substrato ($p=0,000$) e envelhecimento ($p=0,02$), interação significativa entre dois fatores, como substrato/envelhecimento ($p=0,03$) e cimento e envelhecimento ($p=0,047$), o que indica que houve alteração da resistência do material em razão dos fatores testados. Porém, não houve interação significativa nos três fatores concomitantes ($p=0,071$). E

o fator cimento não demonstrou diferença significativa entre os grupos, visto que dependendo do substrato cada tipo de agente cimentante apresentou um comportamento diferente: cimento convencional de fosfato de zinco quando utilizado no substrato metálico apresentou melhores resultados, o mesmo ocorreu para a associação de cimento resinoso e resina epoxy.

Tabela 2 – Resultado dos testes ANOVA e Tukey indicando presença de interação entre os fatores, exceto quando envolve a variável cimento

Efeito	GI	SQ	QM	F	P
Substrato	1	1156002	1156002	108,67	0,000
Cimento	1	59	59	0,01	0,941
Envelhecimento	1	117691	117691	11,06	0,002
Substrato/Cimento	1	1144	1144	0,11	0,744
Substrato/envelhecimento	1	103509	103509	9,73	0,003
Cimento/envelhecimento	1	43778	43778	4,12	0,047
Substrato/cimento/envelhecimento	1	36085	10638	3,39	0,071
Resíduos	56	595703	10638		
TOTAL	63	2053971			

3.2 MEV

A Figura 12 ilustra os substratos utilizados nos corpos de prova antes e após o tratamento de superfície. Apesar de o metal ter sido utilizado apenas quando jateado, sua superfície sem algum tratamento foi também ilustrada para elucidar que o jateamento com óxido de alumínio de 320µm torna a superfície mais propícia para obter uma melhor retenção micromecânica do cimento. Na resina epóxi, que teve sua superfície tratada com ácido fosfórico 37% em caso de cimentação adesiva, foi possível notar que ocorreu uma mudança no perfil da superfície, o que também pode favorecer a retenção micromecânica. Por fim, como previsto, a cerâmica de dissilicato de lítio, tratada para casos de cimentação com o cimento resinoso dual,

apresentou sensibilidade ao ácido fluorídrico 5% que gerou “poros”, que consequentemente aumenta a energia de superfície e aumenta a adesão.

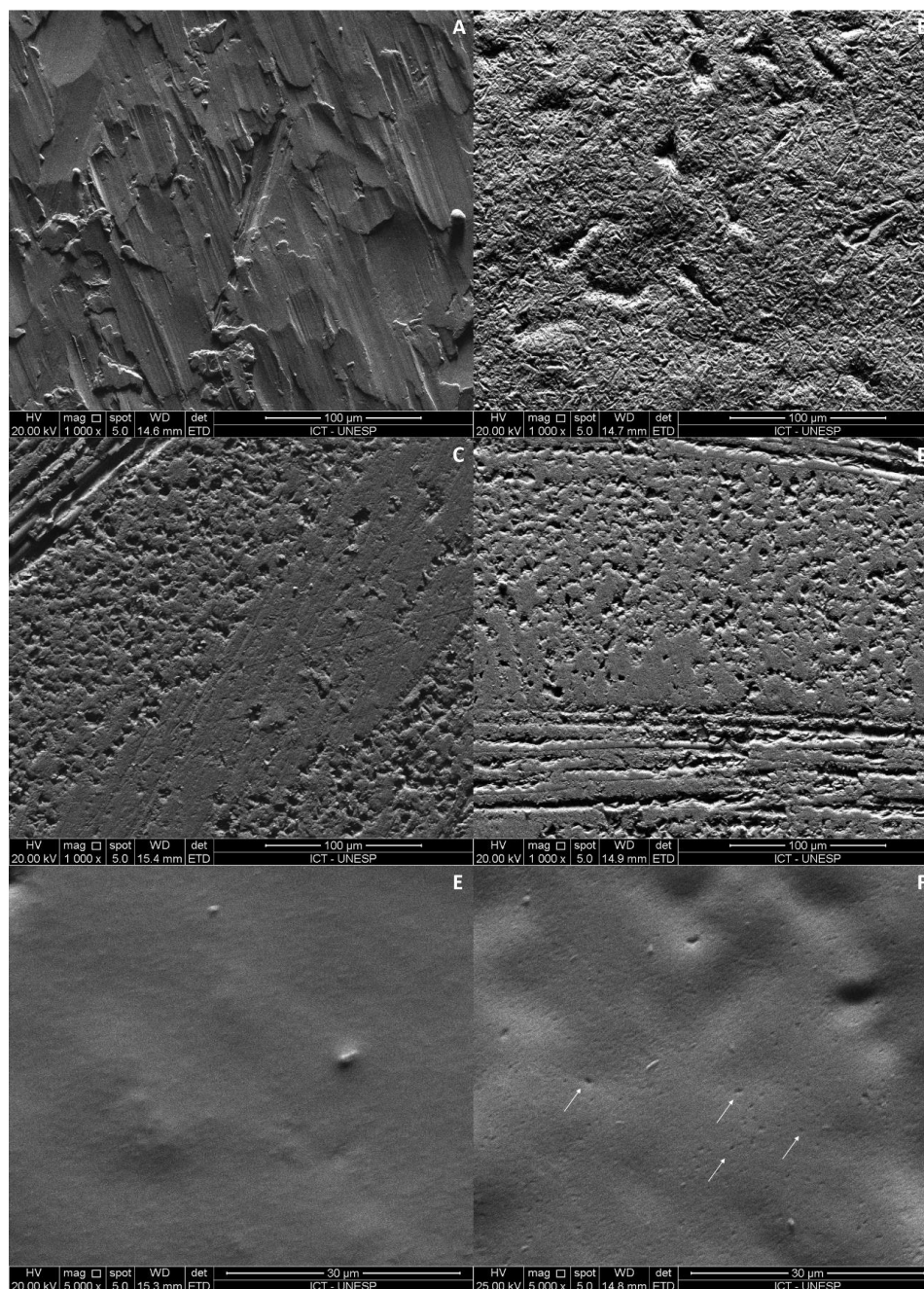


Figura 12.- Imagens de microscopia eletrônica de varredura representativas das superfícies metálicas (A, B), resina epóxi (C, D) e dissilicato de lítio (E, F) antes de depois do condicionamento de superfície. O condicionamento do metal foi necessário em todos os grupos, já os da resina e da cerâmica foram necessários apenas para cimentação adesiva. Foi possível notar a modificação da superfície após os tratamentos que favorecem uma retenção principalmente micro-mecânica. As setas na imagem F apontam para os “poros” criados na cerâmica de dissilicato de lítio.

4 DISCUSSÃO

Dentre os materiais para confecção de restaurações puramente cerâmicas, se destaca o dissilicato de lítio, que possui alta resistência [3,1,4] mas o sucesso da reabilitação pode ser dependente do tipo de substrato e do cimento utilizado e por isso, foi avaliado numa estrutura em três camadas (cerâmica/ cimento/substrato), a influência do tipo de cimento (fosfato de zinco ou resinoso), substrato (resina epóxi análoga a dentina ou metálico) e do envelhecimento (ciclagem térmica) sobre a resistência do dissilicato de lítio. Os resultados mostraram que o substrato e o envelhecimento influenciam na resistência do dissilicato, enquanto que o cimento somente apresentou influência quando associado ao fator envelhecimento.

Idealmente, em condições laboratoriais, o material utilizado para simulação de substrato dentário deve ter um comportamento elástico semelhante à dentina humana. Kelly et al [21] avaliaram a resistência à tração da dentina humana e NEMA G10, obtendo resultados razoáveis e sugerindo que eles possuíam módulos elásticos e resistência de união na resina composta similares. Atualmente, esta resina epóxi é considerada um material análogo a dentina e tem sido utilizada com um substrato confiável em várias pesquisas laboratoriais [22-23]. Já para simulação de um substrato metálico foram fundidos discos em uma liga de Co-Cr usualmente utilizada [24-26]. Paffenbarger et al.[24] ressaltaram que, dentre as ligas de metais básicos, as compostas basicamente por 70% de Co e 30% de Cr proporcionavam valores satisfatórios de resistência, dureza e resistência à abrasão.

É possível observar que a flexão biaxial encontrada foi significativamente maior nos grupos em que foi utilizado o substrato metálico. Esse fato pode ser

atribuído aos maiores valores de resistência a tração (1389 MPa) e módulo elástico (203,35GPa) da liga de Co-Cr [27], o que gera uma alta tenacidade a fratura, quando comparada ao substrato de resina epóxi (NEMA G10) que possui módulo elástico próximo a 19GPa e resistência entre 300 e 450 Mpa [28]. Com isso também pode-se reparar que os valores de módulo elástico da dentina (entre 12 e 14 GPa) [29] é realmente próximo a da resina epóxi utilizada nessa pesquisa.

Nota-se também que quando foi realizado o envelhecimento das amostras, os valores de resistência caíram significativamente, comparados aos grupos não ciclados (Tabela 2). Isso indica que a influência do envelhecimento térmico na interface de cimentação e/ou nos materiais analisados. Yang *et al.* [30] pesquisaram a influência das ciclagens térmicas e mecânicas na resistência de materiais cerâmicos e comprovaram que o envelhecimento causa diminuição significativa na quantidade de carga necessária para causar falha na cerâmica. Segundo os mesmos, isso ocorre pois as propriedades mecânicas das cerâmicas podem sofrer degradação por fadiga e o ambiente úmido dessa ciclagem pode favorecer a propagação de trincas [30].

Os grupos cimentados adesivamente (PG, PGE, PME) demonstraram resultados superiores aos seus similares cimentados com fosfato de zinco. As imagens realizadas por MEV mostraram que os tratamentos de superfície modificaram a superfície (Figura 12) e podem ser os responsáveis, juntamente com o cimento correto, por promover uma maior resistência do conjunto cerâmica/cimento/substrato. Begazo *et al.* [31] também demonstraram que os tratamentos de superfície como o condicionamento ácido, jateamento e silanização, resultaram em um aumento significativo no valor de resistência pela interação

química e micromecânica do cimento resinoso com as superfícies do substrato e da cerâmica.

Contudo o fator cimento não demonstrou influência significativa na resistência das amostras testadas. A escolha do tipo de cimento então pode depender de cada caso. Enquanto o cimento convencional de fosfato de zinco apresenta uma pequena espessura de película, devido ao seu bom escoamento, o que favorece o assentamento final da prótese e limita o metabolismo de bactérias cariogênicas [32]. Os cimentos resinosos podem ser mais vantajosos devido as propriedades adesivas, possibilidade de seleção da cor, baixa solubilidade e resistência satisfatória [33].

Os resultados deste estudo mostraram que a resistência à flexão biaxial da cerâmica de dissilicato de lítio é influenciada pelo substrato e envelhecimento, enquanto que o cimento só influencia quando interage com o envelhecimento. Entretanto essa pesquisa possui algumas limitações que podem ser exploradas em estudos posteriores, como a natureza in vitro e a não realização de ensaios de fadiga para determinar a sobrevivência ou o limite de fadiga do conjunto cerâmica de dissilicato de lítio, cimento e substrato.

5 CONCLUSÃO

O tipo de substrato, assim como o envelhecimento, modificou significativamente a resistência do dissilicato de lítio à flexão biaxial. Os grupos nos quais o substrato foram metálico, apresentaram melhores valores de resistência. Já a execução do envelhecimento térmico, diminuiu a resistência da cerâmica, independente do substrato ou cimento utilizado. Contudo, o tipo de cimento isolado não influenciou nos resultados.

REFERÊNCIAS

1. Bindl A, Lüthy H, Mörmann WH. Strength and fracture pattern of monolithic CAD/CAM-generated posterior crowns. *Dent Mater.* 2006;22(1):29–36.
2. Etman MK, Woolford MJ. Three-year clinical evaluation of two ceramic crown systems: a preliminary study. *J Prosthet Dent.* 2010;103(2):80–90.
3. Robert Kelly J. Dental ceramics: current thinking and trends. *Dent Clin North Am.* 2004;48:513–30.
4. Suputtamongkol K, Anusavice KJ, Suchatlampong C, Sithiamnuai P, Tulapornchai C. Clinical performance and wear characteristics of veneered lithia-disilicate-based ceramic crowns. *Dent Mater.* 2008;24(5):667–73.
5. Pieger S, Salman A, Bidra A. Clinical outcomes of lithium disilicate single crowns and partial fixed dental prostheses: a systematic review. *J Prosthet Dent.* 2014 Jul;112(1):22-30. doi: 10.1016/j.prosdent.2014.01.005. Epub 2014 Mar 24.
6. Oh WS, DeLong R, Anusavice KJ. Factors affecting enamel and ceramic wear: a literature review. *J Prosthet Dent.* 2002 Apr;87(4):451-9.
7. Rodrigues SA Jr, Ferracane JL, Della Bona A. Influence of surface treatments on the bond strength of repaired resin composite restorative materials. *Dent Mater.* 2009 Apr;25(4):442-51. doi: 10.1016/j.dental.2008.09.009. Epub 2008 Nov
8. Attia A, Abdelaziz KM, Freitag S, Kern M. Fracture load of composite resin and feldspathic all-ceramic CAD/CAM crowns. *J Prosthet Dent.* 2006;95(2):117–23.
9. Stappert CFJ, Denner N, Gerds T, Strub JR. Marginal adaptation of different types of all ceramic partial coverage restorations after exposure to an artificial mouth. *Br Dent J DEC J.* 2005;199(199):779-83.
10. Krämer N, Lohbauer U, Frankenberger R. Adhesive luting of indirect restorations. *Am J Dent.* 2000 Nov;13(Spec No):60D-76D. Review.
11. Sindel J, Frankenberger R, Krämer N, Petschelt A. Crack formation of all-ceramic crowns dependent on different core build-up and luting materials. *J Dent.* 1999;27(3):175–81.
12. Elsayed A, Wille S, Al-Akhali M, Kern M. Comparison of fracture strength and failure mode of different ceramic implant abutments. *J Prosthet Dent.* 2017;117(4):499–506.
13. Freitas MA, Rocha, PV. Influência na retenção de coroas cimentadas sobre implantes com e sem orifício ao parafuso. *Dent. Press Implantol.* 2012; 6(3):82-90.
14. Deng Y, Lawn BR, Lloyd IK. Characterization of damage modes in dental ceramic bilayer structures. *J Biomed Mater Res.* 2002;63(2):137–45.

15. Malament KA, Socransky SS. survival of dicor glass-ceramic dental restorations over 16 years. Part III: effect of luting agent and tooth or tooth-substitute core structure. *J Prosthet Dent.* 2001;86(5):511–9.
16. Zhang Y, Song JK, Lawn BR. Deep-penetrating conical cracks in brittle layers from hydraulic cyclic contact. *J Biomed Mater Res - Part B Appl Biomater.* 2005;73(1):186–93.
17. Martins LM, Lorenzoni FC, Farias BC, Lopes LDS, Bonfante G, Rubo JH. Comportamento biomecânico das cerâmicas odontológicas: revisão. *Cerâmica [Internet].* 2010;56(338):148–55. Disponível em: http://www.scielo.br/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S0366-69132010000200009&lng=pt&tlng=pt
18. Özcan M, Bernasconi M. Adhesion to zirconia used for dental restorations: a systematic review and meta-analysis. *J Adhes Dent.* 2015 Feb;17(1):7-26. doi: 10.3290/j.jad.a33525. Review.
19. Baran G, Boberick K, McCool J. Fatigue of restorative materials. *Crit Rev Oral Biol Med.* 2001;12(4):350-60.
20. Caneppele TMF, Zogheib L V., Gomes I, Kuwana AS, Pagani C. Bond strength of a composite resin to an adhesive luting cement. *Braz Dent J.* 2010;21(4):322–6.
21. Kelly JR, Rungruanant P, Hunter B, Vailati F. Development of a clinically validated bulk failure test for ceramic crowns. *J Prosthet Dent.* 2010;104(4):228–38.
22. Alessandretti R, Borba M, Benetti P, Corazza PH, Ribeiro R, Della Bona A. Reliability and mode of failure of bonded monolithic and multilayer ceramics. *Dent Mater.* 2017;33(2):191–7.
23. Gressler May L, Kelly JR, Bottino MA, Hill T. Influence of the resin cement thickness on the fatigue failure loads of CAD/CAM feldspathic crowns. *Dent Mater.* 2015 Aug;31(8):895-900. doi: 10.1016/j.dental.2015.04.019. Epub 2015 May 21
24. Paffenbarger GC, Caul HJ, Dickson G. Base metal alloys for oral restorations. *J Am Dent Assoc [Internet].* 1943;30(11):852–62. Available from: <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0002817743110081>
25. Tango RN, Jóias RM, Avelar RP, Saavedra GSF, Nishioka RS. Evaluation of metalceramic bond strength using different bonding agents. *Cienc Odontol Bras* 2006 jan./mar.;9(1):17-23
26. Martinelli CSM. Efeito de tratamento de superfície na resistência de união entre uma liga de cobalto – cromo e uma resina acrílica termicamente ativada [dissertação]. São José dos Campos (SP): Universidade Estadual Paulista (Unesp), Instituto de Ciências e Tecnologia; 2012

27. Santos LA. Processamento e caracterização da liga 66Co-28Cr-6Mo (% peso) para Implantes [dissertação]. Lorena: Universidade de São Paulo (USP), Escola de Engenharia de Lorena; 2012.
28. Ravi-Chandar K, Satapathy S. Mechanical Properties of G-10 Glass – Epoxy Composite.[internet]. Texas: Institute for Advanced Technology The University of Texas at Austin; 2007 [acesso em 2017]; [aproximadamente 12 p]. Disponível em: www.dtic.mil/get-tr-doc/pdf?AD=ADA470630
29. Fares NH, Filho HN, Pacheco IB, Coutinho KQ, Nagem HD. Resistência flexural e módulo de elasticidade da resina composta. *Rev Clín Pesq Odontol.* 2005;2(1):55–8.
30. Yang R, Arola D, Han Z, Zhang X. A comparison of the fracture resistance of three machinable ceramics after thermal and mechanical fatigue. *J Prosthet Dent.* 2014;112(4):878–85.
31. Begazo CC, De Boer HD, Kleverlaan CJ, Van Waas MAJ, Feilzer AJ. Shear bond strength of different types of luting cements to an aluminum oxide-reinforced glass ceramic core material. *Dent Mater.* 2004;20(10):901–7.
32. Figueiredo-Pina CG, Patas N, Canhoto J, Cláudio R, Olhero SM, Serro AP, et al. Tribological behaviour of unveneered and veneered lithium disilicate dental material. *J Mech Behav Biomed Mater.* 2016;53:226–38.
33. Ribeiro CMB, Lopes MWF, Farias ABL, Cabral BLAL, Guerra CMF. Prosthesis cementation: conventional and adhesive procedures. *Int. Dent.* 2007;6(2):58-62