



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

**ALINE SERRADO DE PINHO BARCELLOS**

**EFEITO DA PIGMENTAÇÃO EXTRÍNSECA NAS CERÂMICAS À  
BASE DE DISSILICATO DE LÍTIO SUBMETIDAS AOS PROCESSOS  
DE DESGASTE E BIODEGRADAÇÃO NAS PROPRIEDADES  
MECÂNICAS E ADERÊNCIA BACTERIANA**

2019

**ALINE SERRADO DE PINHO BARCELLOS**

**EFEITO DA PIGMENTAÇÃO EXTRÍNSECA NAS CERÂMICAS À BASE DE  
DISSILICATO DE LÍTIO SUBMETIDAS AOS PROCESSOS DE DESGASTE E  
BIODEGRADAÇÃO NAS PROPRIEDADES MECÂNICAS E ADERÊNCIA  
BACTERIANA**

Tese apresentada ao Instituto de Ciência e Tecnologia, Universidade Estadual Paulista (Unesp), Campus de São José dos Campos, como parte dos requisitos para obtenção do título de DOUTOR do Programa de Pós-Graduação em ODONTOLOGIA RESTAURADORA.

Área de Prótese Dentária. Linha de pesquisa: Desempenho de materiais reabilitadores protéticos.

Orientador: Prof. Adj. Lafayette Nogueira Junior

Coorientador: Prof. Tit. Estevão Tomomitsu Kimpara

São José dos Campos

2019

Instituto de Ciência e Tecnologia [internet]. Normalização de tese e dissertação [acesso em 2019]. 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).

Barcellos, Aline Serrado de Pinho

Efeito da pigmentação extrínseca nas cerâmicas à base de dissilicato de lítio submetidas aos processos de desgaste e biodegradação nas propriedades mecânicas e aderência bacteriana / Aline Serrado de Pinho Barcellos. - São José dos Campos : [s.n.], 2019.

76 f. : il.

Tese (Doutorado em Odontologia Restauradora) - Pós-Graduação em Odontologia Restauradora - Universidade Estadual Paulista (Unesp), Instituto de Ciência e Tecnologia, São José dos Campos, 2019.

Orientador: Lafayette Nogueira Junior

Coorientador: Estevão Tomomitsu Kimpara

1. Cerâmica de dissilicato de lítio. 2. Pigmentação extrínseca. 3. Resistência à flexão. 4. Aderência microbiológica. I. Nogueira Junior, Lafayette, orient. II. Kimpara, Estevão Tomomitsu, coorient. III. Universidade Estadual Paulista (Unesp), Instituto de Ciência e Tecnologia, São José dos Campos. IV. Universidade Estadual Paulista 'Júlio de Mesquita Filho' - Unesp. V. Universidade Estadual Paulista (Unesp). VI. Título.

## **BANCA EXAMINADORA**

**Prof. Tit. Estevão Tomomitsu Kimpara** (Coorientador)

Universidade Estadual Paulista (Unesp)

Instituto de Ciência e Tecnologia

Campus de São José dos Campos

**Prof. Assoc. Tarcísio José de Arruda Paes Junior**

Universidade Estadual Paulista (Unesp)

Instituto de Ciência e Tecnologia

Campus de São José dos Campos

**Prof. Dr. João Maurício Ferraz da Silva**

Universidade Estadual Paulista (Unesp)

Instituto de Ciência e Tecnologia

Campus de São José dos Campos

**Prof. Assoc. Fabíola Pessôa Pereira Leite**

Universidade Federal de Juiz de Fora

Faculdade de Odontologia

Campus de Juiz de Fora

**Prof. Assoc. Júlio César Brigolini de Faria**

Universidade Federal de Juiz de Fora

Faculdade de Odontologia

Campus de Juiz de Fora

São José dos Campos, 26 de abril de 2019.

## DEDICATÓRIA

*Dedico este trabalho as mulheres da minha vida. Fui afortunada por Deus em ter ao meu redor grandes mulheres de garra, força e coragem, que me ensinaram a ter dedicação e persistência para alcançar meus objetivos e minha independência. Por isso, não podia ser diferente, essa conquista é nossa.*

## AGRADECIMENTOS ESPECIAIS

Agradeço primeiramente a Deus, que é o senhor de todas as coisas. Muito obrigada por permitir que hoje eu estivesse aqui, me dando saúde, coragem e força. Por nunca ter me desamparado nos momentos difíceis e por ter guiado minha vida, sempre me mostrando o caminho a seguir.

Aos meus pais, Rogério e Isabel, agradeço por toda confiança que tiveram em mim, tanto na minha competência profissional, quanto no meu caráter. Por me fazerem acreditar que eu era dona de mim, que poderia chegar aonde eu quisesse e que meus sonhos se tornariam realidade. Que vocês possam sempre se orgulhar de mim. Amo muito vocês.

À minha avó Serrate, agradeço por toda bondade que tem no coração e por ter me criado com toda a paciência do mundo. Obrigada por me eleger sua filha de coração. A senhora é a melhor vó do mundo.

Aos meus avós paternos Darcy e Sônia, muito obrigada pelo carinho e atenção. Obrigada Vó pelas orações nas horas de dificuldades e nos momentos de desespero e por ser sempre tão atenciosa comigo.

Ao meu amor, Leandro, muito obrigada por me apoiar e estar sempre ao meu lado. Obrigada pelas palavras de ânimo nos momentos difíceis. Eu, Nina e Amora te amamos muito.

Às minhas irmãs Alice e Victória muito obrigada por existirem e tornarem a minha vida mais completa. Tudo era tão vazio antes de vocês chegarem. Vocês serão sempre os amores da minha vida.

À minha querida Lígia, agradeço por tudo que faz por mim, por toda paciência e conselhos.

Agradeço às minhas tias queridas Janete, Norma e Januária, por terem sido tão presentes na minha vida e por me amarem tanto.

Aos meus tios José Maria, Márcio, Roberto e Ronald, muito obrigada por terem representado o meu pai nos momentos em que ele não pode estar presente. Vocês são muito queridos.

Aos meus primos queridos, sou tão sortuda por ter vocês, mesmo longe, continuamos perto de coração.

Ao meu super amigo Jean Miranda, agradeço pela paciência, por escutar meus momentos de desespero, por me aconselhar, me ajudar e cuidar de mim. A vida em São José ficou tão melhor desde que você chegou. Te amo meu amigo.

À minha querida amiga Caroline Cotes, por ter me ajudado tanto nesse trabalho e por ter me adotado cientificamente.

Às minhas queridas amigas de república Karen e Jaiane obrigada pela paciência e carinho que vocês tiveram comigo. Mesmo estando longe, vocês estarão sempre no meu coração.

À minha eterna dupla de faculdade Ana Cristina, minha super amiga, minha confidente. Muito obrigada pelo companheirismo e por torcer sempre por mim.

Às minhas queridas amigas Marina Amaral e Carolina Bacci obrigada por me acolherem. Vocês são pessoas muito especiais. Gosto muito de vocês!

À querida amiga Thaís Paradella, obrigada pelas ajudas no laboratório e pelas ajuda na vida.

À Eliane Wenzel, minha querida Eli, agradeço por toda amizade, todos os conselhos, toda paciência e por toda disposição de me ajudar. Você é minha mãe paulista, que levarei sempre no coração.

Agradeço meu orientador, professor Lafayette Nogueira Júnior, por ter me acolhido no doutorado. Obrigada pela disposição e pelos ensinamentos.

Agradeço profundamente ao meu queridíssimo professor Estevão Tomomitsu Kimpara, o senhor será sempre um exemplo. Obrigada por ser meu amigo e não me abandonar no doutorado mesmo com tantos impecílios. Fico muito feliz de ter tido a oportunidade de ser sua aluna e aprender a essência do que é ser mestre. O senhor será para sempre o meu orientador.

## **AGRADECIMENTOS**

À UNESP - Universidade Estadual Paulista, na pessoa do diretor do Instituto de Ciência e Tecnologia de São José dos Campos, Prof. Tit. Estevão Tomomitsu Kimpara e da vice-diretora Prof. Adj. Rebeca Di Nicoló. Ao Programa de Pós-graduação em Odontologia Restauradora, na pessoa do coordenador Prof. Adj. Alexandre Luiz Souto Borges.

Aos docentes do Programa de Pós-graduação em Odontologia Restauradora, por todos os ensinamentos e pela contribuição na minha formação acadêmica e científica, principalmente ao professor Marco Antonio Bottino, obrigada por sua dedicação ao programa.

Aos secretários da secção de Pós-Graduação, Bruno, Carolina e Sandra, obrigada por toda ajuda e orientação que nos dão nas horas mais difíceis e corridas, de maneira eficiente e prestativa. Muito obrigado.

Agradeço a todos os professores do Departamento de Materiais Odontológicos e Prótese pela convivência.

Aos técnicos de laboratório que considero amigos: Fernandinho, Marcos, Lilian, Márcio, Taís Paradella e para a secretária Juliane. Muito obrigada pela convivência maravilhosa, por toda ajuda e amizade.

Ao professor Júlio César Brigolini, por ter me acolhido como sua aluna de iniciação científica e agora ter aceitado ser avaliador da minha banca de doutorado. O senhor é prova viva da minha evolução e obrigada por fazer parte dela.

À professora Fabíola Leite obrigada por sempre estar presente ao longo da minha vida acadêmica e por ter aceitado novamente em ser da minha banca.

Ao professor Tarcísio Paes Jr, por ter aceitado ser da minha banca de doutorado e por ter me acolhido na Prótese Total. Vivemos bons momentos no “Dentaduras S.A.”.

Ao professor João Maurício, obrigado por ter aceitado ser da minha banca de doutorado e pelos ensinamentos e experiências clínicas que me passou na especialização.

Aos amigos de pós-graduação Nathália Ramos, Aline Lins, Gabriela Ramos, Gabriela Nishioka, Ronaldo Carvalho, Carolina Martinelli, Vinicius, Pollyanna, Tabata, Lígia, Hilton, Marcelo, Leonardo, Pedro, Larissa, Júlio, Amanda, João e todos os demais, muito obrigada por fazerem parte dos bastidores desta caminhada e por terem tornado o doutorado mais divertido.

Ao meu querido grupo PET (Programa de Educação Tutorial) e principalmente a nossa tutora Profa. Rosângela de Almeida Ribeiro por ter contribuído para a minha escolha de ser professora. O PET foi fundamental na minha vida acadêmica, foi ele que me ensinou a fazer o melhor, com profissionalismo e excelência. Essa conquista também é desse grupo. Uma vez petiana, sempre petiana.

À todos da minha família, o meu eterno agradecimento.

E a todas as pessoas que participaram desta conquista, contribuindo para a realização deste trabalho, direta ou indiretamente, meu agradecimento.

"Agradeço todas as dificuldades que enfrentei, se não fosse por elas, eu não teria saído do lugar. As facilidades nos impedem de caminhar".

Chico Xavier

## SUMÁRIO

<b>LISTA DE FIGURAS.....</b>	<b>13</b>
<b>LISTA DE TABELAS.....</b>	<b>15</b>
<b>LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS.....</b>	<b>16</b>
<b>RESUMO .....</b>	<b>17</b>
<b>ABSTRACT.....</b>	<b>18</b>
<b>1 INTRODUÇÃO .....</b>	<b>19</b>
<b>2 REVISÃO DE LITERATURA.....</b>	<b>22</b>
<b>2.1 Cerâmica de dissilicato de lítio .....</b>	<b>22</b>
<b>2.2 Ensaio mecânico .....</b>	<b>24</b>
<b>2.3 Aderência microbiológica.....</b>	<b>27</b>
<b>3 PROPOSIÇÃO .....</b>	<b>29</b>
<b>4 MATERIAL E MÉTODOS.....</b>	<b>30</b>
<b>4.1 Material utilizado .....</b>	<b>30</b>
<b>4.2 Delineamento experimental do estudo .....</b>	<b>31</b>
<b>4.3 Confeção das amostras .....</b>	<b>31</b>
<b>4.3.1 Confeção dos discos cerâmicos .....</b>	<b>32</b>
<b>4.3.2 Tratamento dos discos para obtenção das amostras .....</b>	<b>33</b>
<b>4.4 Condições experimentais.....</b>	<b>35</b>
<b>4.4.1 Biodegradação.....</b>	<b>36</b>
<b>4.4.1.1 Seleção dos voluntários para obtenção da saliva.....</b>	<b>36</b>
<b>4.4.1.2 Formação de biofilme.....</b>	<b>36</b>
<b>4.5 Avaliação das amostras.....</b>	<b>37</b>
<b>4.5.1 Resistência à flexão .....</b>	<b>38</b>
<b>4.5.2 Aderência microbiológica.....</b>	<b>39</b>
<b>4.6 Análises complementares.....</b>	<b>41</b>

4.6.1 Rugosidade superficial.....	41
4.6.2 Perfilometria volumétrica.....	42
4.6.3 MEV.....	43
4.6.3.1 MEV da caracterização da superfície.....	43
4.6.3.2 MEV da aderência microbiológica.....	43
4.7 Forma de análise dos resultados .....	44
4.7.1 Análise quantitativa.....	44
4.7.1.1 Rugosidade superficial .....	44
4.7.1.2 Perfilometria volumétrica.....	44
4.7.1.3 Análise estatística da resistência à flexão biaxial .....	45
4.7.1.4 Análise de Weibull .....	45
4.7.1.5 Análise estatística da aderência microbiológica .....	46
4.7.2 Análise qualitativa .....	47
4.7.2.1 MEV da caracterização da superfície.....	47
4.7.2.2 MEV da aderência microbiológica.....	47
5 RESULTADOS.....	48
5.1 Análise quantitativa.....	48
5.1.1 Rugosidade superficial .....	48
5.1.2 Perfilometria volumétrica.....	49
5.1.3 Análise estatística da resistência a flexão biaxial.....	50
5.1.4 Análise de Weibull.....	53
5.1.5 Análise estatística da aderência microbiológica.....	54
5.2 Análise qualitativa.....	56
5.2.1 MEV da caracterização da superfície.....	56
5.2.2.MEV da aderência microbiológica.....	58
6 DISCUSSÃO.....	60
7 CONCLUSÃO.....	65
REFERÊNCIAS.....	66

<b>APÊNDICE .....</b>	<b>72</b>
<b>ANEXO.....</b>	<b>74</b>

## LISTA DE FIGURAS

Figura 1 – Delineamento experimental do estudo .....	31
Figura 2 – Obtenção dos discos cerâmicos.....	32
Figura 3 – Materiais utilizados na caracterização extrínseca das amostras.....	34
Figura 4 – Amostras prontas.....	35
Figura 5 – Meio de cultura disposto na placa de 24 poços.....	37
Figura 6 – Ensaio de resistência à flexão.....	38
Figura 7 – Contagem das unidades formadoras de colônia.....	41
Figura 8 - Gráfico representativo da superfície das amostras.....	50
Figura 9 - Curva normal dos valores resíduos do modelo ANOVA para verificar a distribuição dos resíduos (normalidade).....	51
Figura 10 - Diagrama de dispersão dos valores resíduos do modelo ANOVA em relação aos valores ajustados pelo modelo para verificar a uniformidade dos resíduos (homocedasticidade).....	51
Figura 11 - Gráfico da análise de Weibull sobre os valores das médias.....	54
Figura 12 – Micrografias da superfície das amostras de todos os grupos após condicionamento ácido (2000X).....	57
Figura 13 – Micrografias da superfície das amostras dos grupos controle e biodegradação após a adesão microbiológica (4000X).....	58

Figura 14 – Micrografias da superfície das amostras dos grupos Desgaste e Biodegradação+Desgaste após a adesão microbológica (4000X).....59

## LISTA DE TABELAS

- Tabela 1 - Resultado da estatística realizada com os valores de rugosidade Ra. As medias e desvios padrão estão representadas  $\mu\text{m}$ .....48
- Tabela 2 – Resultado da estatística realizada com os valores da perfilometria volumétrica. As medias e desvios padrão estão representadas  $\mu\text{m}^3$ .....49
- Tabela 3 - ANOVA dois fatores para os dados obtidos da resistência à flexão.....52
- Tabela 4 – Resultados do Teste de Tukey da resistência à flexão. Letras iguais representam grupos homogêneos.....53
- Tabela 5 - ANOVA dois fatores para os dados obtidos da aderência microbiológica.....55
- Tabela 6 - Resultados do Teste de Tukey da aderência microbiológica. Letras iguais representam grupos homogêneos.....55

## LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

B	Grupo Biodegradação
BD	Grupo Biodegradação + Desgaste
UFC	Unidade formadora de colônias
MEV	Microscópio eletrônico de varredura
PPF	Prótese parcial fixa
Pig	Pigmentação
CAD/CAM	<i>Computer-aided design/computer-aided manufacturing</i>
BHI	Caldo Brain Heart Infusion
C	Grupo Controle
CEP	Comitê de Ética em Pesquisa
D	Grupo Desgaste

Barcellos ASP. Efeito da pigmentação extrínseca nas cerâmicas à base de dissilicato de lítio submetidas aos processos de desgaste e biodegradação nas propriedades mecânicas e aderência bacteriana [tese]. São José dos Campos (SP): Universidade Estadual Paulista (Unesp), Instituto de Ciência e Tecnologia; 2019.

## RESUMO

O objetivo deste estudo foi avaliar se há alteração no comportamento mecânico e na aderência microbiológica da cerâmica à base de dissilicato de lítio com a técnica de pigmentação extrínseca aplicada, após ser submetida a diferentes condições experimentais. Foram confeccionadas 160 amostras, divididas em grupos com e sem pigmentação ( $n=80$ ). Destes, cada grupo foi subdividido em Controle, Desgaste, Biodegradação e Desgaste com Biodegradação ( $n=20$ ). 15 amostras de cada subgrupo foram submetidas ao teste de resistência à flexão e 5 para o teste de aderência microbiológica. As amostras passaram anteriormente por testes complementares para caracterização da superfície (rugosidade, perfilometria volumétrica e microscopia eletrônica de varredura (MEV)). Os resultados foram submetidos a análise estatística descritiva (média e desvio padrão) e inferencial, mediante o teste paramétrico de análise de variância (ANOVA) dois fatores e teste de Tukey ( $\alpha = 0,05$ ). O fator pigmentação extrínseca influenciou negativamente no comportamento mecânico da cerâmica, apresentando significância estatística ( $p = 0,000$ ), assim como a interação entre o tipo de condição experimental e a pigmentação ( $p = 0,020$ ). Entretanto, na aderência microbiológica, foi a condição experimental que influenciou negativamente no comportamento microbiológico ( $p = 0,000$ ), assim como a interação entre a condição experimental e a pigmentação ( $p = 0,000$ ). Nas análises complementares, observou-se que a interação entre os fatores aumentou a rugosidade superficial ( $p = 0,000$ ) e aumentou o volume perdido pelo desgaste ( $p = 0,040$ ). As microscopias da superfície mostram as características de cada grupo, mostrando as diferenças entre as condições experimentais com e sem pigmentação extrínseca. E as microscopias da aderência microbiológica ilustram e confirmam os resultados obtidos no teste estatístico. Concluiu-se que a pigmentação extrínseca altera as propriedades mecânicas da cerâmica de dissilicato de lítio, reduzindo a resistência à flexão e aumentando a rugosidade superficial e o desgaste. Porém, a aderência microbiológica foi aumentada pela condição experimental. Entretanto, a interação entre os fatores contribuiu para esse aumento e para agravar a alteração nas propriedades mecânicas.

Palavras-chave: Cerâmica de dissilicato de lítio. Pigmentação extrínseca. Resistência à flexão. Aderência microbiológica.

*Barcellos ASP. Effect of extrinsic pigmentation on lithium disilicate-based ceramics subjected to wear and biodegradation processes on mechanical properties and bacterial adherence [doctorate thesis]. São José dos Campos (SP): São Paulo State University (Unesp), Institute of Science and Technology; 2019.*

## **ABSTRACT**

*The objective of this study was to evaluate the mechanical and microbiological behavior of the ceramics based on lithium disilicate with extrinsic characterization. For this, 160 discs were made, divided into two large groups, with extrinsic characterization and without, after which each was divided into four groups (n = 20): Control, Wear, Biodegradation and Biodegradation with Wear. Fifteen samples from each group were submitted to the flexural strength test and 5 submitted to the microbiological adherence test. Prior to the destructive test of flexural strength, the representative samples of each group underwent complementary tests for surface characterization. The results were submitted to descriptive statistical analysis (mean and standard deviation) and inferential, using the parametric analysis of variance (ANOVA) two way and Tukey test ( $\alpha = 0,05$ ). The extrinsic characterization factor influenced the mechanical behavior of the ceramic, presenting statistical significance ( $p = 0.000$ ), as well as the interaction between the type of experimental condition and the extrinsic characterization ( $p = 0.020$ ). However, in the microbiological adherence, it was the experimental condition that influenced the microbiological behavior ( $p = 0.000$ ), as well as the interaction between the experimental condition and the extrinsic characterization ( $p = 0.000$ ). It was concluded that the makeup influenced the mechanical behavior of the ceramic, and the experimental condition influenced the microbiological adherence. The interaction between the factors influenced both the mechanical behavior and the microbiological adherence.*

*Keywords: Lithium disilicate ceramics. Extrinsic pigmentation. Flexural strenght. Microbiological adherence.*

## 1 INTRODUÇÃO

A Odontologia Reabilitadora visa atender os requisitos estéticos e funcionais devolvendo a sanidade ao sistema mastigatório. Para isto, pesquisadores e indústrias vêm desenvolvendo materiais que apresentem propriedades mecânicas satisfatórias e adaptação ao dente preparado, aliados as propriedades ópticas similares as estruturas dentais naturais (Bottino, 2001, 2009; Van Noort, 2004; Lin et al., 2012; Vidotti et al., 2013; Kursoglu et al., 2015; Figueiredo-Pina et al., 2016; Zhang et al., 2016). Fazem parte desta proposta materiais como a alumina, a zircônia e o dissilicato de lítio.

Dentre estes materiais, a cerâmica de dissilicato de lítio foi introduzida na comunidade odontológica pela Ivoclar Vivadent em 1998 (Lien et al., 2015). É uma cerâmica com matriz vítrea e componentes cristalinos, o que resulta em maior resistência mecânica comparadas as cerâmicas feldspáticas e em melhor estética que as cerâmicas altamente cristalinas. É composta basicamente por quartzo, dióxido de lítio, óxidos de fósforo, de potássio e óxido de alumina (Ritter, 2010; Kang et al., 2013; Figueiredo-Pina et al., 2016). Sua fase cristalina do dissilicato ( $\text{Li}_2\text{Si}_2\text{O}_5$ ) compõe de 60-65% desse material e promove uma morfologia especial, aumentando a sua resistência em comparação com outras cerâmicas vítreas. Podem ser encontradas na forma de blocos usináveis ou pastilhas injetáveis (Vidotti et al., 2013; Figueiredo-Pina et al., 2016).

Durante a confecção de uma restauração prensada, o material é injetado num molde de revestimento obtido pela técnica da cera perdida sob alta temperatura e pressão. Este sistema permite reduzir o problema da contração durante a queima da cerâmica, pois a variação dimensional só ocorre durante o resfriamento, e pode ser controlada por expansão adequada do material de revestimento (Vidotti et al., 2013). Já os blocos usináveis apresentam algumas melhorias nas propriedades mecânicas das restaurações, devido a produção deste ocorrer por um processo padronizado que resulta em um material mais homogêneo (Aurélio et al., 2015).

As restaurações realizadas nestes tipos de sistema podem ser estratificadas, com aplicação de cerâmica de cobertura (Vidotti et al., 2013), ou monolíticas (Lin et al., 2012; Kang et al., 2013; Zhang et al., 2016). De acordo com Zhang et al. (2016),

estas últimas são cada vez mais utilizadas em detrimento das próteses estratificadas, pois minimizam os problemas associados com a sua fabricação complexa, como a presença de tensões residuais e delaminação da cerâmica de cobertura sobre o “coping”. Porém, o material sendo monolítico, geralmente possui cor única, o que não mimetiza o dente natural.

Para melhorar as propriedades estéticas e conseguir uma aparência natural, pigmentos de superfície são aplicados sobre restaurações monolíticas de dissilicato de lítio (Lin et al., 2012; Subasi et al., 2014). A pigmentação extrínseca, conhecida popularmente como maquiagem cerâmica, consiste na aplicação de pastas pigmentadas que são queimadas após a cristalização da cerâmica para melhorar a caracterização das peças protéticas. Esta técnica é imprescindível para a mimetização das cerâmicas, porém aumenta-se o tempo de queima deste material, o que pode alterar suas propriedades mecânicas (Cho et al., 2012). Estas restaurações são submetidas a uma série de fases de processamento até a cimentação, incluindo fresagem, acabamento, polimento, e queima do material. Todos estes processos podem provocar a concentração de tensões na superfície da cerâmica (Subasi et al., 2014). Além disso, muitas vezes o protocolo indicado pelo fabricante é negligenciado para satisfazer as necessidades clínicas, não seguindo um processo ou uma seqüência protocolada da técnica da pigmentação extrínseca para garantir a confiabilidade das restaurações de dissilicato de lítio (Alao et al., 2017). Em muitos laboratórios dentários ou clínicas, cristalização, polimento e glaze são procedimentos arbitrários (Lin et al., 2012), o que pode resultar em uma qualidade de superfície variável (Aurélio et al., 2015; Fraga et al., 2015).

Quando as cerâmicas são expostas ao meio bucal, com a presença de biofilme bacteriano, enzimas salivares, pH, temperatura bucal e ingestão de alimentos, sofrem degradação química na sua composição estrutural, pois o meio intrabucal possui condições extremamente adversas que agem em conjunto no envelhecimento do material (Macedo, 2012; Barcellos et al., 2018). Esta degradação pode comprometer as camadas periféricas e levar o material a ter prejuízo nas suas propriedades mecânicas (Papadogiannis et al., 2011). Além disto, a união da degradação hidrolítica com o esforço mastigatório, que possui cargas retas e oblíquas, pode potencializar a degradação superficial do material promovendo a queda da resistência, diminuindo a dureza e aumentando a rugosidade superficial. O

aumento da rugosidade pode resultar no aumento da aderência bacteriana no material (Kermanshahi et al., 2010; Shokati et al., 2010), podendo ser agravado se essa cerâmica possuir uma camada superficial de pigmentação extrínseca sem a qualidade necessária.

A degradação hidrolítica ocorre em virtude da exposição de ligações sensíveis localizadas mais profundamente no interior da matriz com a infiltração de enzimas salivares (Kermanshahi et al., 2010; Shokati et al., 2010). A exposição a enzimas salivares acelera a infiltração de bactérias, que aumenta a degradação do material ao longo do tempo (Kermanshahi et al., 2010; Papadogiannis et al., 2011). Já é conhecido que a presença de bactérias entre o dente e a restauração é um grande desafio e uma causa potencial de sensibilidade pós-operatória, cárie, inflamação e necrose pulpar (Svanberg et al., 1990; de Gee et al., 1996; Bourbia et al., 2013).

Entretanto, necessita-se de mais investigações acerca das consequências da ação de espécies como o *Streptococcus mutans* sobre a superfície dos materiais odontológicos, sendo este o principal agente etiológico responsável por cáries, produtor de enzimas ácidas e um dos habitantes primários presentes na cavidade bucal (Buchmann et al., 1991). Isto pode relevar aspectos importantes do comportamento e desempenho clínico do material (Deligeorgi et al., 2001; Kermanshahi et al., 2010), pois, acúmulo de biofilme sobre a superfície dos materiais restauradores com consequente degradação química pode potencializar o desgaste e a retenção de mais biofilme, contribuindo para reduzir a longevidade da restauração (Fucio et al., 2008; Bourbia et al., 2013).

Estudos “*in vitro*” nos quais são criados ambientes controlados quanto as substâncias existentes na saliva, pH, microorganismos, temperatura bucal, tempo de envelhecimento, entre outros fatores para se aproximar ao que acontece “*in vivo*” pode ser referido como biodegradação.

Frente a isto, torna-se necessário avaliar se a biodegradação e o desgaste influenciam nas propriedades mecânicas e na aderência de biofilme em cerâmicas de dissilicato de lítio com pigmentação extrínseca aplicada.

## 2 REVISÃO DE LITERATURA

Esta seção foi dividida em três subseções: a primeira subseção traz uma introdução sobre as cerâmicas odontológicas e especificamente da cerâmica de dissilicato de lítio com pigmentação extrínseca; a segunda, discute os ensaios mecânicos; e a terceira, versa sobre a aderência microbiológica.

### 2.1 Cerâmica de dissilicato de lítio

O tratamento reabilitador objetiva devolver as condições de sanidade ao sistema e especificamente na odontologia, os requisitos a serem preenchidos se referem a durabilidade e a devolução da estética. Nos últimos anos, vários materiais cerâmicos têm sido desenvolvidos numa tentativa de aumentar a resistência à fratura, a tenacidade, a resistência ao desgaste e, simultaneamente, garantir uma estética adequada para restaurações anteriores e posteriores (Figueiredo-Pina et al., 2016; Lin et al., 2012; Kursoglu et al., 2015; Vidotti et al., 2013; Zhang et al., 2016). Atualmente, uma das vitrocerâmicas mais utilizadas e que possuem essas características são as cerâmicas de dissilicato de lítio. Alguns sistemas comerciais desses multicomponentes estão disponíveis, dentre eles:  $\text{SiO}_2\text{-Li}_2\text{O-P}_2\text{O}_5\text{-ZnO-Al}_2\text{O}_3\text{-K}_2\text{O}$  e  $\text{SiO}_2\text{-Li}_2\text{O-P}_2\text{O}_5\text{-ZrO}_2\text{-K}_2\text{O}$  (e.max<sup>®</sup> IPS, Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein);  $\text{SiO}_2\text{-Li}_2\text{O-BaO-CaO}$  (3G OPC<sup>®</sup>, Pentron cerâmica); e  $\text{SiO}_2\text{-Li}_2\text{O-Al}_2\text{O}_3\text{-K}_2\text{O}$  (produtos Rosetta<sup>®</sup>, Hass Corporation) (Figueiredo-Pina et al., 2016).

A cerâmica de dissilicato de lítio foi apresentada a comunidade odontológica pela Ivoclar Vivadent em 1998 (Lien et al., 2015). Devido a sua resistência mecânica, essa cerâmica pode ser utilizada para confecção de facetas, inlays e onlays, coroas parciais, coroas totais anteriores e posteriores, infra-estruturas de implantes para restaurações unitárias (regiões anterior e posterior). Também podem ser utilizadas para prótese parcial fixa (PPF) de três elementos (1<sup>o</sup> pré molar, 2<sup>o</sup> pré molar pântico e 1<sup>o</sup> molar) (Bottino, 2009; Fabianelli et al., 2010; Pekkan, Hekimoglu, 2009; Plengsombut et al., 2009; Wolfart et al., 2007, 2009).

Esta cerâmica composta basicamente por quartzo, dióxido de lítio, óxidos de fósforo, de potássio e alumina. Possui matriz vítrea e componentes cristalinos que conferem maior resistência que as cerâmicas feldspáticas e melhor estética que as cerâmicas altamente cristalinas. São processadas pelas etapas de aquecimento, fusão e resfriamento, com nucleação simultânea e crescimento de dois cristais diferentes. O processo de cristalização parcial forma cristais de metassilicato de lítio, que são responsáveis pelas propriedades mecânicas de alta resistência e estabilidade das bordas, mesmo antes da cristalização total (Ritter, 2010). Este material pode ser encontrado na forma de blocos usináveis ou pastilhas injetáveis (Gracis et al., 2015; Holand et al., 2006; Kang et al., 2013).

A fase cristalina do dissilicato ( $\text{Li}_2\text{Si}_2\text{O}_5$ ) compõe de 60-65% desse material e promove uma morfologia especial, aumentan a resistência em comparação com outras cerâmicas vítreas. Sua resistência à flexão é de 360 MPa, seu coeficiente de expansão térmica é de  $10.5^{10^{-6}}/\text{K}$ ; o módulo de elasticidade é de 95 GPa e a dureza Vickers é de 580 Hv (Figueiredo-Pina et al., 2016; Vidotti et al., 2013).

Os sistemas existentes atualmente para realizações de restaurações de dissilicato de lítio são os prensados e os usinados. O primeiro é um sistema laboratorial de injeção por calor e o segundo um sistemas que utiliza técnicas de usinagem do CAD/CAM (*computer-aided design/computer-aided manufacturing*) (Lin et al., 2012; Figueiredo-Pina et al., 2016).

Para reduzir o problema da contração durante a queima da cerâmica, foi criado o sistema de cerâmicas injetáveis. Na confecção de uma restauração prensada, o material é injetado num molde de revestimento obtido pela técnica da cera perdida sob alta temperatura e pressão. Essa técnica ajuda a diminuir a variação dimensional, pois esta só ocorrerá durante o resfriamento, podendo ser controlada pela expansão adequada do material de revestimento (Vidotti et al., 2013). Mesmo assim, há relatos de que a utilização de blocos para os sistemas CAD-CAM apresentam algumas melhorias nas propriedades mecânicas das restaurações, devido a produção deste ocorrer por um processo padronizado que resulta em um material mais homogêneo (Aurélio et al., 2015).

As restaurações realizadas com esses materiais podem ser estratificadas, nas quais a interface entre o material de cobertura e o “coping” tem um papel importante no comportamento mecânico (Vidotti et al., 2013), ou monolíticas (Kang et al., 2013;

Lin et al., 2012; Zhang et al., 2016). A utilização cada vez maior do sistema CAD/CAM e da confecção das coroas monolíticas em detrimento de próteses estratificadas, consegue-se minimizar os problemas associados com a fabricação complexa da coroa, presença de tensões residuais e a delaminação do coping (Zhang et al., 2016).

Porém, os blocos usináveis possuem uma cor pré-definida que dificulta a mimetização da restauração (Yuan et al., 2018). Para melhorar as suas propriedades estéticas e conseguir uma aparência natural, são executadas sobre restaurações monolíticas de dissilicato de lítio técnicas de caracterização extrínseca da superfície (“maquiagem”) (Lin et al., 2012; Subasi et al., 2014). Utilizando um material à base de fluorapatita específica (e-Max Ceram, Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein) composta por  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Na}_2\text{O}$ ,  $\text{K}_2\text{O}$ ,  $\text{ZnO}$ ,  $\text{CaO}$ ,  $\text{P}_2\text{O}_5$ , F e óxidos de coloração, dentre outros (Figueiredo-Pina et al., 2016).

Sendo assim, a pigmentação extrínseca consiste na aplicação de pastas pigmentadas sobre a superfície da cerâmica, que podem ser queimadas juntamente com a cristalização da cerâmica ou posteriormente a esta etapa. Portanto, forma-se uma camada extra sobre a cerâmica, fazendo existir uma preocupação com uma possível modificação do conteúdo cristalino da cerâmica nessa superfície, que conseqüentemente altera suas propriedades mecânicas (Cho et al., 2012).

## 2.2 Ensaio mecânicos

As pesquisas *in vitro* tem tentado se aproximar da realidade, como a que acontece nas pesquisas *in vivo*. Diversos tipos de máquinas foram introduzidas na Odontologia para tentar aproximar as situações que ocorrem no ambiente bucal. Os estudos *in vitro* são amplamente utilizados para aproximar condições que ocorrem clinicamente e predizem o comportamento de um material em longo prazo, para que o cirurgião-dentista possa escolher o material com o melhor desempenho e se beneficiar destas informações (Wiederhorn et al., 1967; Palmer et al., 1992; Youngson, Barclay, 2000).

### 2.2.1 Resistência à flexão

Os materiais frágeis possuem resistência à flexão menor do que a resistência à compressão (Della Bona et al., 2003), pois em flexão uma pequena camada da superfície externa é submetida à máxima tensão de tração (Della Bona, 2009). Portanto, a resistência à flexão é considerada uma importante propriedade mecânica, porque no meio intrabucal as restaurações cerâmicas são submetidas constantemente à força de flexão nas peças protéticas (Della Bona et al., 2003; Della Bona, 2009).

Existem diferentes tipos de testes de resistência à flexão, são eles: teste de resistência à flexão três pontos e flexão quatro pontos, utilizados para testar amostras em formato de barras e teste de resistência à flexão biaxial, utilizados para testar amostras em formato de discos (Della Bona, 2009).

A resistência à fratura é um parâmetro importante para determinar o sucesso clínico das restaurações. O referido parâmetro pode ser afetado pelo tamanho de falhas e defeitos na superfície do material e ocorre em consequência da tensão máxima requerido para fratura (Subasi et al., 2014).

O preparo das amostras deste tipo de teste deve ser criterioso, pois este é sensível ao acabamento da superfície (Della Bona, 2009). Defeitos na superfície e mudanças nas arestas podem levar a uma propagação de trinca. Então, se faz necessário o polimento adequado da superfície como indicado pela norma ISO 6872 para cerâmicas odontológicas (Della Bona et al., 2004). Porém, após a caracterização extrínseca, não é possível fazer novo polimento, podendo deixar uma superfície irregular na amostra.

A cavidade bucal é um sistema complexo e multifatorial (Barcellos et al., 2018). Alguns estudo *in situ*, mostraram que a cerâmica possui um comportamento diferente quando envelhecida no meio bucal, avaliou-se corpos de prova de dissilicato de lítio com diferentes tempos de condicionamento ácido submetidos a armazenagem em meio bucal (Macedo, 2012), em outro estudo, avaliou-se a diferença da ciclagem térmica laboratorial e a ciclagem térmica intrabucal (Marinho, 2015) e avaliou-se a diminuição da resistência à flexão quando as amostras

passaram por ciclagem intrabucal (Barcellos et al., 2018). Todos estes estudos apresentaram valores de resistência da flexão diminuídos.

### **2.2.2 Rugosidade e Dureza**

Ainda, para estabelecer o sucesso clínico outros métodos de ensaio estão disponíveis para avaliar as propriedades mecânicas do material, como a rugosidade, que visa avaliar as características superficiais do material (Bativała et al., 1987; Dupriez et al., 2014), assim como a dureza, que é importante para avaliação do desgaste do dente antagonista, ou desgaste do próprio material (Figueiredo-Pina et al., 2016), entre outros testes.

Encontra-se na literatura que esse tipo de caracterização extrínseca da cerâmica permanece até 11,4 anos, mas com o tempo, a rugosidade da superfície aumenta (Bativała et al., 1987), o que se torna um fator que deve ser analisado com atenção, pois cerâmicas de superfície áspera são mais susceptíveis à coloração de fontes externas (Acar et al., 2016), que provocaria manchamento da peça. Por fim, a superfície com rugosidade aumentada pelo material de maquiagem está relacionada com o desgaste do antagonista e da própria cerâmica (Figueiredo-Pina et al., 2016).

Portanto, mesmo com o fabricante da cerâmica de dissilicato de lítio afirmando que este material é capaz de obter boas propriedades estéticas e mecânicas com a técnica de pigmentação extrínseca para caracterização, sabe-se que se faz necessário estudos que avaliem o comportamento desse material caracterizado. Assim, podendo ser indicado corretamente para cada situação e prevendo com precisão o desempenho a longo prazo das restaurações (Aurélio et al., 2015).

### 2.3 Aderência microbiológica

Outros fatores também podem influenciar o sucesso clínico do material, principalmente os fatores biológicos, como biocompatibilidade, aderência microbiológica, citotoxicidade e infiltração marginal (Cho et al., 2012; Gonuldas et al., 2014).

O biofilme dental é uma comunidade microbiológica envolvida por uma matriz extracelular (Fejerskov, 2004; Cury, Vazquez-Ccahuana, 2010). Para ocorrer a colonização dos microorganismos nas superfícies é necessário que eles estejam aderidos a ela. Essa aderência se dá por meio de interações eletrostáticas não específicas de fraca intensidade e portanto reversíveis, e interações específicas entre as bactérias e as proteínas presentes na cavidade bucal, portanto irreversíveis (Lenander-Lumikaru, Loimaranta, 2000; Marsh, Martin, 2005). O primeiro estágio é a adesão dos microorganismos, que ocorre a co-agregação as células ligadas, resultando em um aumento da flora e o segundo estágio é a aderência, uma vez que as bactérias tenham se ligado entre si e a superfície acometida, ocorre o crescimento e a formação de microcolônias, sintetizando matriz extracelular (Fejerskov, 2004; Cury, Vazquez-Ccahuana, 2010).

O *Streptococcus mutans* é o principal agente etiológico responsável por cáries e um dos habitantes primários presentes na aderência bacteriana em restaurações (Buchmann et al., 1991). Com a degradação das interfaces marginais, as bactérias produtoras de ácido podem infiltrar as margens e contribuir para a progressão da cárie secundária (Kermanshahi et al., 2010). Acredita-se que o acúmulo de tais microorganismos na fenda marginal pode promover a desmineralização da interface dente/restauração, contribuindo para a progressão da doença cárie (Deligeorgi et al., 2001; Kermanshahi et al., 2010). Pois esse microorganismo apresenta capacidade acidúrica, sobrevivendo em pH ácido, como o meio intrabucal, e acidogênica, sendo capaz de produzir ácido láctico responsável pela desmineralização de tecidos, não sabendo o seu potencial de degradação em materiais restauradores.

As cerâmicas reforçadas por dissilicato de lítio são classificadas como cerâmicas ácido-sensíveis, ou seja, sofrem degradação da superfície pelo ácido fluorídrico criando um padrão topográfico que favorece a retenção micromecânica

(Attia, Kern, 2004; Monteiro et al., 2018). O meio bucal, local em que os materiais restauradores são utilizados, se apresenta com condições extremamente adversas quanto ao pH, variação de temperatura e presença de microrganismos. E se essas cerâmicas são ácido-sensíveis, podem sofrer degradação pelo pH ácido do meio bucal (Cotes et al., 2013) e das bactérias. A estrutura da cerâmica pode ser alterada devido a isto, promovendo irregularidades na superfície pela dissolução seletiva da matriz vítrea, resultando em microporos retentivos, fendas e sulcos em sua superfície (Cotes et al., 2013; Meyer-Filho et al., 2004).

Na cavidade bucal, as alterações químicas na superfície são evidentes e demonstradas através da descoloração ao longo do tempo (Prati et al., 1990). A degradação hidrolítica ocorre em virtude da exposição de ligações sensíveis localizadas mais profundamente no interior da matriz. Com a infiltração de enzimas salivares, a destruição permanente da interface pode ocorrer (Kermanshahi et al., 2010; Shokati et al., 2010). A exposição a enzimas salivares acelera a infiltração de bactérias, que aumenta a degradação ao longo do tempo (Kermanshahi et al., 2010). A presença de bactérias entre o dente e a restauração é um grande desafio e uma causa potencial de sensibilidade pós-operatória, cárie, inflamação e necrose pulpar (Svanberg et al., 1990; de Gee et al., 1996; Bourbia et al., 2013). Mas não se sabe se poderia reduzir as propriedades mecânicas dos materiais.

Estudos mostram que os ciclos térmicos laboratoriais de rotina podem ser associados com as alterações estruturais e mecânicas, o que pode reduzir a resistência à fratura dos materiais cerâmicos (Aurélio et al., 2015). No entanto, há inconsistências na literatura em relação aos diferentes protocolos térmicos aplicados a esses materiais cerâmicos e possíveis alterações de comportamento dos mesmos quando expostos a presença de microrganismos. Se faz necessário, portanto, investigar os possíveis efeitos desses processos de sobre a resistência mecânica dos materiais cerâmicos (Aurélio et al., 2015; Lien et al., 2015).

### **3 PROPOSIÇÃO**

#### **3.1 Objetivo geral**

Avaliar se há alteração no comportamento mecânico e na aderência microbiológica da cerâmica à base de dissilicato de lítio com a técnica de pigmentação extrínseca aplicada, após ser submetida a diferentes condições experimentais.

#### **3.2 Objetivos específicos**

A hipótese testada foi que a pigmentação extrínseca sobre as cerâmicas e a condição experimental utilizada não influencia:

- a) Na resistência a flexão;
- b) Na confiabilidade da cerâmica;
- c) Na aderência microbiológica;
- d) Na rugosidade superficial;
- e) No desgaste superficial;
- f) Nas características morfológicas.

## 4 MATERIAL E MÉTODOS

### 4.1 Materiais utilizados

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

Quadro 1- Nomes comerciais, tipos de material, fabricantes e composições dos produtos utilizados nos experimentos

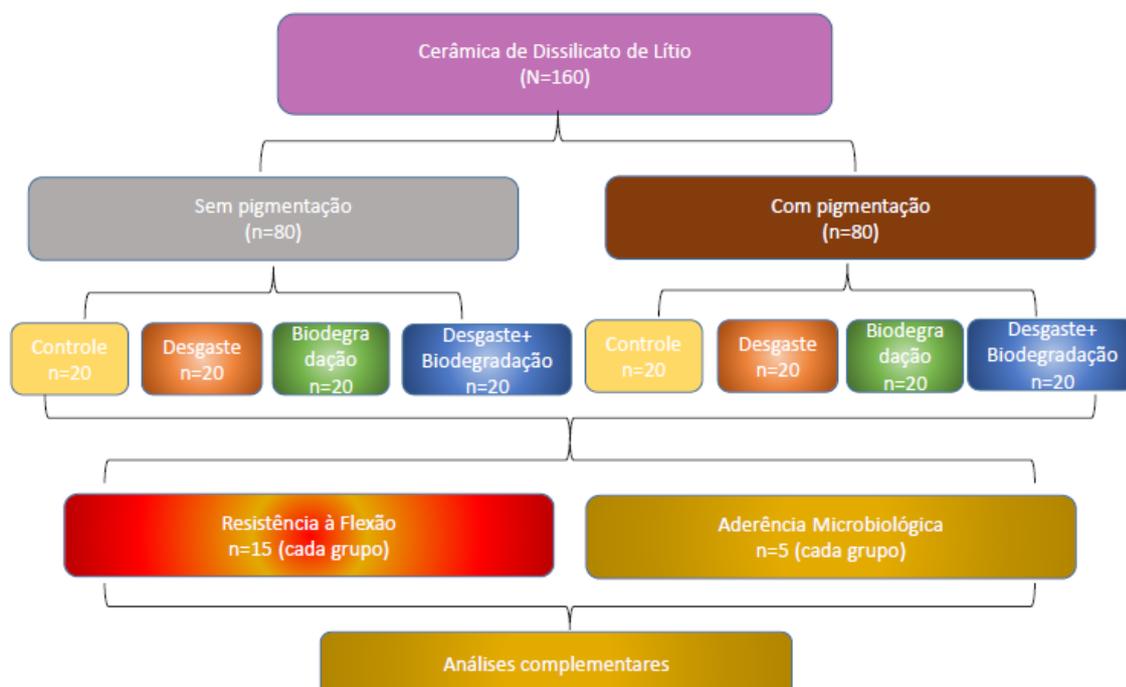
<b>Marca Comercial</b>	<b>Tipo do Material</b>	<b>Fabricante</b>	<b>Composição</b>
IPS e.max CAD	Cerâmica de dissilicato de lítio	Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein	SiO <sub>2</sub> , Li <sub>2</sub> O, K <sub>2</sub> O, P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> , ZrO <sub>2</sub> , ZnO, Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , MgO
IPS e.max Ceram Shades	Nano fluorapatita de baixa fusão para cobertura de cerâmica	Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein	SiO <sub>2</sub> , Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , Na <sub>2</sub> O, K <sub>2</sub> O, ZnO, CaO, P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> , F e óxidos corantes
IPS e.max Ceram Glaze Paste(Cor C1)	Pasta de glaze	Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein	Óxidos, glicerina, butanodiol e polivinil pirrolidina

Fonte: Elaborado pelo autor.

## 4.2 Delineamento experimental do estudo

A pesquisa obedeceu o delineamento experimental apresentado na Figura 1.

Figura 1- Delineamento experimental do estudo



Fonte: Elaborado pelo autor.

## 4.3 Confeção das amostras

As amostras utilizadas, no total de 160 discos, foram obtidas conforme os procedimentos descritos a seguir:

#### 4.3.1 Confeção dos discos cerâmicos:

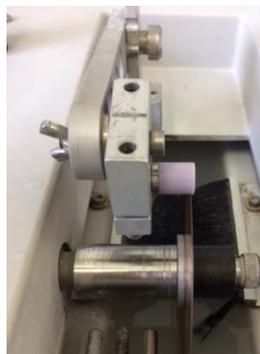
Os corpos de prova foram confeccionados com a cerâmica de dissilicato de lítio, o IPS emax CAD (Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein), em forma de disco, com as dimensões de 12 mm de diâmetro X 1,2 mm de altura (Norma ISO 6872/2008).

Foram confeccionados 160 corpos de prova, sendo divididos em dois grandes grupos, sem pigmentação e com pigmentação, e então estes foram redivididos (n=20) em: Controle (C); Desgaste (D); Biodegradação (B); Biodegradação +Desgaste (BD).

Os blocos de dissilicato de lítio parcialmente cristalizados, foram arredondados em uma máquina de usinagem (Nardini, Americana, São Paulo, Brazil) até obter um cilindro com 12mm de diâmetro. Após, os cilindros foram levados a máquina de corte Isomet 1000 (Buehler, Estados Unidos) e cortados com um disco diamantado (Extec, Enfield – CT, EUA) (Figura 2) de forma a obter discos com altura de  $1,2 \pm 0,2$  mm. Em seguida, os discos foram polidos em lixas de granulação 400, 800 e 1200.

Então foram lavadas em banho ultrassônico (Lavadora Ultrassônica Cristófoli, Campo Mourão, Paraná, Brasil) durante oito minutos em álcool isopropílico.

Figura 2 – Obtenção dos discos cerâmicos:



Legenda: Cilindro cerâmico sendo seccionado em discos.  
Fonte: Elaborado pelo autor.

#### 4.3.2 Tratamento dos discos para obtenção das amostras:

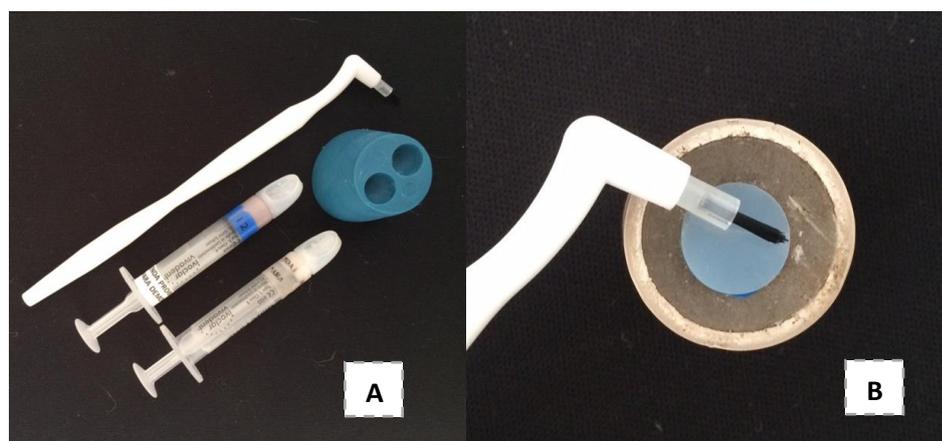
Foi utilizado um dispositivo para auxiliar a aplicação, tanto dos pigmentos, como do “glaze”, que consistiu de um cano de PVC de 2 cm de diâmetro, cortado para obter um cilindro com 3 cm de altura. O cilindro obtido foi preenchido com resina acrílica ativada quimicamente (RAAQ), sendo posicionado, numa das faces, um disco de plástico com 12 mm de diâmetro e 1,3 mm de altura que após a polimerização da resina foi removido para acomodar os discos de cerâmicas para devido tratamento.

As amostras foram divididas em sem pigmentação e com pigmentação (n=80):

- ✓ Sem pigmentação – Após a confecção descrita acima, os discos foram levados ao forno para cristalização (EP5000, Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein), no ciclo P91 com a temperatura máxima de 850°C por 28 min, conforme recomendado pelo fabricante. Após o resfriamento da cerâmica até a temperatura ambiente, foram removidos os resíduos com banho ultrassônico em água destilada por 5 min e secagem em estufa à 37°C. A amostra foi posicionada no dispositivo, depois o IPS e.max Ceram Glaze Paste (Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein) foi aplicado com o auxílio de um pincel fino (Figura 3), de modo uniforme, em toda a cerâmica, sem haver alteração na sua espessura, sendo a ponta do pincel trocada a cada amostra. O conjunto foi levado ao forno novamente, em ciclo para maquiagem P81 com a temperatura máxima de 770°C por 17 min, de acordo com a recomendação do fabricante. Finalizando as amostras (Figura 4);
- ✓ Com pigmentação – Após a confecção dos discos descrita acima, os mesmos foram levados ao interior do forno cerâmico para o processo de cristalização da cerâmica no ciclo P91 com a temperatura máxima de 850°C por 28 min, de acordo com a recomendação do fabricante. Após o resfriamento da cerâmica até a temperatura ambiente, foram removidos os

resíduos com banho ultrassônico em água destilada por 5 min e secagem em estufa à 37°C. A amostra foi posicionada no dispositivo, depois o IPS e.max Ceram Shades (1ª camada) (Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein) e o IPS e.max Ceram Glaze Paste (2ª camada) (Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein) foram aplicados na proporção de duas porções de pigmentação para uma porção de glaze, com o auxílio de um pincel fino, de modo uniforme, em toda a cerâmica (Figura 3), sem haver alteração na sua espessura, sendo a ponta do pincel trocada a cada amostra. Estas amostras foram levadas ao forno novamente no ciclo de pigmentação com a temperatura máxima de 770°C por 17 min, de acordo com a recomendação do fabricante. Finalizando as amostras (Figura 4).

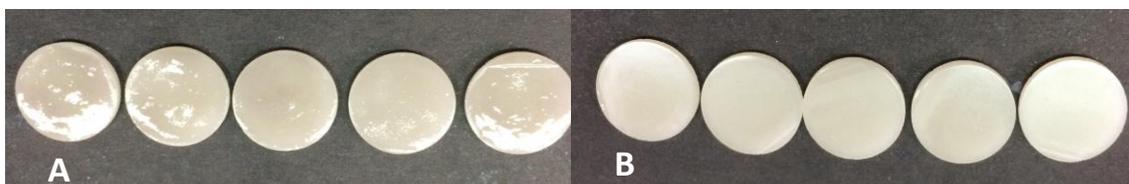
Figura 3 – Materiais utilizados na caracterização extrínseca das amostras



Legenda: A) Os materiais de pigmentação extrínseca do IPS e.max Ceram Shades (Ivoclar Vivadent) e o IPS e.max Ceram Glaze Paste (Ivoclar Vivadent) utilizados para pigmentação do dissilicato de lítio (e-max CAD) após a cristalização. B) Dispositivo utilizado para a técnica de pigmentação extrínseca (maquiagem).

Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 4 – Amostras prontas



Legenda: A) Discos cerâmicos com pigmentação e glaze. B) Discos cerâmicos com glaze.  
Fonte: Elaborado pelo autor.

#### 4.4 Condições experimentais

As 160 amostras, 80 sem pigmentação e 80 com pigmentação foram submetidas a quatro condições experimentais propostas no trabalho.

- ✓ Grupo C (Controle) – Após 24 horas de armazenagem em uma estufa à 37°, imersos em água destilada, os corpos de prova não sofreram nenhum tipo de processamento;
- ✓ Grupo D (Desgaste) – As amostras foram submetidas a simulação de desgaste fisiológico em uma máquina de ensaio (Biocylce V2, Biopdi, São Carlos-SP), com ponta aplicadora de carga de aço inox esférica ( $r = 3,5$  mm), que serviu como antagonista e o dispositivo plástico utilizado na técnica da pigmentação, foi utilizado como base para o disco na máquina. Uma força de 30 N, foi aplicada do lado pigmentado, ou com glaze, no centro da amostra, seguido por um movimento horizontal de 6 mm, a frequência de 1.7 Hz, totalizando 300.000 ciclos, imersos em água destilada e temperatura ambiente (Subasi et al., 2014);
- ✓ Grupo B (Biodegradação) – As amostras foram imersas em meio de cultura por 30 dias. Conforme descrito no Item **4.4.1**;
- ✓ Grupo DB (Biodegradação+Desgaste) – As amostras passaram primeiramente pela sequência de biodegradação e após desgaste fisiológico como descrito anteriormente.

#### **4.4.1 Biodegradação**

##### **4.4.1.1 Seleção dos voluntários para obtenção da saliva**

Este trabalho foi submetido ao Comitê de Ética em Pesquisa com Seres Humanos do Instituto de Ciência e Tecnologia da Universidade Estadual Paulista/UNESP Campus de São José dos Campos, sob o parecer Nº 2.819.810/CAAE 94218418.2.0000.0077. Os indivíduos foram informados da pesquisa e assinaram o Termo de Consentimento Livre e Esclarecido.

Foram selecionadas, entre os alunos de pós-graduação do curso de Odontologia deste Instituto, 2 voluntárias do sexo feminino com idade entre 27 e 33 anos, sem lesões de cárie, com bom estado de saúde geral e que não tinham feito antibioticoterapia no último ano.

Amostras de 20 mL de saliva estimulada por parafina (total de 40 mL de saliva por experimento) foram coletadas por cada voluntária para uso imediato no experimento.

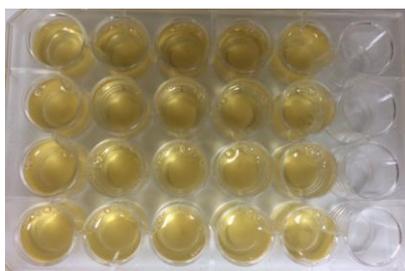
##### **4.4.1.2 Formação de biofilme**

Para o experimento de biodegradação, foi adotada a formação de biofilme pelo método microcosmos, segundo metodologia proposta por Filoche et al., 2007 com a modificação de trocar mucina por sacarose.

Os biofilmes foram formados em placa de microtitulação de 24 poços (KASVI, Curitiba, Brasil) sobre discos de cerâmicas padronizados (12 mm de diâmetro e 1,2 mm de espessura), e com o lado experimental do disco voltado para cima, tendo como inóculo saliva, obtidas conforme descrito no item 4.4.1.1, para obtenção de microcosmos. Foram inoculados, em cada poço, 400 µL de saliva e 1,8 mL de caldo Infuso Cérebro Coração (BHI, Himedia, Mumbai, Índia) suplementado de 0.5% de sacarose sobre os discos de cerâmica (Montagner et al., 2016).

As placas foram incubadas em estufa a 37°C sob agitação, com frequência de 5 Hz, durante 7 dias. Após o período determinado, os discos foram lavados delicadamente, para remoção das bactérias não aderidas, através de imersão por 10 s, em 2 mL de solução fisiológica estéril (NaCl 0.85%), inseridos em uma nova placa contendo o microcosmos e caldo BHI, e novamente incubados sob as mesmas condições (Rudney et al., 2012). As trocas foram realizadas a cada 7 dias e os corpos de prova ficaram submersos para a biodegradação por 30 dias. Ao final do período, as amostras foram expostas a radiação ultra violeta (UVA) da câmara de fluxo laminar para descontaminação das amostras.

Figura 5- Meio de cultura disposto na placa de 24 poços



Fonte: Elaborado pelo autor.

#### 4.5 Avaliação das amostras

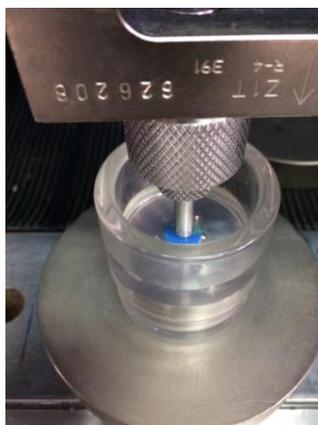
Os discos cerâmicos (n=20) foram submetidos a cada condição experimental, sendo realizado o teste de resistência a flexão em 15 discos e aderência bacteriana em 5 discos por grupo. Os testes complementares foram feitos nas amostras antes das mesmas passarem pelos testes destrutivos.

#### 4.5.1 Resistência à flexão:

Para a determinação da resistência à flexão, a amostra foi posicionada em uma base circular metálica com três esferas de 3,2 mm de diâmetro, equidistantes uma das outras, formando um plano (ISO 6872). Uma ponta romba de 1,6 mm de diâmetro foi fixada a uma máquina de ensaio (Emic DL-1000, Emic, São José dos Pinhais, PR, Brasil), e a carga foi aplicada utilizando célula de carga de 1000 kgf e velocidade de 1 mm/min até ocorrer a fratura da amostra. Durante a aplicação de carga, as amostras foram recobertas com uma película de poliéster do lado de compressão para que o contato com a ponta aplicadora de carga não danifique a superfície.

Os valores foram obtidos em Newton (N). Durante o teste de flexão biaxial, a face pigmentada do disco estava sempre voltada para o lado de tração (para baixo).

Figura 6- Ensaio de resistência à flexão



Fonte: Elaborado pelo autor.

As seguintes equações foram utilizadas de acordo com as diretrizes da ISO 6872, para o cálculo da resistência à flexão biaxial das amostras:

$$S = -0,2387 P \left( X - \frac{Y}{d^2} \right) \quad (1)$$

Onde S é a tensão máxima de tração em Pascal, P é a carga total aplicada para se provocar a fratura, em Newton, e d é a espessura da amostra na origem da fratura, em mm. X e Y foram determinados pelas equações

$$X = (1 + \nu) \log \left( \frac{r_2}{r_3} \right)^2 + \left[ \frac{1-\nu}{2} \right] \left( \frac{r_2}{r_3} \right)^2 \quad (2)$$

$$Y = (1 + \nu) \left[ 1 + \ln + \left( \frac{r_2}{r_3} \right)^2 \right] + (1 - \nu) \left( \frac{r_2}{r_3} \right)^2 \quad (3)$$

Onde  $\nu$  é o coeficiente de Poisson (0,22);  $\ln$  é o raio do suporte circular, em mm,  $r_2$  é o raio da área sob carga em mm;  $r_3$  é o raio da amostra em mm;  $d$  é a espessura da amostra na origem da fratura, em mm (Ramos et al., 2016).

Os valores obtidos foram submetidos à análise estatística descritiva (média e desvio padrão) e inferencial, mediante o teste paramétrico de análise de variância (ANOVA) dois fatores e o teste de Tukey ( $\alpha=0,05$ ).

#### 4.5.2 Aderência microbiológica

Foi utilizada a cepa de referência *Streptococcus mutans* UA159 para a avaliação da aderência microbiológica aos discos de cerâmica. A cepa encontra-se armazenada em freezer  $-80^\circ\text{C}$ , pertencente ao laboratório de Microbiologia e Imunologia deste Instituto.

Para ativação microbiana, *S. mutans* foi cultivado em caldo BHI, acrescido de 5% de sacarose, em estufa bacteriológica, sob condições de 5% de teor de  $\text{CO}_2$ , a

37°C por 24 h. Posteriormente, as células microbianas foram centrifugadas a 2000xg (aproximadamente 4000 rpm) por 10 min (Centrífuga MPW, Warszawa, Polônia), o sobrenadante foi desprezado e o sedimento suspenso em 6 mL de solução fisiológica (NaCl 0,85%). Esse procedimento foi repetido novamente. A contagem do número de células da suspensão foi realizada em espectrofotômetro (B582, Micronal, São Paulo, Brasil) obtendo-se concentração de  $10^6$  micro-organismos/mL com valor de comprimento de onda 398 nm e densidade óptica 0,620.

As amostras cerâmicas foram colocadas em tubos de centrifuga, recobertas com água destilada e autoclavadas previamente a formação do biofilme. Os biofilmes foram formados em placa de 24 poços sobre a superfície dos discos de cerâmica, segundo metodologia de Vilela et al. (2012) com modificações, e analisados pelo método de contagem de células viáveis (UFC/mL).

Foi inoculado 250  $\mu$ L da suspensão padronizada de *S. mutans* ( $10^6$  células/mL) e acrescido 1,75 mL de caldo BHI suplementado de 5% de sacarose, em todas as amostras. As placas foram incubadas a 37°C em estufa sob condições de 5% de teor de CO<sub>2</sub> por 4 horas para promover a adesão do micro-organismo.

Transcorrido o tempo da aderência bacteriana, o sobrenadante foi aspirado e cada amostra foi delicadamente lavada através de imersão por 10 s, em 2 mL de solução fisiológica estéril (NaCl 0.85%) para remoção das células não aderidas. Cada disco foi transferido para novo poço contendo 1 mL de solução fisiológica (NaCl 0,85%). O agregado microbiano aderido às amostras foi removido utilizando homogeneizador ultrassônico (Sonopuls HD 2200, Bandelin Eletronic) com potência de 50 W por 30 s.

A partir da solução obtida foram realizadas diluições decimais seriadas e semeadas em placas de Petri contendo meio de cultura BHI para crescimento das colônias e posterior contagem.

Figura 7- Contagem das unidades formadoras de colônias(UFC)



Fonte: Elaborado pelo autor.

#### 4.6 Análises complementares

Foram feitas análises complementares para caracterização da superfície das amostras, para aferição do volume perdido nos grupos que sofreram desgaste e para obtenção de imagens ilustrativas da superfície cerâmica e da aderência microbiológica de cada grupo.

##### 4.6.1 Rugosidade superficial:

Três amostras de cada grupo (C, D, B, BD), antes dos testes de flexão e aderência microbiológica, sofreram aferições das suas superfícies. Foi utilizado um perfilômetro óptico digital (Wyko, Modelo NT 1100, Veeco, Tucson, EUA) conectado a um computador com software de imagem (Vision 32, Veeco, EUA) para realização de micrografia de superfície (análise qualitativa da geometria tridimensional-3D). A rugosidade Ra foi aferida em seis regiões distintas de uma mesma amostra a uma

distância de 0,6 mm com a velocidade de 0,05 mm/s. Essas medidas foram realizadas a 4 mm do centro das amostras equidistantes nos sentidos, norte, sul, leste e oeste, sendo que nas amostras dos grupos que sofreram desgaste, essa aferição foi feita dentro do desgaste, nos mesmos sentidos das demais amostras. Dessa maneira, houveram 18 aferições para cada grupo. Os valores obtidos foram submetidos à análise estatística descritiva (média e desvio padrão) e inferencial, mediante o teste paramétrico de análise de variância (ANOVA) dois fatores e o teste de Tukey ( $\alpha=0,05$ ).

#### **4.6.2 Perfilometria volumétrica**

Este teste foi proposto com o objetivo de verificar o volume de material removido nos ensaios de desgaste, portanto, o teste foi realizado apenas nos grupos que sofreram desgaste ( $n=10$ ). A análise de superfície dos discos cerâmicos foi realizada após o teste de desgaste, em um perfilômetro óptico digital (CyberSCAN CT 100, Cyber TECHNOLOGIES GmbH, Eching-Dietersheim, Alemanha). O perfilômetro foi conectado ao computador por meio do software Cyber TECHNOLOGIES SCAN 8.6.5546, com o parâmetro de 3000 mm por 2000 ms. O software gerou uma imagem 3D do perfil da superfície e foi mensurado o volume do desgaste de cada espécime. Os valores obtidos foram submetidos à análise inferencial, mediante o teste não paramétrico de Kruskal-Wallis, uma vez que a distribuição dos valores não seguiu uma curva normal.

### **4.6.3 Microscopia eletrônica de varredura:**

#### **4.6.3.1 Microscopia eletrônica de varredura da caracterização da superfície**

Para as micrografias da caracterização da superfície cerâmica, uma amostra representativa de cada grupo foi limpa com álcool 70% (Álcool Santa Cruz Ltda. - Guarulhos- São Paulo), secas sobre papel absorvente em temperatura ambiente e condicionadas com ácido fluorídrico 5%, por 60 s, lavadas em abundância em água corrente, secas novamente com papel absorvente em temperatura ambiente e em seguida, posicionadas em uma plataforma de alumínio (stub) com o auxílio de uma fita condutora dupla face de carbono. Em seguida, foram metalizadas (EMITECH SC7620), recebendo uma fina camada (12 nm) de liga de ouro. Por fim, foram posicionadas em Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV) INSPECT S50 (FEI, República Tcheca) em alto-vácuo e com auxílio de detector de elétrons secundários ETD. Foram avaliadas por microscopia eletrônica de varredura com ampliação de 2000X.

#### **4.6.3.2 Microscopia eletrônica de varredura da aderência microbiológica**

Para as micrografias da aderência bacteriana, uma amostra representativa de cada grupo que passou pela aderência bacteriana, foi fixada em glutaraldeído 2% por 2 horas, secas em estufa há 37°C por 24 h. Em seguida, posicionadas em uma plataforma de alumínio (stub) com o auxílio de uma fita condutora dupla face de carbono. Em seguida, foram metalizadas (EMITECH SC7620), recebendo uma fina camada (12 nm) de liga de ouro. Por fim, foram posicionadas em Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV) INSPECT S50 (FEI, República Tcheca) em alto-vácuo e com auxílio de detector de elétrons secundários ETD. Foram avaliadas por microscopia eletrônica de varredura com ampliação de 4000X.

## **4.7 Forma de Análise dos Resultados**

Os resultados foram divididos em análise quantitativa (rugosidade, perfilometria volumétrica, análise estatística da resistência à flexão, módulo de weibull e análise estatística da aderência microbiológica) e análise qualitativa (MEV caracterização da superfície e MEV da aderência microbiológica).

### **4.7.1 Análise quantitativa**

#### **4.7.1.1 Rugosidade**

Os valores obtidos com a rugosidade Ra do item 4.6.1, foram submetidos à análise estatística descritiva (média e desvio padrão) e inferencial, mediante o teste paramétrico de análise de variância (ANOVA) dois fatores e o teste de Tukey ( $\alpha=0,05$ ).

#### **4.7.1.2 Perfilometria volumétrica**

Os valores obtidos com a perfilometria volumétrica do item 4.6.2, foram submetidos à análise estatística inferencial, mediante o teste não paramétrico de Kruskal-Wallis, uma vez que a distribuição dos valores não seguiu uma curva normal.

#### **4.7.1.3 Análise estatística da resistência à flexão biaxial**

Os valores numéricos obtidos para a fratura dos corpos de prova foram submetidos à análise estatística descritiva (média e desvio padrão) e inferencial, mediante o teste paramétrico de análise de variância (ANOVA) dois fatores e o teste de Tukey ( $\alpha=0,05$ ).

As variáveis experimentais, ou fatores em estudo, foram: a presença de pigmentação extrínseca (presença de pigmentação e ausência de pigmentação) e a condição experimental sofrida pela superfície (controle, desgaste, biodegradação e biodegradação + desgaste).

A variável resposta foi o valor de carregamento transversal pelo deslocamento, obtida na máquina de ensaio universal, que foi posteriormente calculada a tensão de flexão.

A unidade experimental é o disco cerâmico com seus respectivos processamentos.

As condições experimentais foram designadas aleatoriamente às unidades experimentais. Ou seja, oito condições experimentais sob quinze repetições.

Obteve-se 120 dados que foram submetidos à análise estatística por meio do programa computacional: MINITAB (Minitab, version 17.0, 2015).

A estatística descritiva consistiu no cálculo de medidas de tendência central (média e mediana) e de dispersão (desvio padrão, coeficiente de variação e faixa interquartil) e tiveram representação (gráfico de colunas e esquema e box-plot). A estatística inferencial consistiu na ANOVA dois fatores.

O nível de significância escolhido foi o valor convencional de 5%.

#### **4.7.1.4 Módulo de weibull**

Depois que os dados adquiridos pelo ensaio de flexão biaxial foram processados, prosseguiu-se para análise de Weibull, utilizando-se a distribuição biparamétrica descrita por Quinn e Quinn em 2010 (Eq. 1, Eq. 2 e Eq. 3):

$$Pf = 1 - \exp [ - ( \sigma \sigma m ) m ] \quad (4)$$

$$\ln(1 - Pf) = - ( \sigma \sigma m ) m \quad (5)$$

$$\ln [ \ln ( 1 - Pf ) ] = \ln \sigma - m \ln \sigma \theta \quad (6)$$

Nessa distribuição, a resistência característica  $\sigma\theta$  é o parâmetro de localização, no qual uma grande  $\sigma\theta$  desloca os dados para a direita, enquanto uma pequena  $\sigma\theta$  desloca a distribuição para a esquerda. Este parâmetro corresponde à resistência onde a probabilidade de falha (Pf) corresponde a 63,2%. O módulo de Weibull, corresponde à forma do gráfico da distribuição. Quanto mais contida a distribuição, menor a dispersão dos dados e maior o módulo, com isso, considera-se o material mais confiável.

#### 4.7.1.5 Análise estatística da aderência microbiológica

Das cinco amostras que passaram pelo teste de aderência microbiológica, quatro amostras passaram pela contagem de UFC e uma amostra foi fixada para análise em MEV.

Para a contagem de UFC, as placas de ágar foram incubadas a 37°C em estufa sob condições de 5 % de teor de CO<sub>2</sub> por 48h. Após este período, as colônias foram contadas para o cálculo de UFC/mL, por amostra foram contadas e transformadas em logaritmo para a análise estatística.

Os valores numéricos obtidos para aderência de microorganismos nos corpos de prova foram submetidos à análise estatística descritiva (média e desvio padrão) e inferencial, mediante o teste paramétrico de análise de variância (ANOVA) dois fatores e o teste de Tukey ( $\alpha=0,05$ ).

As variáveis experimentais, ou fatores em estudo, foram: a presença de pigmentação extrínseca (presença de maquiagem e ausência de maquiagem) e a

condição experimental sofrida pela superfície (controle, desgaste, biodegradação e biodegradação + desgaste).

A variável resposta foi o valor da contagem das unidades formadoras de colônia, transformadas em logaritmo de base 10.

A unidade experimental é o disco cerâmico com seus respectivos processamentos.

As condições experimentais foram designadas aleatoriamente às unidades experimentais. Ou seja, oito condições experimentais sob quatro repetições.

Obteve-se 32 dados que foram submetidos à análise estatística por meio do programa computacional: MINITAB (Minitab, version 17.0, 2015).

A estatística descritiva consistiu no cálculo de medidas de tendência central (média e mediana) e de dispersão (desvio padrão, coeficiente de variação e faixa interquartil) e tiveram representação (gráfico de colunas e esquema e box-plot). A estatística inferencial consistiu na ANOVA dois fatores.

O nível de significância escolhido foi o valor convencional de 5%.

## **4.7.2 Análise qualitativa**

### **4.7.2.1 Microscopia eletrônica de varredura da caracterização da superfície**

Uma amostra de cada grupo foi selecionada para a caracterização da morfologia de superfície como descrito no item 4.6.3.

### **4.7.2.2 Microscopia eletrônica de varredura da aderência microbiológica**

Uma amostra de cada grupo foi selecionada para a ilustração da aderência microbiológica na superfície como descrito no item 4.6.3.

## 5 RESULTADOS

### 5.1 Análise quantitativa

#### 5.1.1 Rugosidade superficial

A média de Ra e os valores de desvio padrão estão apresentados na Tabela 1. O teste ANOVA dois fatores revelou um efeito de interação significativa, entre a rugosidade e o tipo de condição experimental (p-valor= 0,000), entre a rugosidade e a pigmentação extrínseca (p-valor=0,000), e também quando avalia-se os dois fatores juntos, observamos interação entre eles, o que indica que houve alteração da rugosidade em razão da condição experimental e da pigmentação extrínseca conjuntamente (p-valor=0,000).

Tabela 1 - Resultado da estatística realizada com os valores de rugosidade Ra.

Grupo	Média ± desvio padrão
BD com Pig	2,98± 0,06 A
D com Pig	2,15± 0,76 B
BD sem Pig	2,08± 0,27 B
B com Pig	1,88± 0,25 BC
D sem Pig	1,62± 0,25 C
B sem Pig	0,31± 0,08 D
C com Pig	0,13± 0,04 D
C sem Pig	0,05± 0,02 D

Legenda: As medias e desvios padrão estão representadas  $\mu\text{m}$ .  
 Fonte: Elaborada pelo autor.

### 5.1.2 Perfilometria volumétrica

A perfilometria volumétrica foi feita apenas nos grupos que sofreram desgaste, para calcularmos o volume desgastado do material e uma amostra representativa para comparação dos grupos controle com pigmentação e sem pigmentação. Os resultados do mesmo não seguiram uma curva normal, por isso foi feito o teste não paramétrico de Kruskal-Wallis, mostrando que o tipo de condição experimental e a pigmentação extrínseca interferem significativamente no desgaste do material ( $p=0,04$ ) (Tabela 2). Com esse método, obtivemos também imagens da superfície da amostra, representando a profundidade do desgaste (Figura 8).

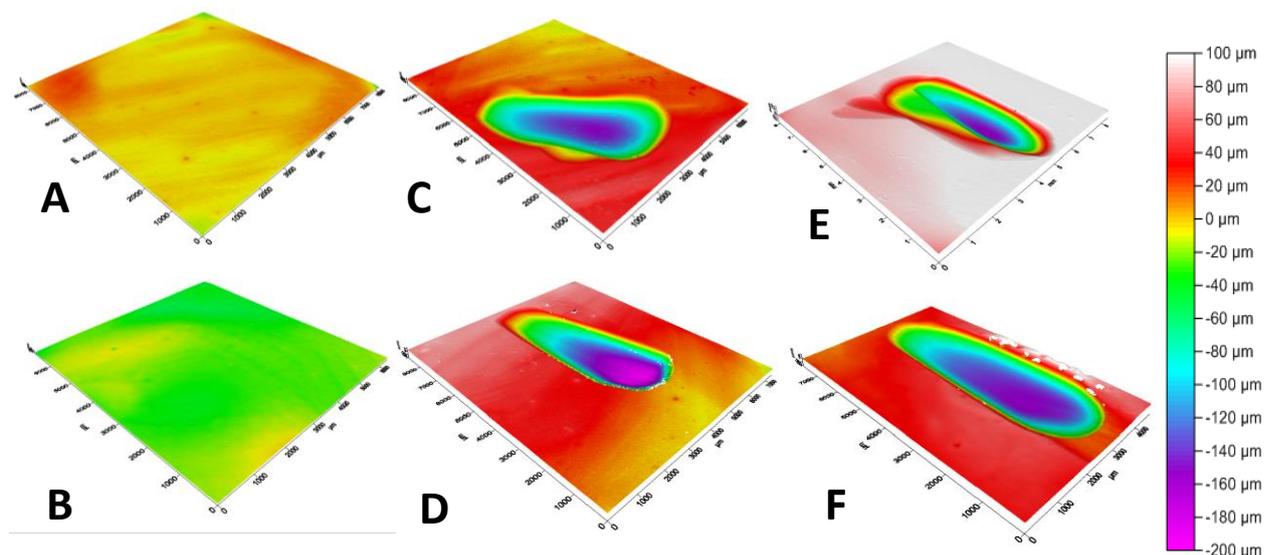
Tabela 2 - Resultado da estatística realizada com os valores da perfilometria volumétrica.

Grupo	Média ± desvio padrão
D com Pig	188± 0,9 A
BD com Pig	145± 0,7 A
D sem Pig	92± 0,8 B
BD sem Pig	81± 0,2 B
C com Pig	22± 0,02 C
C sem Pig	12± 0,03 C

Legenda: As médias e desvios padrão estão representadas  $\mu\text{m}^3$ .

Fonte: Elaborada pelo autor.

Figura 8 – Gráfico representativo da superfície das amostras



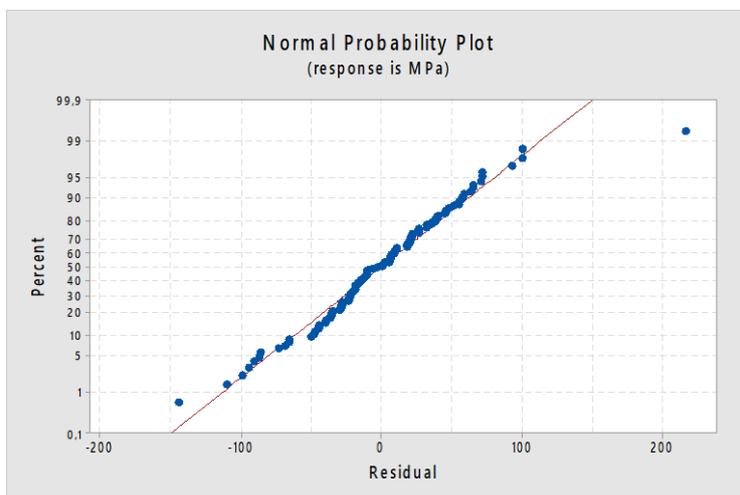
Legenda: A) Controle sem pigmentação; B) Controle com pigmentação; C) Desgaste pigmentação; D) Desgaste com pigmentação; E) Bio+Desgaste sem pigmentação; F) Bio+Desgaste com pigmentação.

Fonte: Elaborada pelo autor.

### 5.1.3 Análise estatística da resistência à flexão biaxial

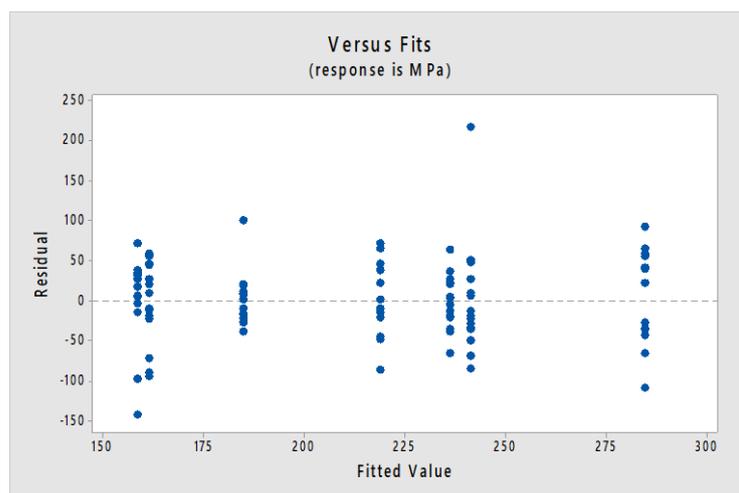
Os valores residuais, decorrentes do ajuste desse modelo adotado, foram examinados para avaliar a adequabilidade do modelo para inferências estatísticas válidas. Os dados se ajustam a uma distribuição normal de probabilidade (Figura 9). Também foi verificada a uniformidade dos resíduos (homocedasticidade) por meio do gráfico dos valores residuais em relação aos valores ajustados (Figura 10).

Figura 9 - Curva normal dos valores resíduos do modelo ANOVA dos valores de resistência à flexão para verificar a distribuição dos resíduos (normalidade)



Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 10 - Diagrama de dispersão dos valores resíduos do modelo ANOVA em relação aos valores ajustados pelo modelo para verificar a uniformidade dos resíduos (homocedasticidade)



Fonte: Elaborado pelo autor.

O teste ANOVA dois fatores (Tabela 3) revelou um efeito de interação significativa, entre a resistência do material e a pigmentação extrínseca (p-valor=0,000), e não houve interação significativa entre a resistência do material e a condição experimental da superfície (p-valor=0,061), entretanto quando avaliamos os dois fatores juntos, observamos interação entre eles, o que indica que houve alteração da resistência do material em razão da condição experimental da superfície e da pigmentação extrínseca conjuntamente (p-valor=0,020).

Tabela 3– ANOVA dois fatores para os dados obtidos no ensaio de resistência à flexão

Efeito	GI	SQ	QM	F	P
Grupo	3	18914	63,05	2,53	0,061
Pigmentação	1	158925	158925	63,74	0,000
Grupo*Pigmentação	3	25623	8541	3,43	0,020
Resíduo	112	279256	2493		
Total	119	482719			

Fonte: Elaborado pelo autor.

Os resultados foram analisados pelo teste de Tukey, onde foi possível localizar as diferenças entre os grupos (Tabela 4).

Observou-se que o grupo C sem pigmentação apresentou maiores valores de resistência à flexão. Os grupos BD, B, D sem pigmentação obtiveram valores semelhantes estatisticamente, diferentes dos grupos B e BD com pigmentação que foram semelhantes entre si e os grupos que mais sofreram alteração com os fatores foram C e D com pigmentação. Dessa forma, é possível conhecer o quanto a pigmentação extrínseca altera a resistência do material, mais do que a condição experimental sofrida e, assim, estabelecer parâmetros e técnicas apropriadas.

Tabela 4- Resultados do Teste de Tukey dos valores de resistência à flexão.

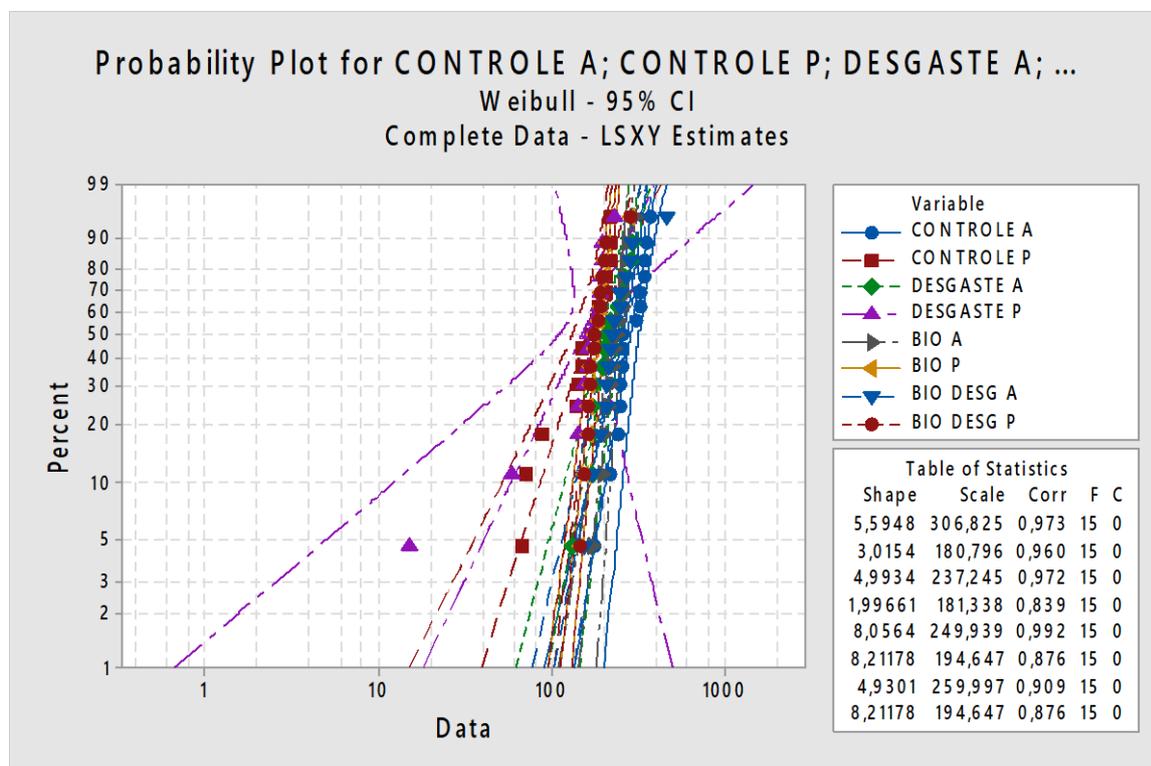
Grupo	Média ± desvio padrão
C sem Pig	284,40 ± 57,50 A
BD sem Pig	241,10 ± 71,50 AB
B sem Pig	236,06 ± 33,07 ABC
D sem Pig	218,60 ± 50,20 BC
B com Pig	184,68 ± 33,01 CD
BD com Pig	184,68 ± 33,01 CD
C com Pig	161,30 ± 52,40 D
D com Pig	158,40 ± 154,70 D

Legenda: Fonte: Letras iguais representam grupos homogêneos.  
Elaborado pelo autor.

#### 5.1.4 Análise de Weibull

O gráfico a seguir (Figura 11) representa a estatística de Weibull com a distribuição dos valores em uma reta, quanto mais inclinada a reta, menor o módulo e menor a homogeneidade estrutural.

Figura 11 - Gráfico da análise de Weibull sobre os valores das médias da resistência à flexão



Legenda: A: ausência de pigmentação; P: presença de pigmentação.

Fonte: Elaborado pelo autor.

### 5.1.5 Análise estatística da aderência microbiológica.

Após as primeiras 4 h foi possível observar uma diferença significativa no que se refere à adesão de *S. mutans* entre os fatores analisados. O teste ANOVA dois fatores (Tabela 5) revelou uma influência entre o tipo de condição experimental e a aderência microbiológica ( $p$ -valor= 0,000), e não houve influência significativa entre a aderência microbiológica e a pigmentação extrínseca ( $p$ -valor=0,840), entretanto quando avalia-se os dois fatores juntos, observa-se interação entre eles, o que indica que houve alteração da aderência microbiológica em razão da condição experimental da superfície e da pigmentação extrínseca conjuntamente ( $p$ -valor=0,000).

Tabela 5 – ANOVA dois fatores para os dados obtidos no teste de aderência microbiológica

Efeito	GI	SQ	QM	F	P
Grupo	3	110968	0,036989	10,54	0,000
Pigmentação	1	000146	0,000146	0,04	0,840
Grupo*Pigmentação	3	212271	0,070757	20,17	0,000
Resíduo	24	084213	0,003509		
Total	31	407598			

Fonte: Elaborado pelo autor.

Os resultados foram analisados pelo teste de Tukey, onde foi possível localizar as diferenças entre os grupos (Tabela 6).

Observou-se que o grupo BD sem pigmentação apresentou maiores valores de adesão microbiológica e o grupo C sem pigmentação foi o que apresentou menor valor. Os demais grupos obtiveram valores semelhantes estatisticamente. Dessa forma, é possível conhecer o quanto o tipo de condição experimental sofrida pelo material altera na aderência de microorganismos, mais do que a presença de pigmentação extrínseca, e assim, estabelecer parâmetros e técnicas apropriados.

Tabela 6 - Resultados do Teste de Tukey dos valores obtidos na aderência microbiológica.

Grupo	Média ± desvio padrão
BD sem Pig	8,00± 0,04 A
B sem Pig	7,97± 0,06 AB
C com Pig	7,95± 0,04 AB
B com Pig	7,89± 0,03 ABC
BD com Pig	7,87± 0,02 ABC
D sem Pig	7,85± 0,04 BC
D com Pig	7,80± 0,07 C
C sem Pig	7,66± 0,09 D

Legenda: Letras iguais representam grupos homogêneos.

Fonte: Elaborado pelo autor.

## **5.2 Análise qualitativa**

Para avaliar a superfície dos discos cerâmicos após os diferentes processamentos utilizados, foi realizada a análise da superfície em Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV) (Fei Company- Modelo Inspect S50, Oregon, EUA), com velocidade de aceleração de 20 kV e vários aumentos.

### **5.2.1 Microscopia eletrônica de varredura da caracterização da superfície**

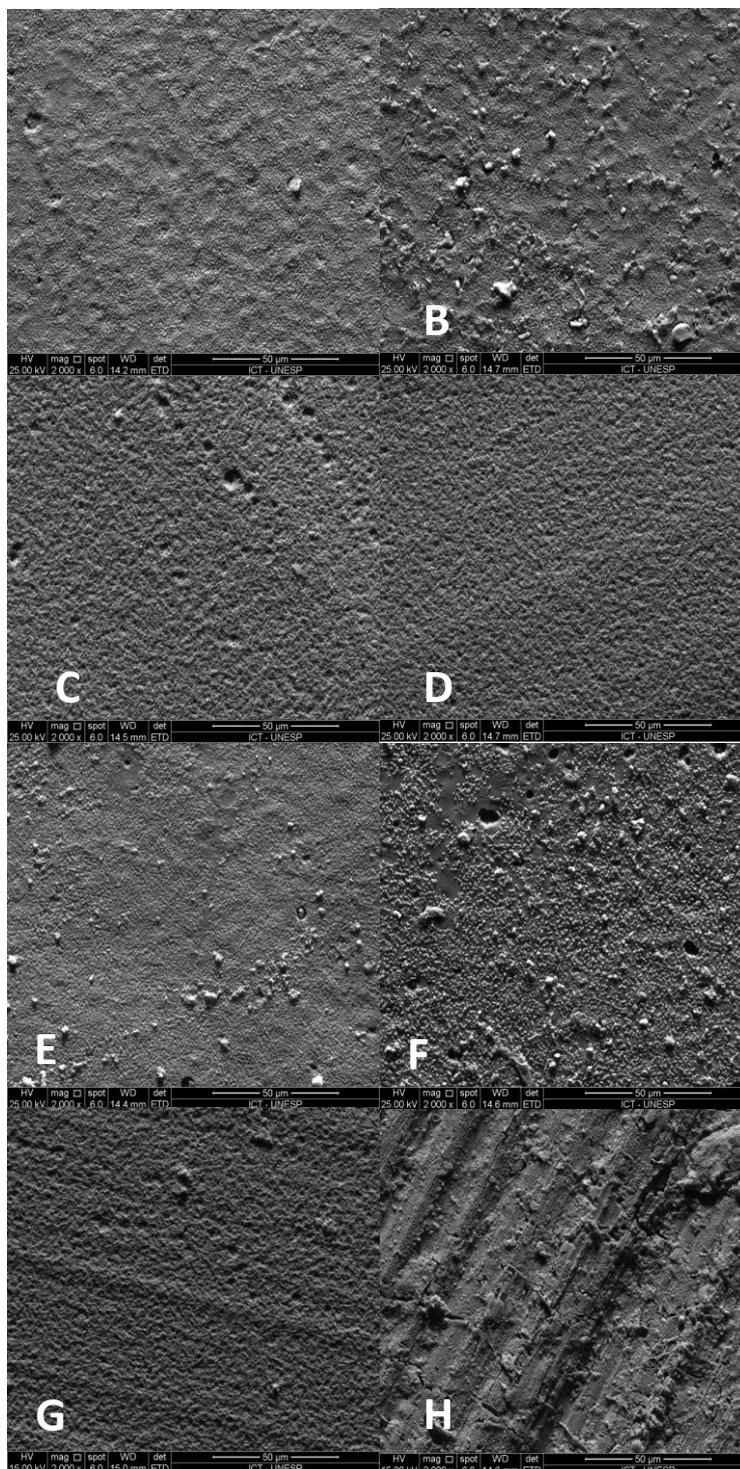
As imagens da superfície do grupo controle com pigmentação indicam que essas são em grande parte homogêneas, mas possuem alguns defeitos que surgem durante a aplicação da mesma pela técnica incremental do pincel em comparação com o grupo controle sem pigmentação.

Os grupos que sofreram desgaste como condição experimental, mostraram que toda a pigmentação ou o glaze (do grupo sem pigmentação) foram removidos da superfície da amostra, mostrando apenas a superfície do dissilicato.

Os grupos que sofreram biodegradação, mostram ilhas de degradação e o aumento da porosidade na camada de pigmentação, o que não ocorreu no glaze do grupo sem pigmentação.

Por fim, os grupos que sofreram biodegradação e desgaste mostraram comportamentos diferentes. No grupo sem pigmentação o desgaste removeu todo o glaze, expondo a superfície do dissilicato. Entretanto, o grupo com pigmentação apresentou uma superfície irregular, mostrando ranhuras no dissilicato com vestígios de pigmentação.

Figura 12 – Micrografias da superfície das amostras de todos os grupos após condicionamento ácido (2000X).



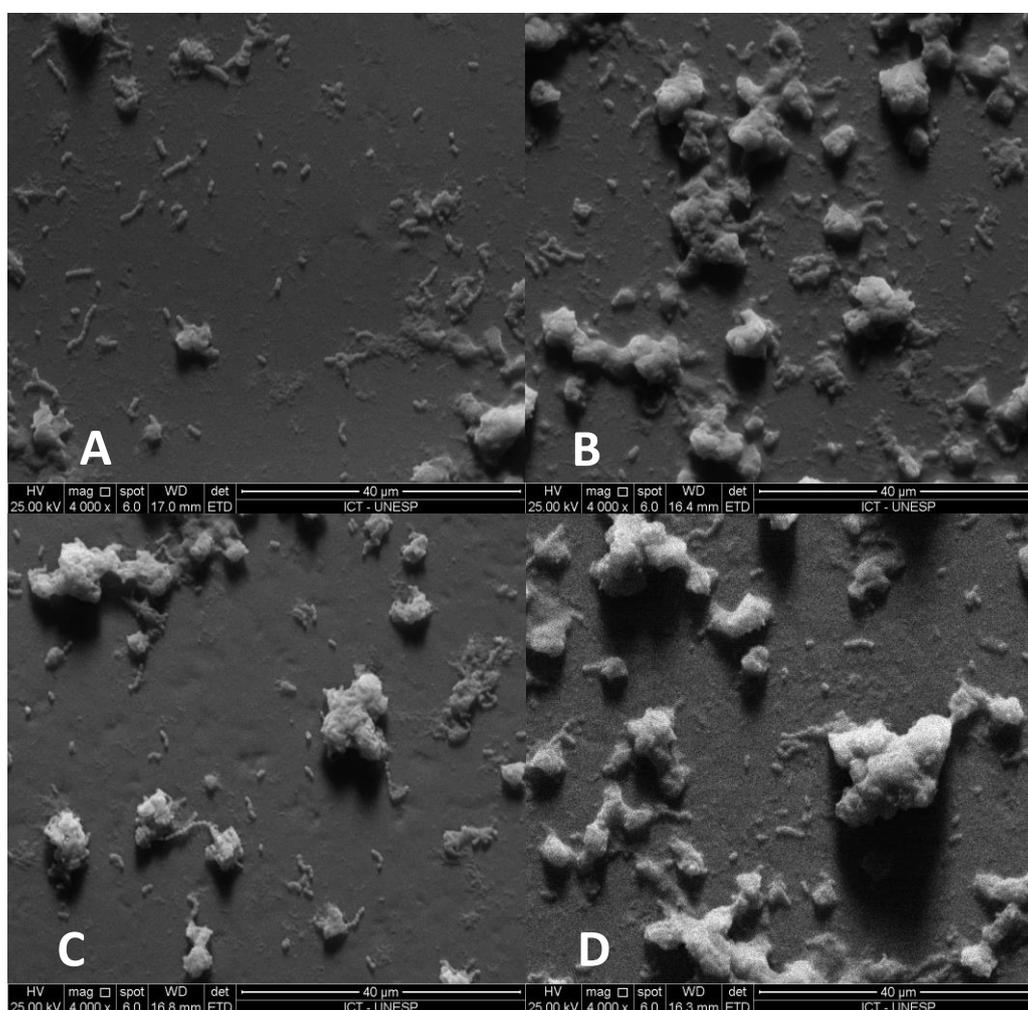
Legenda: A) Controle sem pigmentação; B) Controle com pigmentação; C) Desgaste sem pigmentação; D) Desgaste com pigmentação; E) Biodegradação sem pigmentação; F) Biodegradação com pigmentação; G) Bio+Desgaste sem pigmentação; H) Bio+Desgaste com pigmentação.

Fonte: Elaborada pelo autor.

### 5.2.2 Microscopia eletrônica de varredura da aderência microbiológica

Os grupos controle e biodegradação com pigmentação mostram uma adesão bacteriana maior do que nos mesmos grupos sem pigmentação (Figura 13).

Figura 13 – Micrografias da superfície das amostras dos grupos controle e biodegradação após a adesão microbiológica (4000X)

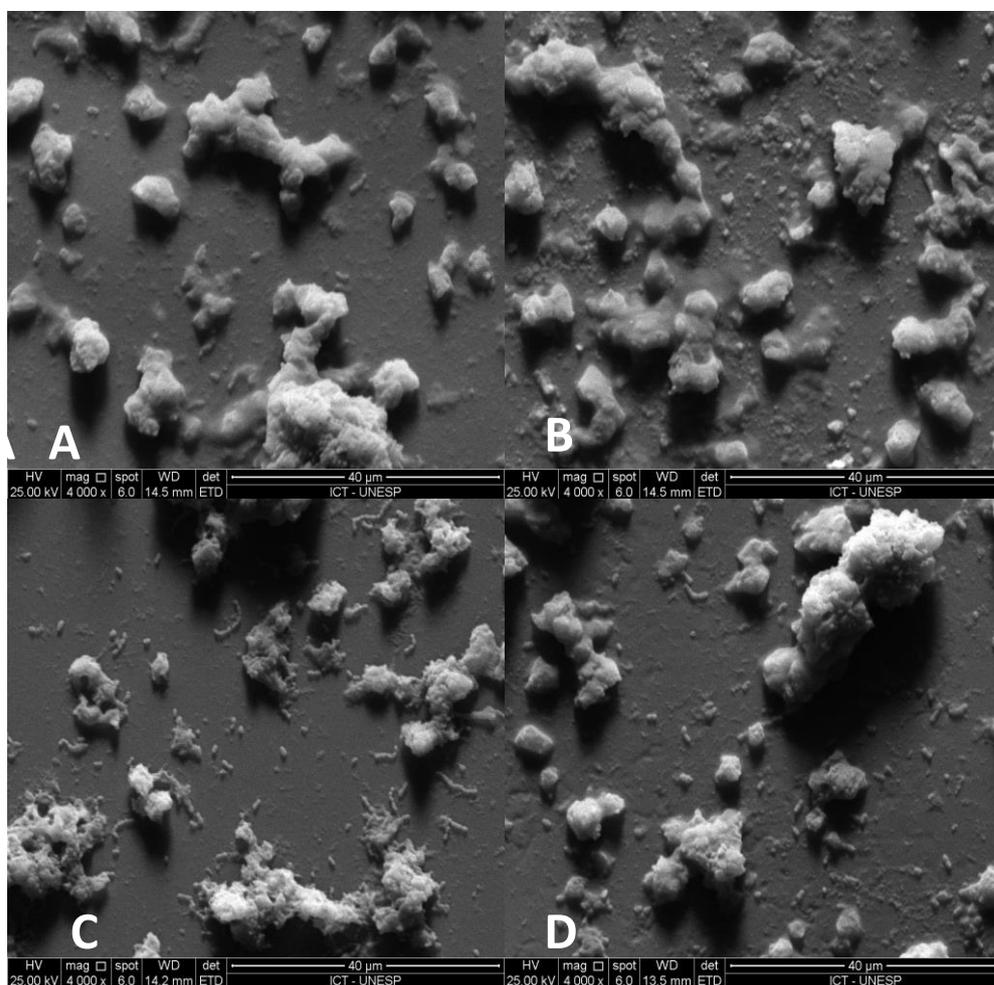


Legenda: A) Controle sem pigmentação; B) Controle com pigmentação; C) Biodegradação sem pigmentação; D) Biodegradação com pigmentação.

Fonte: Elaborada pelo autor.

Nos grupos que sofreram desgaste, e biodegradação+desgaste, não observamos grande diferença quando comparado ao mesmos grupos com e sem pigmentação, porém, quando comparado ao grupo controle sem pigmentação observamos uma maior quantidade de microorganismos e matriz extracelular (Figura 14).

Figura 14 – Micrografias da superfície das amostras dos grupos Desgaste e Biodegradação+Desgaste após a adesão microbiológica (4000X)



Legenda: A) Desgaste sem pigmentação; B) Desgaste com pigmentação; C) Biodegradação+Desgaste sem pigmentação; D) Biodegradação+Desgaste com pigmentação.  
Fonte: Elaborada pelo autor.

## 6 DISCUSSÃO

Com as técnicas de fresagem em CAD-CAM e a injeção de pastilhas para a confecção de restaurações cerâmicas, a pigmentação extrínseca tem sido cada vez mais utilizada na Odontologia pelas suas propriedades óticas, para mimetizar as cerâmicas aos dentes naturais (Lin et al., 2012; Lien et al., 2015; Alao et al., 2017). A diversidade de aplicação dessa técnica e sua ampla utilização fazem com que esse material necessite de estudos para comprovar seu sucesso clínico (Aurélio et al., 2018). Por isso, neste estudo avaliou-se se havia alteração no comportamento mecânico e na aderência microbiológica da cerâmica à base de dissilicato de lítio com a pigmentação extrínseca aplicada, após serem submetidas a diferentes condições experimentais.

A utilização da pigmentação extrínseca em restaurações cerâmicas de dissilicato de lítio é comum no dia a dia clínico. Porém, existe a necessidade de estudos que possam avaliar quais seriam as consequências da aplicação da mesma após diversos tipos de envelhecimento sobre as suas propriedades como a rugosidade, resistência mecânica e aderência microbiológica nestes tipos de restaurações.

Não existem estudos que avaliem a rugosidade superficial após a aplicação da pigmentação em cerâmicas submetidas ao teste de desgaste. Porém, ciclos mais curtos de desgaste, de até 120.000, não foram capazes de aumentar a rugosidade superficial da cerâmica de dissilicato de lítio glazeada (Daryakenary, 2018). O pior cenário observado nesse estudo para a rugosidade superficial foi a associação entre a biodegradação mais desgaste e aplicação de pigmentação. Supõe-se que a camada de pigmentação tenha a formação de poros subsuperficiais, que são expostos na superfície após estes envelhecimentos, resultando em aumento da rugosidade (De Jagger, 2000). Estes poros podem ter enfraquecido a camada superficial do pigmento, resultando em maior formação de riscos, como pode ser observado na imagem em MEV do grupo biodegradação associada ao desgaste em espécimes que receberam a aplicação de pigmentação. É importante ressaltar, que no ambiente intrabucal, o desgaste e a biodegradação são apenas alguns dos fatores de envelhecimento que estão em contato constante com as restaurações.

Além disto, clinicamente, a rugosidade superficial não é capaz de ser percebida pelo paciente se for menor que 0,5  $\mu\text{m}$ , o que foi observado apenas nos grupos biodegradação sem pigmentação, controle sem pigmentação e controle com pigmentação. Ou seja, a longo prazo, a utilização de pigmentação extrínseca pode levar a um incômodo perceptível para o paciente, após a superfície da restauração cerâmica ser submetida a diferentes desafios no meio bucal (Jones, 2004).

Estudos mostram que esse tipo de pigmentação extrínseca da cerâmica permanece até 11,4 anos (Batalva et al., 1987) e com o tempo, a rugosidade da superfície aumenta, seja pela degradação química, biológica, ou forças mastigatórias. O dente antagonista está sempre em contato com a restauração cerâmica, provocando ranhuras e desgaste na peça (Acar et al., 2016; Figueiredo-Pina et al., 2016). Estudos laboratoriais devem se aproximar das condições clínicas reais, portanto a biodegradação foi feita primeiro, antes do desgaste em meio úmido nesta pesquisa para que os resultados apresentassem a maior veracidade possível.

Sendo assim, no meio intrabucal, a condição experimental biodegradação mais desgaste está constantemente acontecendo. Por isso, a interação entre a pigmentação extrínseca e condição experimental influenciou no aumento do volume perdido na superfície da amostra pelo desgaste, constatado pelo teste de perfilometria volumétrica. Portanto, é importante a avaliação da dureza do material, para proteger o dente antagonista ou até mesmo o próprio material do desgaste (Batalva et al., 1987; Figueiredo-Pina et al., 2016).

O potencial de desgaste está relacionado com a camada superficial de pigmentação extrínseca, pois constatou-se que esta proporciona uma superfície mais irregular, porosa e rugosa, nas microscopias, justificando que os grupos com a pigmentação perderam mais volume, resultado que vai de acordo com Sun et al. (2016) e Hmaidouch et al. (2014). Os grupos Biodegradação mais Desgaste com pigmentação e Desgaste com pigmentação, foram os que obtiveram a maior média de rugosidade e de desgaste, pois uma superfície rugosa pode promover um maior desgaste, resultando em uma maior abrasão. Assim, quanto maior a rugosidade, maior o desgaste, corroborando com os resultados de Hara et al. (2014) e Bai et al. (2016).

A rugosidade superficial geralmente está relacionada também com a

aderência bacteriana sobre a superfície do material, pois as características da superfície cerâmica influenciam na formação de biofilme bacteriano. A rugosidade e a energia das superfícies são os principais responsáveis pela adesão inicial e retenção de microorganismos (Fucio et al., 2008; Bourbia et al., 2013). Estes irão resultar na aceleração da colonização e da maturação da placa (Quyrinen, 1995). A aderência bacteriana e a formação de biofilme só são capazes de ocorrer quando a rugosidade superficial é maior que 0,2  $\mu\text{m}$  (Bollen, 1997), o que foi observado somente nos grupos controle sem e com pigmentação e grupo biodegradação sem pigmentação, reforçando que a longo prazo, as cerâmicas que são expostas ao meio bucal, podem apresentar a aderência e formação de biofilme, aumentando o risco de cáries marginais e inflamações periodontais (Bollen, 1997; Rashid, 2014) e resultando em menor taxa de sucesso das próteses dentárias. Porém neste estudo, a rugosidade superficial não pareceu ter influência direta na formação de biofilme. O que influenciou foi a condição experimental na qual a cerâmica foi submetida e a interação da condição experimental com a pigmentação extrínseca. Isto pode mostrar que alterações na superfície aumentam a aderência bacteriana, assim como outros fatores no meio intrabucal que são capazes de influenciar a mesma. E a pigmentação extrínseca juntamente com o envelhecimento pode alterar a energia livre de superfície, hidrofobicidade, composição química do material e liberação de íons (Hao, 2018).

A proposta da condição experimental utilizando a biodegradação com microcosmos para cerâmicas é inédita na literatura. Este tipo de teste simulou o desafio provocado pela formação de placa bacteriana na superfície, simulando o que ocorre *in vivo*, baseado no estudo de Filoche (2007). Alguns estudos verificaram que o envelhecimento com biofilme é capaz de aumentar a rugosidade superficial e a desmineralização de dentina (Orrego, 2016; Montagner, 2016). Isto ocorre devido à queda de pH na superfície (Huang, 2011), é conhecido que o pH ácido também é capaz de reduzir a resistência a flexão de cerâmicas (Cotes et al., 2013). A queda na resistência pode ser justificada por isto, quando comparamos os grupos biodegradação mais desgaste sem pigmentação e biodegradação sem pigmentação com o grupo controle sem pigmentação. Supõe-se que esta queda de pH devido a biodegradação seja um importante envelhecimento de materiais cerâmicos, pois simula o que ocorre a longo prazo com os materiais cerâmicos (Macedo, 2012).

Já a aplicação da pigmentação extrínseca reduziu significativamente a resistência da cerâmica de dissilicato de lítio, todos os subgrupos pigmentados tiveram menores valores de resistência comparados com os seus respectivos subgrupos sem pigmentação corroborando com o estudo de Lin et al. (2012). Esse fato pode ser justificado pelo tipo e composição do material da pigmentação extrínseca que possui resistência inferior da cerâmica (Belli et al., 2014; Lin et al., 2012; Zhang et al., 2016). A pigmentação extrínseca é um material mais amorfo, mais frágil e mais poroso comparado as cerâmicas (Zhang et al., 2016). Além disto, as microscopias eletrônica de varredura indicam que o material de caracterização parece apenas se sobrepor a cerâmica, sem nenhuma interligação com a mesma, pois é removido facilmente no desgaste, expondo os cristais de dissilicato de lítio. Devido a estes fatores, a propagação de trincas é facilitada neste material, diminuindo a resistência de todo o conjunto e sendo agravada pela interação pigmentação extrínseca e a condição experimental.

A modificação da superfície pode influenciar na resistência mecânica das cerâmicas, causando o enfraquecimento de sua estrutura, devido a formação de microtrincas superficiais que podem levar a fratura catastrófica no futuro (Belli et al., 2014; Lin et al., 2012; Rashid, 2014; Zhang et al., 2016). A exposição dos poros subsuperficiais da maquiagem pode levar a queda da resistência a flexão, uma vez que se tem a concentração de tensão maior nestas regiões e a propagação destas microtrincas (De Jagger, 2000). Isto pode ser observado na Tabela 4 que apontam os maiores valores de resistência a flexão dos grupos que não receberam pigmento.

Uma possível explicação recai na possibilidade da aplicação dos pigmentos facilitarem a formação de poros subsuperficiais e possibilitarem o início da ocorrência de trincas. Podendo-se verificar, ainda, pela mesma Tabela 4 a interferência das condições experimentais, desgaste e biodegradação, nos grupos sem maquiagem, com maiores valores de resistência a flexão, o que permite especular sobre a interferência da pigmentação extrínseca e a necessidade sobre os cuidados na utilização da mesma.

Porém, após a análise de Weibull, os grupos não apresentaram diferença estatística significativa, o que significa que esse material também é homogêneo do ponto de vista estrutural, que mesmo a resistência à flexão sendo reduzida pela pigmentação extrínseca e agravada pela interação da pigmentação com a condição

experimental, provavelmente os defeitos na superfície foram minimizados pela padronização da técnica da pigmentação, levando o conjunto pigmentação mais cerâmica a não perder a sua confiabilidade. Mostrando a importância de mais estudos sobre o tema.

A pigmentação extrínseca altera as propriedades mecânicas da cerâmica de dissilicato de lítio, reduzindo a resistência à flexão e aumentando a rugosidade superficial e o desgaste. Porém, a aderência microbiológica foi aumentada pela condição experimental. Entretanto, a interação entre os fatores contribuiu para esse aumento e para agravar a alteração nas propriedades mecânicas. Sendo assim, há necessidade de mais estudos sobre o tema, antes do seu uso indiscriminado.

## 7 CONCLUSÃO

Considerando as limitações inerentes à um trabalho de pesquisa foi possível concluir que a pigmentação extrínseca e as condições experimentais do trabalho influenciaram tanto no comportamento mecânico como na aderência bacteriana.

Para os objetivos específicos, concluiu-se que:

- a) A pigmentação extrínseca reduziu a resistência à flexão da cerâmica e a interferência entre a mesma e a condição experimental contribuiu para essa redução.
- b) A confiabilidade da cerâmica não foi alterada, mesmo com a redução da resistência.
- c) O tipo de condição experimental utilizada aumentou a aderência microbiológica e a interferência entre a pigmentação extrínseca e a condição experimental contribuiu para esse aumento.
- d) A pigmentação extrínseca, a condição experimental e a interferência entre ambas aumentou a rugosidade superficial da cerâmica.
- e) A pigmentação extrínseca, a condição experimental e a interferência entre ambas aumentou o desgaste superficial da cerâmica.
- f) Foram observadas alterações visíveis nas micrografias conforme os fatores e as condições experimentais.

## REFERÊNCIAS\*

Acar O, Yilmaz B, Altintas SH, Chandrasekaran I, Johnston WM. Color stainability of CAD/CAM and nanocomposite resin materials. *J Prosthet Dent*. 2016;115(1):71-5.

Alao AR, Stoll R, Song XF, Abbott JR, Zhang Y, Abduo J, et al. Fracture, roughness and phase transformation in CAD/CAM milling and subsequent surface treatments of lithium metasilicate/disilicate glass-ceramics. *J Mech Behav Biomed Mater*. 2017;74:251-60.

Attia A, Kern M. Influence of cyclic loading and luting agents on the fracture load of two all-ceramic crown systems. *J Prosthet Dent*. 2004 Dec;92(6):551-6. doi: 10.1016/S0022391304005852

Aurélio IL, Fraga S, Dorneles LS, Bottino MA, May LG. Extended glaze firing improves flexural strength of a glass ceramic. *Dent Mater*. 2015 Dec;31(12):e316-24.

Bai Y, Zhao J, Si W, Wang X. Two-body wear performance of dental colored zirconia after different surface treatments. *J Prosthet Dent*. 2016 Oct;116(4):584-90. doi: 10.1016/j.prosdent.2016.02.006.

Barcellos ASP, Marinho CC, Miranda JS, Amaral M, Shiino MY, Kimpura ET. Effect of fatigue protocols on flexural strength of lithium disilicate bars with clamped-ends. *J Mech Behav Biomed Mater*. 2018 May;81:173-7.

Bativala F, Weiner S, Berendsen P, Vincent GR, Ianzano J, Harris WT. The microscopic appearance and effect of toothbrushing on extrinsically stained metal-ceramic restorations. *J Prosthet Dent* 1987;57:47-52.

Belli R, Geinzer E, Muschweck A, Petschelt A, Lohbauer U. Mechanical fatigue degradation of ceramics versus resin composites for dental restorations. *Dent Mater*. 2014 Apr;30(4):424-32.

Bollen CM, Lambrechts P, Quirynen M. Comparison of surface roughness of oral hard materials to the threshold surface roughness for bacterial plaque retention: a review of the literature. *Dent Mater*. 1997 Jul;13(4):258-69.

Bottino MA. *Estética em reabilitação oral metal free*. 2. ed. São Paulo: Artes Médicas; 2001.

Bottino MA. *Percepção: estética em próteses livres de metal em dentes naturais e implantes*. São Paulo: Artes Médicas; 2009.

Bourbia M, Ma D, Cvitkovitch DG, Santerre JP, Finer Y. Cariogenic bacteriad egrade dental resin composites and adhesives. *J Dent Res*. 2013 Nov;92(11):989-94. doi: 10.1177/0022034513504436

\* Baseado em: International Committee of Medical Journal Editors Uniform Requirements for Manuscripts Submitted to Biomedical journals: Sample References [Internet]. Bethesda: US NLM; c2003 [atualizado 04 nov 2015; acesso em 25 jun 2017]. U.S. National Library of Medicine; [about 6 p.]. Disponível em: [http://www.nlm.nih.gov/bsd/uniform\\_requirements.html](http://www.nlm.nih.gov/bsd/uniform_requirements.html)

Buchmann G, Klimm W, Gabert A, Edelmann J. Detection of microecological phenomena in filled teeth. I. Phenomena in gap between restoration and cavity. *Microb Ecol Health Dis.* 1991;3:51–7.

Cho SH, Nagy WW, Goodman JT, Solomon E, Koike M. The effect of multiple firings on the marginal integrity of pressable ceramic single crowns. *J Prosthet Dent.* 2012 Jan;107(1):17-23.

Cotes C, Macedo VC, Camillo MA, de Lara BP, de Carvalho RF, Martinelli CSM, et al. May the flexural strength of ceramics be influenced by salivary pH? *Braz Dent Sci.* 2013;16(2):21–3.

Cury JÁ, Vásquez-Ccahuana RAS. Mutans biofilm model to evaluate antimicrobial substances and enamel desmineralization. *Braz Oral res.* 2010;24(2):134-41.

Daryakenari G, Alaghehmand H, Bijani A. Effect of Simulated Mastication on the Surface Roughness and Wear of Machinable Ceramics and Opposing Dental Enamel. *Oper Dent.* 2019 Jan/Feb;44(1):88-95. doi: 10.2341/17-153-L

de Gee AJ, Wendt SL, Werner A, Davidson CL. Influence of enzymes and plaque acids on in vitro wear of dental composites. *Biomaterials* 1996;17(13):1327–32.

De Jager N, Feilzer AJ, Davidson CL. The influence of surface roughness on porcelain strength. *Dent Mater.* 2000;16(6):381–8. doi:10.1016/s0109-5641(00)00030-0

Della Bona A, Anusavise KJ, DeHoff PH. Weibull analysis and flexural strength of hot-pressed core and veneered ceramic structures. *Dent Mater.* 2003;19(7):662-9.

Della Bona A, Mecholsky JJ, Anusavise KJ. Fracture behavior of lithium disilicate- and leucite-based ceramics. *Dent Mater.* 2004;20(10):956–62. doi: 10.1016/j.dental.2004.02.004.

Della Bona A. *Bonding to ceramics: scientific evidences for clinical dentistry.* São Paulo: Artes Médicas; 2009.

Deligeorgi V, Mjör IA, Wilson NH. An overview of reasons for the placement and replacement of restorations. *Prim Dent Care.* 2001 Jan;8(1):5-11.

Dupriez ND, von Koeckritz AK, Kunzelmann KH. A comparative study of sliding wear of nonmetallic dental restorative materials with emphasis on micromechanical wear mechanisms. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater.* 2015 May;103(4):925-34. doi: 10.1002/jbm.b.33193. Epub 2014 Oct 10.

Fabianelli A, Pollington S, Papacchini F, Goracci C, Cantoro A, Ferrari M, et al. The effect of different surface treatments on bond strength between leucite reinforced

feldspathic ceramic and composite resin. *J Dent*. 2010 Jan;38(1):39-43. doi: 10.1016/j.jdent.2009.08.010

Fejerskov O. Changing paradigms in concepts on dental caries: consequences for oral health care. *Caries Res*. 2014;38(3):182-91.

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 Jan;53:226-38.

Filoche SK, Soma KJ, Sissons CH. Caries-related plaque microcosm biofilms developed in microplates. *Oral Microbiol Immunol*. 2007 Apr;22(2):73-9.

Fraga S, Valandro LF, Bottino MA, May LG. Hard machining, glaze firing and hydrofluoric acid etching: do these procedures affect the flexural strength of a leucite glass–ceramic? *Dent Mater*. 2015;31:e131–40.

Fúcio SB, Carvalho FG, Sobrinho LC, Sinhoreti MA, Puppim-Rontani RM. The influence of 30-day-old *Streptococcus mutans* biofilm on the surface of esthetic restorative materials--an in vitro study. *J Dent*. 2008 Oct;36(10):833-9. doi: 10.1016/j.jdent.2008.06.002.

Gonuldas F, Yilmaz K, Ozturk C. The effect of repeated firings on the color change and surface roughness of dental ceramics. *J Adv Prosthodont*. 2014 Aug;6(4):309-16.

Gracis S, Thompson VP, Ferencz JL, Silva NR, Bonfante EA. A new classification system for all-ceramic and ceramic-like restorative materials. *Int J Prosthodont*. 2015 May-Jun;28(3):227-35.

Hara M, Takuma Y, Sato T, Koyama T, Yoshinari M. Wear performance of bovine tooth enamel against translucent tetragonal zirconia polycrystals after different surface treatments. *Dent Mater J*. 2014;33(6):811-7. doi: 10.4012/dmj.2014-097.

Hmaidouch R, Müller WD, Lauer HC, Weigl P. Surface roughness of zirconia for full-contour crowns after clinically simulated grinding and polishing. *Int J Oral Sci*. 2014 Dec;6(4):241-6. doi: 10.1038/ijos.2014.34.

Höland W, Apel E, van't Hoen CH, Rheinberger V. Studies of crystal phase formations in high-strength lithium disilicate glass–ceramics. *J Non-Cryst Solid*. 2006;352:4041–50.

Hao Y, Huang X, Zhou X, Li M, Ren B, Peng X, Cheng L. Influence of Dental Prosthesis and Restorative Materials Interface on Oral Biofilms. *Int J Mol Sci*. 2018;19(10):3157. doi:10.3390/ijms19103157

Kang S, Chang J, Son H. Flexural strength and microstructure of two lithium disilicate glass ceramics for CAD/CAM restoration in the dental clinic. *Restor Dent Endod*. 2013 Aug;38(3):134–40.

Kermanshahi S, Santerre JP, Cvitkovitch DG, Finery Y. Biodegradation of resin–dentin interfaces increases bacterial microleakage. *J Dent Res.* 2010;89(9):996–1001.

Kursoglu P, Karagoz Motro PF, Kazazoglu E. Translucency of ceramic material in different core-veneer combinations. *J Prosthet Dent.* 2015 Jan;113(1):48-53.

Lenader-Lumikari M, Loimaranta V. Saliva and dental caries. *Adv Dent Res.* 2000; 14:40-7.

Lien W, Roberts HW, Platt JA, Vandewalle KS, Hill TJ, Chu TM. Microstructural evolution and physical behavior of a lithium disilicate glass-ceramic. *Dent Mater.* 2015 Aug;31(8):928-40.

Lin WS, Ercoli C, Feng C, Morton D. The effect of core material, veneering porcelain, and fabrication technique on the biaxial flexural strength and Weibull analysis of selected dental ceramics. *J Prosthodont.* 2012 Jul;21(5):353-62.

Macedo VC. Efeito de diferentes tempos de condicionamento e condições de envelhecimento na resistência à flexão de cerâmicas ácido sensíveis [tese]. São José dos Campos (SP): Universidade Estadual Paulista (Unesp), Instituto de Ciência e Tecnologia; 2012.

Marinho CC. Desenvolvimento e validação de um novo protocolo para ciclagem térmica de materiais dentários [tese]. São José dos Campos (SP): Universidade Estadual Paulista (Unesp), Instituto de Ciência e Tecnologia; 2015.

Marsh P, Martin MV. *Microbiologia oral.* 4. ed. São Paulo: Santos, 2005.

Meyer F, Bourdet N, Deck C, Willinger R, Raul JS. Human Neck Finite Element Model Development and Validation against Original Experimental Data. *Stapp Car Crash J.* 2004 Nov;48:177-206.

Montagner AF, Maske TT, Opdam NJ, de Soet JJ, Cenci MS, Huysmans MC. Failed bonded interfaces submitted to microcosm biofilm caries development. *J Dent.* 2016; 52:63–9. doi:10.1016/j.jdent.2016.07.0

Monteiro JB, Oliani MG, Guilardi LF, Prochnow C, Rocha Pereira GK, Bottino MA, et al. Fatigue failure load of zirconia-reinforced lithium silicate glass ceramic cemented to a dentin analogue: Effect of etching time and hydrofluoric acid concentration. *J Mech Behav Biomed Mater.* 2018 Jan;77:375-82.

Orrego S, Melo MA, Lee SH, Xu HHK, Arola DD. Fatigue of human dentin by cyclic loading and during oral biofilm challenge. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater.* 2016;105(7):1978–85. doi:10.1002/jbm.b.33729

Palmer DS, Barco MT, Billy EJ. Temperature extremes produced orally by hot and cold liquids. *J Prosthet Dent.* 1992;67(3):325-7.

- Papadogiannis D, Tolidis K, Lakes R, Papadogiannis Y. Viscoelastic properties of low-shrinking composite resins compared to packable composite resins. *Dent Mater J*. 2011;30(3):350-7.
- Pekkan G, Hekimoglu C. Evaluation of shear and tensile bond strength between dentin and ceramics using dual-polymerizing resin cements. *J Prosthet Dent*. 2009 Oct;102(4):242-52. doi: 10.1016/S0022-3913(09)60163-3.
- Plengsombut K, Brewer JD, Monaco EA, Davis EL. Effect of two connector designs on the fracture resistance of all-ceramic core materials for fixed dental prostheses. *J Prosthet Dent*. 2009;101(3):166-73. doi: 10.1016/S0022-3913(09)60022-6.
- Prati C, Nucci C, Davidson CL, Montanari G. Early marginal leakage and shear bond strength of adhesive restorative systems. *Dent Mater*. 1990;6(3):195–200.
- Quirynen M, Bollen C. The influence of surface roughness and surface-free energy on supra- and subgingival plaque formation in man: A review of the literature. *J Clin Periodontol*. 1995;22:1-14. doi: 10.1111/j.1600-051X.1995.tb01765.x.
- Rashid H. The effect of surface roughness on ceramics used in dentistry: A review of literature. *Eur J Dent*. 2014;8(4):571-9.
- Ritter RG. Multifunctional uses of a novel ceramic- lithium disilicate. *J Esthet Restor Dent*. 2010 Oct;22(5):332-41.
- Rudney JD, Chen R, Lenton P, Li J, Li Y, Jones RS, et al. A reproducible oral microcosm biofilm model for testing dental materials. *J Appl Microbiol*. 2012 Dec;113(6):1540-53. doi: 10.1111/j.1365-2672.2012.05439.x. Epub 2012 Sep 17.
- Shokati B, Tam L, Santerre JP, Finer Y. Effect of salivary esterase on the integrity and fracture toughness of the resin–dentin interfaces. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater* 2010;94:230–7.
- Subaşı MG, Demir N, Kara Ö, Ozturk AN, Özel F. Mechanical properties of zirconia after different surface treatments and repeated firings. *J Adv Prosthodont*. 2014 Dec;6(6):462-7.
- Sun S, Liang R, Ren J, Xu Y, Zhao Y, Meng H. Influence of polishing and glazing on the wear of zirconia and enamel. *Zhonghua Kou Qiang Yi Xue Za Zhi*. 2016 May;51(5):300-4. doi: 10.3760/cma.j.issn.1002-0098.2016.05.010. Chinese.
- Svanberg M, Mjör IA, Orstavik D. Mutans streptococci in plaque from margins of amalgam, composite, and glass-ionomer restorations. *J Dent Res*. 1990;69:861–4.
- Van Noort R. *Introdução aos materiais dentários*. 2. ed. São Paulo: Artes Médicas; 2004.

Vidotti HA, Garcia RP, Conti PC, Pereira JR, Valle AL. Influence of low concentration acid treatment on lithium disilicate core/veneer ceramic bond strength. *J Clin Exp Dent*. 2013 Oct 1;5(4):e157-62.

Vilela SF, Junqueira JC, Barbosa JO, Majewski M, Munin E, Jorge AO. Photodynamic inactivation of *Staphylococcus aureus* and *Escherichia coli* biofilms by malachite green and phenothiazine dyes: an in vitro study. *Arch Oral Biol*. 2012 Jun;57(6):704-10. doi: 10.1016/j.archoralbio.2011.12.002. Epub 2011 Dec 28.

Wiederhorn SM. Influence of water vapor on crack propagation in soda-lime-glass. *J Am Ceram Soc*. 1967;50:407-14.

Wolfart S, Eschbach S, Scherrer S, Kern M. Clinical outcome of three-unit lithium-disilicate glass–ceramic fixed dental prostheses: Up to 8 years results. *Dent Mater*. 2009;25(9):e63-e71. doi: 10.1016/j.dental.2009.05.003

Wolfart S, Ludwig K, Uphaus A, Kern M. Fracture Strength of all-ceramic posterior inlay-retained fixed partial dentures. *Dent Mater*. 2007;23(12):1513-20. doi: 10.1016/j.dental.2006.12.006

Youngson CC, Barclay CW. A pilot study of intraoral temperature changes. *Clin Oral Investig*. 2000;4(3):183-9. doi: 10.1007/s007840000040183.784

Yuan JC, Barão VAR, Wee A G, Alfaro MF, Afshari FS, Sukotjo C. Effect of brushing and thermocycling on the shade and surface roughness of CAD-CAM ceramic restorations. *J Prosthet Dent*. 2017 Sep 29. pii: S0022-3913(17)30417-1.

Zhang Y, Mai Z, Barani A, Bush M, Lawn B. Fracture-resistant monolithic dental crowns. *Dent Mater*. 2016 Mar;32(3):442-9.

## APÊNDICE A – Termo de consentimento livre e esclarecido



UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA  
COMITÊ DE ÉTICA EM PESQUISA - CEP/ICT UNESP  
12245-000 SÃO JOSÉ DOS CAMPOS - SP – BRASIL

### TERMO DE CONSENTIMENTO LIVRE E ESCLARECIDO

O Sr. (a) está sendo convidado (a) como voluntário (a) a participar da pesquisa “EFEITO DA PIGMENTAÇÃO EXTRÍNSECA NAS PROPRIEDADES MECÂNICAS E MICROBIOLÓGICAS DAS CERÂMICAS À BASE DE DISSILICATO DE LÍTIO.”. Avaliar se há alteração no comportamento mecânico da cerâmica a base de dissilicato de lítio, IPS e.max CAD, com pigmentação extrínseca aplicada. Verificando se há diminuição da resistência à flexão e ao desgaste desse material. Como também se há aumento da aderência bacteriana quando essa cerâmica está pigmentada. Comparar também os efeitos da biodegradação nesse material com e sem maquiagem com base na resistência à flexão e aderência bacteriana.

Para esta pesquisa adotaremos os seguintes procedimentos:

- Coletaremos 40 mL de saliva estimulada por filme de parafina a cada 7 dias, durante 30 dias.

Riscos:

- Risco mínimo: Paciente apenas mastigará o filme de parafina para estimular a produção de saliva, que será coletada da sua cavidade bucal.
- O paciente será orientado previamente do modo de coleta da saliva.

Benefícios:

- O voluntário estará contribuindo para o desenvolvimento da pesquisa nacional, contribuindo para o estudo de um material odontológico, que grande parte da população e até ele próprio, poderá utilizar e se beneficiar mais tarde. Contribuindo para o avanço da odontologia.
- Estará contribuindo especificamente para o conhecimento da cerâmica odontológica de dissilicato de lítio, avaliando suas propriedades mecânicas e biológicas e podendo assim, orientar a comunidade acadêmica sobre a utilização deste tipo de material odontológico.

Para participar deste estudo o Sr (a) não terá nenhum custo, nem receberá qualquer vantagem financeira. Terá o esclarecimento sobre o estudo em qualquer aspecto que desejar e estará livre para participar ou recusar-se a participar. Poderá retirar seu consentimento ou interromper a participação a qualquer momento. A sua participação é voluntária e a recusa em participar não acarretará qualquer penalidade ou modificação na forma em que é atendido pelo pesquisador, que tratará a sua identidade com padrões profissionais de sigilo.

Os resultados da pesquisa estarão à sua disposição quando finalizada. Seu nome ou o material que indique sua participação não será liberado sem a sua permissão.

O (A) Sr (a) não será identificado em nenhuma publicação que possa resultar.

Este termo de consentimento encontra-se impresso em duas vias, sendo que uma cópia será arquivada pelo pesquisador responsável, no Centro da Faculdade de Odontologia e a outra será fornecida ao senhor. Os dados e instrumentos utilizados na pesquisa ficarão arquivados com o pesquisador responsável por um período de 5 (cinco) anos, e após esse tempo serão destruídos. Este termo de consentimento encontra-se impresso em duas vias, sendo que uma cópia será arquivada pelo pesquisador responsável, e a outra será fornecida ao senhor.

Pelo presente instrumento que atende às exigências legais, o Sr. (a) \_\_\_\_\_, portador da cédula de identidade \_\_\_\_\_, após leitura minuciosa das informações constantes neste TERMO DE CONSENTIMENTO LIVRE E ESCLARECIDO, devidamente explicada pelos profissionais em seus mínimos detalhes, ciente dos serviços e procedimentos aos quais será submetido, não restando quaisquer dúvidas a respeito do lido e explicado, firma seu CONSENTIMENTO LIVRE E ESCLARECIDO concordando em participar da pesquisa proposta. Fica claro que o participante da pesquisa, pode a qualquer momento retirar seu CONSENTIMENTO LIVRE E ESCLARECIDO e deixar de participar desta pesquisa e ciente de que todas as informações prestadas tornar-se-ão confidenciais e guardadas por força de sigilo profissional (Art. 9º do Código de Ética Odontológica, ou inserir aqui o Código de Ética do sigilo profissional de sua profissão). Por fim, como pesquisador(a) responsável pela pesquisa, comprometo-me a cumprir todas as exigências contidas no item IV.3 e IV.4 (se pertinente) da resolução do CNS/MS n. 466 de dezembro de 2012, publicada em 13 de junho de 2013.

Por estarmos de acordo com o presente termo o firmamos em duas vias. A primeira via ficará de posse do participante da pesquisa e a outra do pesquisador (caso o participante seja paciente, serão três vias, sendo que a terceira via fará parte do prontuário). Todas as vias serão rubricadas em todas as suas páginas e assinadas ao seu término.

São José dos Campos, \_\_\_\_\_ de \_\_\_\_\_ de 20 .

Nome	Assinatura participante	Data
Nome	Assinatura pesquisador	Data
Nome	Assinatura testemunha	Data

Em caso de dúvidas, com respeito aos aspectos éticos desta pesquisa, você poderá consultar:

CEP - COMITÊ DE ÉTICA EM PESQUISA/ICT UNESP  
 INSTITUTO DE CIÊNCIAS E TECNOLOGIA  
 ENDEREÇO: AV. FRANCISCO JOSÉ LONGO, 777  
 CEP: 12245-000  
 FONE: (12) 39479028 / E-MAIL: CEPH@FOSJC.UNESP.BR

PROGRAMA DE ODONTOLOGIA RESTAURADORA  
 ÁREA PRÓTESE DENTÁRIA

## ANEXO A — Parecer do Comitê de ética

UNESP - INSTITUTO DE  
CIÊNCIA E TECNOLOGIA -  
CAMPUS DE SÃO JOSÉ DOS



### PARECER CONSUBSTANCIADO DO CEP

#### DADOS DO PROJETO DE PESQUISA

**Título da Pesquisa:** EFEITO DA PIGMENTAÇÃO EXTRÍNSECA NAS PROPRIEDADES MECÂNICAS E MICROBIOLÓGICAS DAS CERÂMICAS À BASE DE DISSILICATO DE LÍTIU.

**Pesquisador:** ESTEVAO TOMOMITSU KIMPARA

**Área Temática:**

**Versão:** 1

**CAAE:** 94218418.2.0000.0077

**Instituição Proponente:** Instituto de Ciência e Tecnologia de São José dos Campos - UNESP

**Patrocinador Principal:** Financiamento Próprio

#### DADOS DO PARECER

**Número do Parecer:** 2.819.810

#### Apresentação do Projeto:

As maquiagens cerâmicas são amplamente utilizadas para caracterização e mimetização das restaurações. Porém não há estudos se há alteração nas propriedades mecânicas e nem sobre caracterização microbológica da pigmentação extrínseca.

#### Objetivo da Pesquisa:

O objetivo deste estudo será o de comparar os efeitos da biodegradação e do desgaste nesse material com e sem maquiagem com base na resistência à flexão e realizar os ensaios de aderência bacteriana.

#### Avaliação dos Riscos e Benefícios:

Os riscos e benefícios foram corretamente descritos

#### Comentários e Considerações sobre a Pesquisa:

A pesquisa apresenta-se bem delineada.

#### Considerações sobre os Termos de apresentação obrigatória:

todos os termos obrigatórios foram corretamente apresentados

#### Conclusões ou Pendências e Lista de Inadequações:

O relator é favorável à aprovação do projeto

**Endereço:** Av. Engº Francisco José Longo 777

**Bairro:** Jardim São Dimas **CEP:** 12.245-000

**UF:** SP **Município:** SAO JOSE DOS CAMPOS

**Telefone:** (12)3947-9078 **Fax:** (12)3947-9010 **E-mail:** ceph@fosjc.unesp.br

UNESP - INSTITUTO DE  
CIÊNCIA E TECNOLOGIA -  
CAMPUS DE SÃO JOSÉ DOS



Continuação do Parecer: 2.819.810

**Considerações Finais a critério do CEP:**

O Colegiado acata o parecer do(a) Relator(a).

O (a) pesquisador(a) irá receber e-mail da Secretaria do CEPH-ICT-CAMPUS DE SJCAMPOS-UNESP, para envio de relatórios parciais/final, para não incorrer na penalidade de não o fazendo, em não ter novas submissões avaliada pelo Comitê de Ética, até que sane a pendência de envio do relatório, na forma de notificação através do sistema da Plataforma Brasil. Obs:- No site do [www.ict.unesp.br](http://www.ict.unesp.br) – Comitê de Ética Envolvendo Seres Humanos, encontrará o formulário para envio do Relatório parcial/final.

**Este parecer foi elaborado baseado nos documentos abaixo relacionados:**

Tipo Documento	Arquivo	Postagem	Autor	Situação
Outros	folha_de_rosto_atualizada.pdf	24/07/2018 09:55:28	CARLOS ALBERTO GUEDES	Aceito
Informações Básicas do Projeto	PB_INFORMAÇÕES_BÁSICAS_DO_PROJETO_1176845.pdf	22/07/2018 16:37:54		Aceito
Folha de Rosto	folha_de_rosto.pdf	22/07/2018 16:36:25	ESTEVAO TOMOMITSU KIMPARA	Aceito
Projeto Detalhado / Brochura Investigador	projeto.doc	09/07/2018 13:01:26	ESTEVAO TOMOMITSU KIMPARA	Aceito
TCLE / Termos de Assentimento / Justificativa de Ausência	tcle.doc	09/07/2018 13:01:04	ESTEVAO TOMOMITSU KIMPARA	Aceito

**Situação do Parecer:**

Aprovado

**Necessita Apreciação da CONEP:**

Não

**Endereço:** Av.Engº Francisco José Longo 777  
**Bairro:** Jardim São Dimas **CEP:** 12.245-000  
**UF:** SP **Município:** SAO JOSE DOS CAMPOS  
**Telefone:** (12)3947-9078 **Fax:** (12)3947-9010 **E-mail:** [ceph@fosjc.unesp.br](mailto:ceph@fosjc.unesp.br)

UNESP - INSTITUTO DE  
CIÊNCIA E TECNOLOGIA -  
CAMPUS DE SÃO JOSÉ DOS



Continuação do Parecer: 2.819.810

SAO JOSE DOS CAMPOS, 14 de Agosto de 2018

---

**Assinado por:**  
**Denise Nicodemo**  
**(Coordenador)**