



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

LÍGIA TIAKI YAMAMOTO

**EFEITO DA CICLAGEM TÉRMICA NAS PROPRIEDADES
MECÂNICAS DE MATERIAIS RESTAURADORES INDIRETOS:
isolamento do fator água**

2017

LÍGIA TIAKI YAMAMOTO

**EFEITO DA CICLAGEM TÉRMICA NAS PROPRIEDADES MECÂNICAS DE
MATERIAIS RESTAURADORES INDIRETOS:
isolamento do fator água**

Tese apresentada ao Instituto de Ciência e Tecnologia, Universidade Estadual Paulista (Unesp), Campus de São José dos Campos, como parte dos requisitos do Exame Geral de Qualificação no Doutorado do Programa de Pós-Graduação em ODONTOLOGIA RESTAURADORA, Área de Prótese Dentária.

Orientador: Prof. Adj. Rubens Nisie Tango

São José dos Campos

2017

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

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

Yamamoto, Lígia Tiaki

Efeito da ciclagem térmica nas propriedades mecânicas de materiais restauradores indiretos: isolamento do fator água / Lígia Tiaki Yamamoto. - São José dos Campos : [s.n.], 2017.
63 f. : il.

Tese (Doutorado) - - Universidade Estadual Paulista (Unesp), Instituto de Ciência e Tecnologia, São José dos Campos, 2017.
Orientador: Rubens Nisie Tango.

1. Cerâmica. 2. Materiais Dentários. 3. Alterações na temperatura corporal. 4. Técnicas in vitro. I. Tango, Rubens Nisie, orient. II. Universidade Estadual Paulista (Unesp), Instituto de Ciência e Tecnologia, São José dos Campos. III. Universidade Estadual Paulista 'Júlio de Mesquita Filho' - Unesp. IV. Universidade Estadual Paulista (Unesp). V. Título.

BANCA EXAMINADORA

Prof. Adj. Rubens Nisie Tango (Orientador)

Universidade Estadual Paulista (Unesp)

Instituto de Ciência e Tecnologia

Campus de São José dos Campos/SP

Prof. Ass. Lucas Hian da Silva

Universidade Cidade de São Paulo (Unicid)

Faculdade de Odontologia

Campus de São Paulo/SP

Prof. Tit. Estevão Tomomitsu Kimpara

Universidade Estadual Paulista (Unesp)

Instituto de Ciência e Tecnologia

Campus de São José dos Campos/SP

Profa. Dra. Mirela Sanae Shinohara

Prof. Adj. Lafayette Nogueira Júnior

Universidade Estadual Paulista (Unesp)

Instituto de Ciência e Tecnologia

Campus de São José dos Campos/SP

São José dos Campos, 8 de dezembro de 2017.

DEDICATÓRIA

Aos meus pais, AFONSO HIDEO YAMAMOTO e EMÍLIA MASSAE KANNO e à minha madrastra NEIDE VILELA FERREIRA YAMAMOTO pelo amor incondicional e confiança transmitidos e por me ensinarem valores como respeito, honestidade. Obrigada por sempre incentivarem o meu estudo e aprimoramento.

Às minhas irmãs DEISE KIMY YAMAMOTO PICARELI E IZABEL VILELA YAMAMOTO, minhas melhores amigas, sempre presentes na minha vida e durante toda essa caminhada.

Ao meu marido, DANIEL SATOSHI INOUE que durante todo esse trabalho me apoiou e que diversas vezes abriu mão dos seus desejos em prol dos meus sonhos. Seu suporte e dedicação no dia-a-dia foi fundamental para realização desse trabalho.

À minha avó, querida BATIAN – YUKIE YAMAMOTO, por ser esse exemplo de vida, de amor, de dedicação a família.

Aos meus sogros, JORGE INOUE E MARIA HIROKO ARAKI INOUE por me acolherem em sua família como filha e sempre torcerem por meu sucesso.

A todos da minha grande e maravilhosa família, que a sua maneira estiveram presente em toda essa caminhada.

NÃO TEM COMO EXPRESSAR MEU AMOR POR VOCÊS.

OBRIGADA POR TUDO.

AGRADECIMENTOS

Agradeço primeiramente à DEUS, pelo dom da vida, por me fazer forte, por estar sempre em meus caminhos me guiando e me protegendo.

Ao meu orientador, PROF. ADJ. RUBENS NISIE TANGO, pelos amizade e parceria, pelos conhecimentos transmitidos, pela confiança depositada em mim para a realização desse trabalho. Seu apoio foi fundamental na reta final desse trabalho.

Ao Instituto de Ciências e Tecnologia de São José dos Campos – Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho” – UNESP, através de seu Diretor, PROF. TIT. ESTEVÃO KIMPARA.

Ao Programa de Pós-Graduação em Odontologia Restauradora coordenado pelo PROF. ADJ. ALEXANDRE LUIZ SOUTO BORGES e ao coordenador da Especialidade Prótese Dentária PROF. TIT. MARCO ANTONIO BOTTINO que sempre de tão perto nos acompanharam, orientaram e se esforçaram para o crescimento deste programa do qual tenho muito orgulho de fazer parte.

Aos professores do Programa de Pós-Graduação em Odontologia Restauradora, pela contribuição na minha formação acadêmica e científica nos diversos créditos cursados.

Ao PROF. ADJ. LAFAYETTE NOGUEIRA JUNIOR pela oportunidade de praticar e aprender mais nas atividades clínicas, por sempre me aconselhar e discutir nos diversos casos clínicos e pela confiança em indicar meu nome para iniciar a carreira docente na Universidade Santo Amaro.

A PROFA. DRA. CRISTIANE YUMI KOGA-ITO, por me acolher como aluna de iniciação científica ainda durante a minha graduação e plantar a semente da pesquisa dentro de mim.

A todos os professores de Odontologia que passaram na minha vida, em especial PROF. DR. AMAURY DE MORAIS SILVEIRA, PROF. ME. CARLOS MAGNO GOSHI, todos aqueles que apaixonados pela Odontologia transmitiram seus conhecimentos sem ressalva e me inspiram a ser cada vez melhor. O exemplo de vocês de dedicação aos estudos é sensacional.

As minhas queridas amigas da pós-graduação GABRIELA FREITAS RAMOS, LARISSA MARCIA MARTINS ALVES, NATHÁLIA DE CARVALHO RAMOS, DOMINIQUE YUKIE TOYAMA, CAROLINE COTES MARINHO. Obrigada pelas conversas, conselhos, experiências, amizade, almoços e risadas divididos durante todo o período da minha pós graduação. LARISSA, em meio ao turbilhão de eventos e sentimentos que é a reta final do Doutorado, você sempre disposta "arregaçou as mangas" comigo para que eu pudesse chegar até aqui. Meu muito obrigada!

Aos meus amigos e colegas da pós graduação da minha turma e de turmas anteriores e posteriores a minha Vinícius Aneas, Julio Luz, Aline Lins, Jean Soares, Aline Barcelos, Nayara Barchetta, Tabata Sato, Bruna Lucatto, Guilherme Schmitt, Leonardo Kamezawa, Stephany Barbizan, Hilton Riquieri, Jessica Dias, Marcela Penteado, Karen Archangelo, Amanda dal Piva, João Tribst, Jaiane Monteiro, Dayana Campanelli, Pedro Prado, Gabriela Nishioka, Pollyana Nogueira, Marcelo Galo, Eliseo Chun, Rodrigo Diniz, Priscila Cristoforides, Ana Carolina Souza, Arianne Valim, Fernanda Papaiz, Elen Guerra, Rafael Lara e tantos outros pelos momentos compartilhados no laboratório e em sala de aula e pela parceria em várias partes deste e de outros trabalhos.

As minhas colegas de república que durante o período de mestrado e doutorado me acolheram e se tornaram grandes amigas LIVIA MARIA SERPA GREGÓRIO, POLYANA DAS GRAÇAS FIGUEIREDO VILELA, ANA CAROLINA SOUZA, EVELYN B. C. MONTEIRO, NATHÁLIA DE CARVALHO RAMOS, JÉSSICA DIAS, BRUNA LUCATO E CAMILA GIRONDI.

As minhas eternas amigas ALINE DE OLIVEIRA OSSES RUIZ, ISABELA DE OLIVAS VEIGA GAIGHER, WIVIAN WONG, LIVIA MARIA SERPA GREGÓRIO, GLEYCE OLIVEIRA SILVA, NAELI COLOMBO, e minhas primas KAREN MAYUMI MATSUMOTO, KRISTIE AIMI YAMAMOTO e VIVIAN YAMAMOTO que entenderam a minha ausência, e mesmo assim estiveram comigo e acompanharam a minha trajetória.

A minha amiga FERNANDA ABU-IZZE, pelas inúmeras caronas, desabafos, reflexões e ajudas durante o trajeto semanal SP-SJC. Ao PROF. EDUARDO SHIGUEYUKI UEMURA, PROF. MARCOS MAEKAWA e PROF. MARCO ANTONIO BOTINO pelas caronas e cafés de São Paulo a São José dos Campos e por toda cordialidade, amizade, incentivo, apoio e preocupação comigo.

As minhas queridas orientadas de IC GIOVANA BADAN, ISABELA MACEDO E NATALIA que confiaram em mim para ajuda-las nessa maravilhosa fase de iniciação científica. Aprendi muito com vocês.

A equipe técnica do departamento de prótese dentária MARCIO EDUARDO MARQUES, THÁIS CACHUTÉ PARADELLA, FERNANDO PONTES, MARCO ANTÔNIO C ALFREDO, LILIAN MARIA DE A. VILELA E JULIANE pela colaboração na execução deste trabalho e sempre disposição a nos ajudar.

Aos funcionários da seção de Pós-Graduação BRUNO TANAKA, IVAN DAMASCENO e SANDRA MARA CORDEIRO por toda paciência e disponibilidade.

A coordenação de aperfeiçoamento de pessoal de nível superior (CAPES), pela bolsa concedida durante o curso.

À Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo, pelo apoio financeiro concedido (Processo Fapesp nº 2016/08672-6).

Aos professores membros da banca de avaliação, pelo tempo despendido com a leitura e formação de críticas para o enriquecimento deste trabalho.

A Universidade Santo Amaro, em nome do coordenador da Odontologia PROF. DR. JOSÉ ANTÔNIO SILVEIRA NEVES que me acolheram com tanto carinho para iniciar a minha carreira docente e que em diversos momentos tiveram a compreensão do fato de eu estar cursando pós graduação na UNESP.

Aos meus queridos alunos do 6º, 7º e 8º semestre do curso de Odontologia da UNISA que foram também minha fonte de inspiração, que me acolheram calorosamente na minha primeira experiência docente e sempre me respeitaram. Agradeço também as minhas orientadas de TCC e IC Lidia Ferreira, Daniela Andrade, Bruna Soares, Gabriela Alonso e Karina Silva pela confiança em orientá-las e por permitirem contribuir em sua formação.

Ninguém faz nada sozinho. Por fim agradeço a todos que direta ou indiretamente fizeram parte desse trabalho e de toda a minha longa caminhada de formação acadêmica e científica.

MUITO OBRIGADA!

“A menos que modifiquemos a nossa maneira de pensar, não seremos capazes de resolver os problemas causados pela forma como nos acostumamos ver o mundo” (Albert Einstein)

“O cientista não é o homem que fornece as verdadeiras respostas; é quem faz as verdadeiras perguntas” (Claude Lévi-Strauss)

SUMÁRIO

LISTA DE FIGURAS.....	10
LISTA DE TABELAS.....	11
RESUMO.....	13
ABSTRACT.....	14
1 INTRODUÇÃO.....	15
2 REVISÃO DE LITERATURA.....	19
2.1 Termociclagem e ensaios de flexão.....	19
2.2 Degradação de polímeros e cerâmicas.....	22
3 PROPOSIÇÃO.....	27
4 MATERIAL E MÉTODOS.....	28
4.1 Delineamento experimental do estudo.....	28
4.2 Materiais utilizados.....	29
4.3 Preparo dos corpos de prova.....	30
4.3.1 Preparo das barras cerâmicas.....	30
4.3.2 Preparo das barras de cimento resinoso.....	31
4.4 Envelhecimento das amostras.....	32
4.4.1 Termociclagem em água.....	32
4.4.2 Armazenamento em água destilada.....	33
4.4.3 Termociclagem em óleo mineral.....	33
4.5 Ensaio de resistência à flexão.....	34
4.5.1 Flexão de 3 pontos – amostras de cerâmica.....	34
4.5.2 Mini-flexão de 3 pontos – amostras de cimento resinoso.....	35
4.6 Ensaios de Microdureza Knoop e Vickers.....	36
4.7 Análise fractográfica.....	39
4.8 Planejamento estatístico.....	40
5 RESULTADOS.....	42
5.1 Resistência à flexão 3 pontos para cerâmica feldspática.....	42
5.2 Resistência à mini-flexão 3 pontos para cimento resinoso.....	44
5.3 Resultados da Microdureza.....	47
5.4 Resultados da análise das superfícies fraturadas em microscópio	

eletrônico de varredura (MEV).....	52
6 DISCUSSÃO.....	54
7 CONCLUSÃO.....	59
REFERÊNCIAS.....	60

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 – Descrição da divisão dos grupos conforme tipo de material, tipo de envelhecimento e tempo de ciclagem	28
Figura 2 - Máquinas utilizadas no preparo das amostras	30
Figura 3 – Corte dos blocos de CAD-CAM cerâmica feldspática	31
Figura 4 – Esquema de confecção da amostra de cerâmica feldspática. Secção transversal da amostra	31
Figura 5 – Matriz para confecção das amostras de cimento resinoso e amostra de cimento resinoso finalizada	32
Figura 6 – Envelhecimento da amostra: termociclagem e armazenamento em água	33
Figura 7 – Envelhecimento da amostra: termociclagem em óleo mineral	34
Figura 8 – Flexão de 3 pontos para amostras de cerâmica.....	35
Figura 9 – Mini flexão 3 pontos para amostras de cimento resinoso.....	36
Figura 10 – Análise de Microdureza	37
Figura 11 – Representação da indentação da microdureza Vickers e Knoop	38
Figura 12 – Análise em Microscópio Eletrônico de Varredura.....	40
Figura 13 – Impressões obtidas no ensaio de microdureza	48
Figura 14 – Imagens em Microscópio Eletrônico de Varredura das superfícies fraturadas	53

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Média, desvio padrão e coeficiente de variação para cerâmica feldspática.....	42
Tabela 2 – Análise de Variância 2 fatores para valores de resistência à flexão (MPa) para cerâmica feldspática (5 %).....	43
Tabela 3 – Resultados do teste de Tukey para valores de resistência à flexão (MPa) para material Triluxe (cerâmica feldspática) (5 %).....	43
Tabela 4 – Resultados do teste de Tukey para valores de resistência à flexão (MPa) incluindo o grupo CONTROLE para material Triluxe (cerâmica feldspática) (5 %).....	44
Tabela 5 – Média, desvio padrão e coeficiente de variação para cimento resinoso.....	45
Tabela 6 – Análise de variância 2 fatores para valores de resistência à flexão (MPa) para cimento resinoso (5 %).....	46
Tabela 7 – Resultado do teste de Tukey para valores de resistência à flexão (MPa) para material Bifix (cimento resinoso) (5 %).....	46
Tabela 8 – Resultados do teste de Tukey para valores de resistência à flexão (MPa) incluindo o grupo CONTROLE para material Bifix (cimento resinoso) (5 %).....	47
Tabela 9 – Análise de Variância 2 fatores para Dureza – Cerâmica Feldspática (5 %).....	49
Tabela 10 – Resultados do teste de Tukey para valores de microdureza para material Triluxe (cerâmica feldspática) (5 %).....	49
Tabela 11 – Análise de Variância 1 fator para dureza – cerâmica feldspática (5 %).....	50
Tabela 12 – Resultado do teste de Tukey para Dureza – Cerâmica	

Feldspática (5 %)	50
Tabela 13 – Análise de Variância 2 fatores para Dureza – Cimento resinoso (5 %)	51
Tabela 14 – Resultados do teste de Tukey para valores de microdureza para cimento resinoso (5 %)	51
Tabela 15 – Análise de Variância 1 fator para Dureza – cimento resinoso (5 %)	52
Tabela 16 – Resultado para o teste de Tukey para Dureza – cimento resinoso (5 %)	52

Yamamoto LT. Efeito da ciclagem térmica nas propriedades mecânicas de materiais restauradores indiretos: isolamento do fator água [tese]. São José dos Campos (SP): Universidade Estadual Paulista (Unesp), Instituto de Ciência e Tecnologia; 2017.

RESUMO

O sucesso a longo prazo das restaurações dentárias é limitada pela sua durabilidade no meio bucal. Testes *in vitro* continuam sendo ferramentas indispensáveis para avaliação inicial dos materiais dentários. Ciclagem térmica é um dos procedimentos mais utilizados para simular o envelhecimento fisiológico no qual os biomateriais são submetidos na prática clínica. Os objetivos desse estudo foram determinar o efeito da variação da temperatura, isolando o efeito hidrolítico, na degradação de uma cerâmica feldspática e de um cimento resinoso por meio de comparação entre os métodos artificiais de envelhecimento: armazenamento em água destilada, termociclagem em água e termociclagem em óleo mineral seguido pelo ensaio de flexão de 3 pontos e mini-flexão. Blocos de CAD-CAM de cerâmica feldspática foram cortados e lixados para obter-se 100 barras, com dimensões de 14 x 4 x 1,2 mm. Foram confeccionadas 100 barras de cimento resinoso autoadesivo, com dimensões de 12 x 2 x 2 mm. As barras foram aleatoriamente divididas ($n = 10$) e envelhecidos por meio de termociclagem em água e óleo mineral por 500 (norma ISO 11405), 5000 e 10000 ciclos com banhos de 30 s a 5 °C e 55 °C e armazenados em água destilada em estufa a 37 °C pelo mesmo tempo que foi realizado a ciclagem (9 h, 4 dias e 8 dias), além de dois grupos controles, um de cerâmica feldspática e outro de cimento resinoso ambos sem envelhecimento, totalizando 20 grupos. Após o envelhecimento, as barras foram fraturadas por meio do ensaio de flexão de 3 pontos e mini-flexão e os dados foram submetidos à análise estatística. Amostras representativas de cada grupo foram submetidas ao teste de dureza *Knoop* (cimento resinoso) e *Vickers* (cerâmica feldspática). Algumas superfícies fraturadas foram analisadas em Microscópio eletrônico de varredura. Para cerâmica feldspática não houve diferença significativa entre os grupos, apontando que os envelhecimentos propostos pelo trabalho não degradaram as amostras, já para o cimento resinoso houve diminuição da resistência à flexão após 8 dias ou 10000 ciclos térmicos, sendo que a termociclagem degradou ainda mais a amostra quando comparada ao armazenamento em água por 8 dias. Para dureza *Vickers* na cerâmica houve decréscimo após 10000 ciclos térmicos em óleo mineral. Para dureza *Knoop* no cimento resinoso, os valores diminuíram conforme aumentou o número de ciclos para a termociclagem em óleo e aumentou no armazenamento em água e não houve diferença para a termociclagem em água. Dentre as limitações desse estudo concluiu-se que é necessário mais ciclos térmicos/tempo para degradar a cerâmica feldspática e que para o cimento resinoso 10000 ciclos térmicos são suficientes para apontar degradação desse material.

Palavras chaves: Cerâmica. Materiais Dentários. Alterações na temperatura corporal. Técnicas *in vitro*.

Yamamoto LT. *Effect of thermal cycling on mechanical properties of indirect restorative materials: water effect exception [doctorate thesis].* São José dos Campos (SP): UNESP – Univ Estadual Paulista, Institut of Science and Technology; 2017.

ABSTRACT

The long-term success of dental restorations is limited by their durability in oral environments. In vitro tests remain essential to evaluate dental materials. Thermocycling is one of the most commonly used test to simulate physiological aging, to which biomaterials are exposed in clinical practice. The aim of this study was to determine the effect of thermocycling, in non-aqueous surroundings, on feldspathic ceramic and resin cement degradation comparing 3-point bending flexural strength test and mini-flexural strength test respectively. CAD-CAM feldspathic ceramic blocks were cut and polished to obtain 100 bars (14 x 4 x 1.2 mm). One hundred resin cement bars were fabricated (12 x 2 x 2 mm). The bars were randomly divided into groups (n = 10) and submitted to aging using thermocycling in water (ISO 11405) and in mineral oil for 500, 5000 and 100000 cycles from 5 °C to 55 °C, with 30 s dwell time and stored in distilled water in a dry oven at 37°C for the same time as cycling occurred (9 h, 4 days and 8 days) besides the two control groups, one feldspathic ceramic and one resin cement both without aging, totaling 20 groups. After aging, the bars were fractured using 3 point bending test and mini-flexural test and the data was subjected to statistical analysis. Representative samples of each group were subjected to Knoop (resin cement) and Vickers (feldspathic ceramic) hardness test. Some of the fractured surfaces were analyzed through scanning electron microscope. No significant difference was observed between the feldspathic ceramic groups, showing that aging processes suggested in the study did not degrade the samples. As for the resin cement, a decrease in flexural strength after 8 days or 10000 thermal cycles was observed, in which thermocycling degraded the sample further when compared to the water storage for 8 days. For Vickers hardness in the ceramic there was decrease after 10000 thermal cycles in mineral oil. For Knoop hardness in the resin cement, values decreased as the number of thermal cycles for increased in oil and values increased in water storage and there was no difference for thermocycling in water. Within the limitations of the study, it is concluded that more cycles/days are necessary to degrade feldspathic ceramic and that for resin cement degradation to become evident 10000 thermal cycles are sufficient.

Key-words: Ceramic. Dental Materials. Thermal cycling.

1 INTRODUÇÃO

Os estudos *in vitro* são largamente utilizados por serem capazes de simular situações clínicas, pois são realizados em ambientes controlados no laboratório e possibilitam prever a longevidade a longo prazo dos materiais odontológicos. No ambiente laboratorial é possível isolar as variáveis e estudá-las separadamente. Para materiais dentários, esses estudos são os pioneiros na tentativa de determinar a longevidade da restauração no ambiente bucal.

Os estudos laboratoriais buscam caracterizar de forma imediata o material por meio de avaliação das propriedades mecânicas, testes de resistência intrínseca do material e testes de resistência de união entre materiais restauradores e a dentina e esmalte humano. Além disso, no intuito de simular a degradação, simular o envelhecimento desses materiais e interfaces adesivas é por meio de testes de ciclagem térmica e mecânica afim de aproximar os resultados com a situação clínica.

A maioria das cerâmicas feldspáticas mostram forte tendência à corrosão, um fenômeno que origina no aumento da hidrólise da cerâmica quando sujeita a aplicação de tensão, sendo os resultados de resistência à flexão dependentes do tempo (Morena et al., 1986; Drummond et al., 1991; Fairhurst et al., 1993).

O crescimento subcrítico de trincas que as cerâmicas dentais apresentam alta suscetibilidade no ambiente oral, pode ser evidenciado pela diminuição da resistência mecânica das amostras envelhecidas na presença de água quando comparadas as testadas secas, sendo demonstrado pela redução da energia necessária na ponta da trinca devido a ação do meio aquoso em propagar essa fenda, diminuindo a energia necessária para o crescimento da fissura (Morena et al., 1986). O crescimento da fissura ocorre por degradação química da rede de silicato (-Si-O-Si-) no material cerâmico. As unidades Si-OH não estão ligadas, e originam-se por meio da troca de íons entre os íons H⁺ na solução aquosa e os íons alcalinos disponíveis na cerâmica. Pressupõe-se que a água ou vapor de água reajam com as moléculas na ponta da fissura, quebrando a rede de Si-O-Si para formar íons hidroxila (OH⁻). Esses íons agem como catalisadores durante a hidrólise das ligações de silicato. A teoria da corrosão sob tensão pondera que as soluções

básicas irão reagir com os vidros de silicato de forma significativa e, portanto, espera-se que ocorra o enfraquecimento do vidro (Palin et al., 2003).

Os materiais odontológicos ficam expostos ao meio bucal hostil onde encontramos a combinação de: exposição ao meio aquoso (degradação hidrolítica), exposição a microorganismos, alteração da temperatura bucal proveniente da alimentação, alteração do pH em função de patologias ou hábitos alimentares e aplicações variadas de carga decorrentes da mastigação e/ou parafunção (Brendeke, Ozcan, 2007). As condições intraorais complexas dificultam o processo de entendimento para distinguir os fatores específicos relacionados à degradação dos materiais. Os procedimentos mais comumente utilizados para simulação do meio bucal são a ciclagem mecânica, ciclagem térmica ou armazenamento em soluções como água, ácido cítrico, solução salina, NaOCl, e ciclagem de pH (Yamauti et al., 2003; Medeiros et al., 2007).

Uma questão de pesquisa relevante diz respeito à degradação hidrolítica dos materiais. Esta exposição à umidade contribui para o processo de degradação, alteração do aspecto macroscópico e das propriedades dos materiais, condicionando a sua durabilidade e a qualidade. A alteração das características dos materiais pode ser consequência da modificação da composição química dos constituintes e de suas propriedades físicas. Em polímeros, a hidrólise é um processo químico que quebra ligações covalentes dos polímeros pela adição da água para ligações tipo éster, o que resulta na perda da massa dos polímeros: esta é considerada como uma das principais razões para a degradação da resina em uma restauração adesiva (Ferracane et al., 1998; Breschi et al., 2008).

As variações bruscas de temperatura na cavidade oral, a qual varia dependendo dos hábitos alimentares, afetam a estabilidade dos materiais. Quando os materiais são expostos a aumento de temperatura, o movimento vibracional de átomos e a distância média (da união) interatômica aumenta. Isso causa aumento de volume – expansão. Da mesma forma, com redução da temperatura, ou resfriamento, há contração do material, que é igual à expansão que resulta do aquecimento. Tais expansão e contração podem romper o selamento marginal de uma restauração com o dente, principalmente se a diferença entre o coeficiente de expansão do dente e do material restaurador é grande. Uma restauração pode expandir ou contrair mais do que o dente durante uma alteração de temperatura;

portanto, pode ocorrer microinfiltração marginal adjacente à restauração ou a restauração pode descolar do dente.

A termociclagem é uma associação de degradação térmica e hidrolítica das amostras e é comumente utilizada para avaliar a degradação dos materiais por meio da simulação da alteração da temperatura intrabucal (Khoroushi, Rafiei, 2013; Deng et al., 2014; Cotes et al., 2015). (Brendeke, Ozcan, 2007). Entretanto, não há consenso na literatura detalhando o método mais adequado para o envelhecimento de compósitos e cerâmicas. Muitos estudos utilizam a termociclagem com certa consistência no parâmetro temperatura (5 - 55 °C) e grande variabilidade no número de ciclos (500, 1000, 6000, 10000) e tempo de banho (5, 15, 30 s), o que dificulta a comparação entre estudos (Morresi et al., 2014). A norma ISO 11405 (2003) estabelece que devem ser realizados 500 ciclos térmicos, com banhos de pelo menos 20 s em temperaturas de 5 e 55 °C, com intervalos de 5 s a 10 s. Não há relatos na literatura sobre a frequência dos ciclos *in vivo*, estima-se que cada ciclo ocorra entre 20 e 50 vezes ao dia, e que segundo Gale e Darvell (1999), 10000 ciclos representam 1 ano e esse fato é aceito por muitos autores (Gale, Darvell, 1999; Lauvahutanon et al., 2014).

Em contraste com as recomendações da norma ISO 11405 (2003), Gale e Darvell (1999), realizaram uma revisão de literatura bastante abrangente e concluíram que as temperaturas comumente escolhidas pelos investigadores são muito extremas para fornecer uma simulação representativa das flutuações que ocorrem *in vivo*. Os autores sugerem que 15 °C e 45 °C sejam as temperaturas extremas e 35° a temperatura de referência, com o seguinte regime: 35 °C por 28 s, 15 °C por 2 s, 35 °C por 28 s, 45 °C por 2 s.

O armazenamento em água em estufa a 37 °C é um dos modelos de envelhecimento artificial mais simplificados e comuns para estudar a degradação dos materiais dentários, pois simula o ambiente intrabucal úmido. Este método é particularmente simples e de baixíssimo custo, no entanto, demandam tempo (Muench et al., 2005). Muitos estudos combinam o armazenamento em água com a termociclagem sem realizar a comparação direta entre os métodos de envelhecimento.

Os efeitos prejudiciais da degradação hidrolítica não podem ser observados quando as amostras são armazenadas em meio não aquoso como por exemplo o

óleo mineral que é um meio inerte (Carrilho et al., 2005). Nessa condição, não há diminuição da resistência de união inicial durante o envelhecimento da amostra. Os efeitos negativos da água na resistência de união também é suportada pela resistência de união constante encontrada nas amostras armazenadas em óleo mineral. No entanto, na presença de água, os valores de microtração diminuem como consequência da degradação hidrolítica do colágeno. Além disso, a absorção de água pode plastificar as redes poliméricas reduzindo a temperatura de transição vítrea da resina polimerizada de modo que enfraquece as ligações resina-dentina com o tempo. Essa plastificação não ocorre na ausência de água (Toledano et al., 2007).

Com o exposto, ainda não há na literatura estudos indicando o efeito do gradiente de temperatura para a degradação dos materiais, sem a interferência do meio aquoso, principalmente em materiais poliméricos em que a água age como plastificante e em materiais cerâmicos em que a água penetra nas fendas acarretando a hidrólise das ligações entre os óxidos levando a aceleração da fratura. Para avaliar o efeito da ciclagem térmica de forma isolada, sem que os efeitos do envelhecimento pela água e pelo gradiente de temperatura se misturem, e baseados nesta lacuna de conhecimento que este trabalho foi desenvolvido.

2 REVISÃO DE LITERATURA

2.1 Termociclagem e ensaios de flexão

Nelsen et al. (1952) observaram em seu trabalho que o dente restaurado quando aquecido “produzia um exsudato” cuja origem era a margem da restauração. Uma das propriedades físicas que os autores avaliam é o coeficiente de expansão térmica dos materiais restauradores. Para avaliar se as alterações térmicas causavam uma alteração dimensional perceptível nas restaurações, os dentes foram imersos em água gelada por 30 segundos e avaliados em microscópio enquanto eram aquecidos. Foram observadas pequenas gotículas de fluido (exsudato) saindo das margens da restauração.

Gale, Darvell (1999) realizaram uma extensa revisão de literatura sobre os procedimentos de termociclagem *in vitro* para materiais dentários. Os autores ressaltam que as alterações de temperatura usadas são raramente suportadas pelas mensurações feitas *in vivo*. Ainda, que deve haver uma padronização e justificativa para os ciclos utilizados. Os autores concluíram que há grande variação nos protocolos utilizados complicando a comparação entre os estudos. Os estudos que testam o efeito da ciclagem térmica são muito contraditórios mas no geral, as fendas da restauração aumentam com a tensão térmica embora isso nunca tenha sido demonstrado que a termociclagem seja relevante para falhas clínicas. O protocolo padrão definido é: 35 °C (28 s), 15 °C (2 s), 35 °C (28 s), 45 °C (2 s). Não foi encontrado evidência de quantos ciclos acontecem *in vivo* e os autores sugerem investigação, mas estima-se que ocorram aproximadamente 10000 ciclos por ano. Só é válido realizar a termociclagem das interfaces quando os valores iniciais de adesão já são conhecidos. Um ponto negligenciado por muitos autores é que as ligações adesivas podem ser iniciadas ou facilitadas pela hidrólise do agente de união ao tecido dentário. Esse tipo de reação pode ser auxiliado pela tensão aplicada no material. Este mecanismo tem o potencial de levar a fadiga do material, mas o tempo que o material permanece a certa temperatura deve ser considerado. A

água destilada é considerada um meio inadequado para estes testes. Alguns autores propõem que o meio de imersão seja saliva artificial, ajustado ao pH 6.

Kitasako et al. (2000) avaliaram a influência da solução de armazenamento na durabilidade da adesão do cimento resinoso e a dentina bovina. Eles variaram o tipo de meio (água destilada ou solução salina) e a troca desse meio (troca diária ou sem troca) armazenado por um ano. Não houve diferença estatística entre as soluções de armazenamento para todos os cimentos, porém quando a solução foi trocada diariamente os valores de resistência foram significativamente menores quando comparados aos valores sem troca da solução. Portanto, os autores ponderam que a mudança da solução pode induzir a perda de cálcio da dentina, resultando em mais exposição do colágeno dentinário - que pode ter efeito importante na hidrólise das fibras colágenas não protegidas; e quando não troca a solução ocorre um equilíbrio da transferência de íon cálcio entre a dentina e a solução de armazenamento levando a estabilidade da solução e mantendo a resistência de união.

Kamel (2014) realizaram um estudo para avaliar o efeito do armazenamento em água no microcisalhamento de resina composta com diferentes sistemas adesivos. Foi utilizado sistema adesivo de 2 passos (Single Bond – 3M ESPE (SB) e Clearfil SE – Kuraray (CSE)) e 1 passo (Futura Bond – Voco (FB)). As amostras foram termo-mecanicamente envelhecidas (500 ciclos térmicos e 120.000 ciclos mecânicos) e posteriormente armazenadas em água por 24 h, 3 meses e 6 meses. Os autores concluíram que os adesivos de 2 passos/condicionamento total (SB) e 2 passos autocondicionante (CSE) tiveram maior tolerância ao armazenamento em água do o adesivo um passo autocondicionante (FB) onde houve menores valores de resistência após 3 e 6 meses de envelhecimento.

Morresi et al. (2014) também realizaram uma extensa revisão sobre termociclagem de materiais restauradores. Os objetivos da revisão foram avaliar se existia um protocolo de termociclagem padronizada. A maioria dos estudos utilizou seu próprio protocolo, sendo encontrado uma grande variação nos parâmetros nos ciclos térmicos. Foi encontrado uma certa consistência no parâmetro temperatura (5° C/ 55° C) e uma grande variabilidade do número de ciclos e tempo de banho, o que torna a comparação entre os estudos difícil.

Carrilho et al. (2005) avaliaram a durabilidade da adesão de resina composta a dentina humana com diversos tipos de adesivos onde as amostras foram testadas imediatamente e após serem armazenadas em água destilada ou óleo mineral por 6 meses ou um ano. Os autores explicam que o armazenamento em óleo mineral foi escolhido para prevenir o efeito da água e assim conservar a adesão entre a dentina e a resina. Todos os grupos apresentaram decréscimo na resistência de união após 6 meses armazenados em água e maior queda após um ano de armazenamento. Já as amostras armazenadas em óleo mineral, a resistência de união foi preservada ou aumentada.

Yap, Teoh (2003) avaliaram o ensaio de resistência à flexão de resinas compostas de acordo com a ISO 4049 (IFT) (25 x 2 x 2 mm) e o teste de mini-flexão (MFT) (12 x 2 x 2 mm). Foi encontrado uma correlação significativa, forte e positiva entre os testes de IFT e MFT ($r = 0,95$). Também foi encontrado uma correlação positiva para o módulo elástico porém mais fraca ($r = 0,53$). Como MFT tem a vantagem de facilidade de fabricação do espécime, economia de material e também é mais clinicamente realista devido as suas dimensões, os autores sugerem este teste para avaliar compósitos.

Muench et al. (2005) avaliaram a influência da dimensão dos corpos de prova (cp) (25 x 2 x 4; 25 x 2 x 2; 15 x 2 x 2; 10 x 2 x 2; 10 x 2 x 1 mm) e da superfície de irradiação na resistência à flexão de uma resina composta. Os autores concluíram que com o emprego de cp com dimensões menores são alcançados valores de resistência à flexão semelhantes aos obtidos com cp padronizados de acordo com a norma ISO 4049, com a vantagem de menor demanda de material e menor consumo de tempo (o menor comprimento dos cp requer apenas uma ativação por lado).

Calabrese et al. (2015) avaliaram o efeito de amostras de dimensões diferentes nas propriedades mecânicas de uma resina comercial utilizando a norma ISO 4049 (IFT) e o teste de mini flexão (MFT). Os autores ressaltaram que o tamanho da amostra para IFT não é realista clinicamente considerando o diâmetro e comprimento médio dos dentes. Ainda, que há necessidade de irradiação subsequentes e confecção de espécimes não homogêneos com a presença de muitos defeitos devido à técnica com muitos incrementos.

2.2 Degradação de polímeros e cerâmicas

Ferracane et al. (1998) realizaram um estudo *in vitro* avaliando o envelhecimento de resinas compostas imersas em água por 1 dia, 6 meses, 1 ano e 2 anos por meio de teste de fadiga, teste de flexão, módulo elástico e dureza. Os resultados mostraram uma modesta redução nas propriedades mecânicas das resinas compostas imersas em água. Concluíram que o envelhecimento em água a longo prazo causou redução nos valores de fadiga, mas teve pouco efeito sobre outras propriedades, sugerindo limitada degradação das resinas compostas em água.

Sobrinho et al. (1998) avaliaram a influência da fadiga na resistência a fratura de três sistemas de coroas totalmente cerâmicas em meio seco e úmido. Os autores concluíram que a resistência dos três sistemas diminuíram significativamente após a fadiga em ambiente seco ou úmido quando comparado com amostras que não sofreram fadiga. Não foi encontrada diferença entre realizar a fadiga em ambiente seco ou úmido.

Drummond et al. (2000) avaliaram a resistência à flexão sobre força estática e força cíclica e tenacidade à fratura de cerâmicas feldspáticas leucíticas, de baixa fusão e a base de dissilicato de lítio. As amostras foram testadas secas e com água destilada sem e com envelhecimento de 3 meses. O efeito do teste em água e do envelhecimento durante três meses causou redução moderada na resistência flexural média (6-17 %) e uma moderada a severa redução na tenacidade a fratura (5-39 %). A maior diminuição (15-60 %) na resistência flexural média foi observada quando as amostras foram testadas sob carga cíclica. A cerâmica de dissilicato de lítio apresentou maior resistência à flexão e tenacidade à fratura quando comparadas com as cerâmicas leucíticas prensadas e com a porcelana convencional de baixa fusão. Todas as cerâmicas leucíticas prensáveis apresentaram um aumento na resistência à flexão (17-19 %) e na tenacidade à fratura (3-64 %) em relação a porcelana feldspática convencional. Além disso, a influência das condições do teste (ambiente e carga) implicam que estes materiais cerâmicos podem ser susceptíveis à fadiga cíclica na cavidade oral, resultando

numa redução significativa no tempo de sobrevivência de todas as restaurações cerâmicas.

Kawano et al. (2001) estudaram a influência da termociclagem (TC) em água na resistência flexural de resinas compostas de laboratório e também realizou ensaio de microdureza. Como resultado, as resinas de laboratório *Artglass*, *Targis* e *Estenia* foram significativamente maiores que as resinas convencionais *Dentacolor* e *Cesead II* quanto à resistência a flexão. A termociclagem causou redução dos valores de resistência flexural mas não reduziu valores de microdureza na maioria dos materiais testados. Portanto, a TC afetou as propriedades das resinas de laboratório. No entanto, a mudança dessas propriedades foram menores quando comparadas a resina composta *Dentacolor*, sendo a mais afetada pela TC.

Scherrer et al. (2001) avaliaram o efeito da exposição a água na resistência à flexão e tenacidade à fratura da porcelana dental. Foi avaliada a cerâmica *Duceram LFC*. As amostras foram divididas entre grupo controle (ar), água por 24 h a 80 °C e água por oito semanas a 80 °C. Os resultados demonstraram um aumento na tenacidade à fratura após o envelhecimento; no entanto, a resistência a fratura medida pelo módulo de Weibull não houve diferença estatística após o armazenamento em água. Os autores concluíram que o aumento na tenacidade à fratura após o envelhecimento é uma característica interessante e favorável para um material restaurador que ficará exposto na cavidade oral. No entanto, em comparação com outras cerâmicas, a tenacidade da *Duceram LFC* continua com os valores próximos da cerâmica feldspática convencional.

Quinn et al. (2003) avaliaram a influencia da microestrutura e da composição química na tenacidade à fratura das cerâmicas dentais. O primeiro grupo composto de cerâmica vítrea micácea (*micaceous glass ceramic* – dicor), o segundo grupo era de cerâmicas feldspáticas e o terceiro grupo de cerâmicas cristalinas. Esse artigo demonstrou a correlação entre as características microestruturais e as propriedades mecânicas concluindo que a microestrutura do material é importante mas leva a um resultado limitado enquanto a composição química parece definir uma valores de propriedades mais variáveis. Os autores sugerem que os grandes aumentos de resistência a fratura são pouco prováveis que sejam somente pela mudança de microestrutura.

Lohbauer et al. (2003) avaliaram as propriedades mecânicas da resina composta por ensaio de flexão 4 pontos e limite de fadiga flexural. A significância do estudo foi que o comportamento em fadiga das resinas compostas não se relacionam com os valores iniciais de resistência. Materiais com altos valores de resistência inicial não necessariamente tem a maior resistência à fadiga. Os testes de fadiga devem ser visto como uma ferramenta útil para avaliar as propriedades mecânicas a longo prazo.

Pagani et al. (2003) avaliaram a tenacidade à fratura de diferentes sistemas cerâmicos sendo eles: Vitadur Alpha, IPS Empress 2 e In-Ceram Alumina por meio do teste de microdureza. A cerâmica In-Ceram Alumina apresentou maiores valores de tenacidade à fratura que diferiu estatisticamente do IPS Empress 2. Já a cerâmica Vitadur Alpha apresentou valores intermediários sem diferença estatística entre os grupos.

Ito et al. (2005) avaliaram o efeito da hidrofiliidade da resina na absorção de água e no módulo de elasticidade. A absorção de água pelos polímeros causa plastificação e diminui as propriedades mecânicas. Foram testadas cinco resinas experimentais e cinco comerciais. As amostras foram armazenadas em água e em óleo. Nenhuma das amostras armazenadas em óleo apresentaram diminuição significativa no módulo elástico. Todas as resinas armazenadas em água exibiram uma diminuição no módulo elástico que foi proporcional ao grau de absorção de água em função do tempo. As resinas comerciais absorveram entre 5 e 12 % de água que foi associada com 19-42 % de redução no módulo elástico durante 3 dias.

Malacarne et al. (2006) avaliaram a absorção de água e a solubilidade de adesivos dentais. A composição da resina e a hidrofiliidade (classificados pelos parâmetros de solubilidade de *Hoy*) influenciaram a solubilidade, absorção e difusão de água nos adesivos. Em geral, a extensão ou taxa de absorção de água aumenta com o aumento da hidrofília das misturas adesivas. Essa absorção de água pode afetar a estabilidade mecânica das resinas e favorecer a degradação rápida e catastrófica das ligações dentina-resina.

Medeiros et al. (2007) estudaram a resistência à tração diametral e a dureza Vickers de uma resina composta após armazenamento de 30 dias em diferentes soluções tais como: água, álcool, ácido acético, ácido propiônico, e seco (controle). Houve diferença estatisticamente significativa para o armazenamento sendo que, as

propriedades mecânicas do grupo controle foram estatisticamente superior a todos os outros grupos. O grupo álcool foi o menor valor, que foi semelhante ao ácido propiônico e ácido acético e foi diferente da água. Houve relação positiva entre os testes de resistência à tração diametral e dureza Vickers.

Pereira (2007) estudaram sobre o efeito da termociclagem na microdureza de resinas compostas de laboratório. Foram utilizadas três resinas (Resilab Master; Vita VMLC e Vita Zeta) submetidas ao teste de dureza Vickers antes e depois de 3000 e 12000 ciclos. Após a TC, Vita VMLC e Vita Zeta reduziram os valores de microdureza. Os autores concluíram que após a TC, as resinas compostas testadas são susceptíveis a diminuição dos valores de microdureza superficial.

Lauvahutanon et al. (2014) realizaram um estudo comparando as propriedades mecânicas de blocos de resina composta para CAD/CAM. Foram utilizadas quatro resinas compostas, uma cerâmica com polímero e uma cerâmica feldspática. As amostras foram submetidas ao teste de resistência a flexão, módulo flexural e dureza Vickers em três condições: seco, uma semana em água deionizada a 37 °C e uma semana em água deionizada a 37 °C somado a 10000 ciclos térmicos. Como resultado, obtiveram que houve degradação dos materiais após a imersão em água e TC, não havendo diferença entre a imersão em água com ou sem TC, com exceção de um grupo (GRA – bloco de resina composta), mas as suas propriedades ficaram dentro do aceitável para confecção de restaurações unitárias de acordo com a ISO 6872:2009.

Belli et al. (2014) avaliaram a resistência à flexão de cerâmicas (Triluxe Forte, E-max Zircad, E-max Cad, E-max Press e E-max Ceram), de resina composta para CAD/CAM (Lava Ultimate) e resina composta direta (Clearfil Majesty Posterior, Grandio SO, Tetric EvoCeram, Ceram X Duo). As amostras foram produzidas de acordo com a ISO 4049 e foram armazenadas em água destilada por 14 dias. Foi realizado teste de flexão de 4 pontos e o teste de fadiga. Foi calculado o módulo de Weibull e a resistência característica das amostras. Além da zircônia e da cerâmica a base de dissilicato de lítio, as resinas compostas mostrou melhor resistência flexural a fadiga depois de 10000 ciclos que a cerâmica vítrea e a cerâmica feldspática. Os autores concluíram que as restaurações de resina composta podem ser usadas como alternativa equivalente a restaurações parciais de cerâmica vítrea no que diz respeito ao desempenho mecânico.

Blumer et al. (2015) investigaram uma abordagem sistemática para envelhecer artificialmente os cimentos resinosos no intuito de contribuir para discussão em aberto no comitê internacional de padronização sobre como envelhecer artificialmente cimentos resinosos. Foi realizado um teste de tração indireta com o cimento Panavia F2.0 onde foi avaliado o efeito do armazenamento em água ou da termociclagem por 64 dias. Também foi avaliado a influência da temperatura da água após 16 dias e o efeito do armazenamento em água a 37 °C antes do envelhecimento. O armazenamento seco foi usado como controle. Como resultado foi encontrado que a ciclagem térmica afeta a resistência a tração em maior proporção, seguido pelo armazenamento em água a 55° C, enquanto o armazenamento em água a 37 °C teve pouca influência. A maior degradação ocorreu antes do dia 4 (aproximadamente 6000 ciclos). O armazenamento em água por 1 dia antes do envelhecimento atenuou o efeito do envelhecimento. Para o material investigado, os autores indicam o ciclo térmico de 4 dias como procedimento de envelhecimento mais eficiente. O armazenamento em água por 1 dia prévio ao procedimento é recomendado para permitir a polimerização completa. Os autores ainda concluíram que o armazenamento em água por 4 dias a 55 °C pode ser considerado como uma alternativa viável para os ciclos térmicos.

3 PROPOSIÇÃO

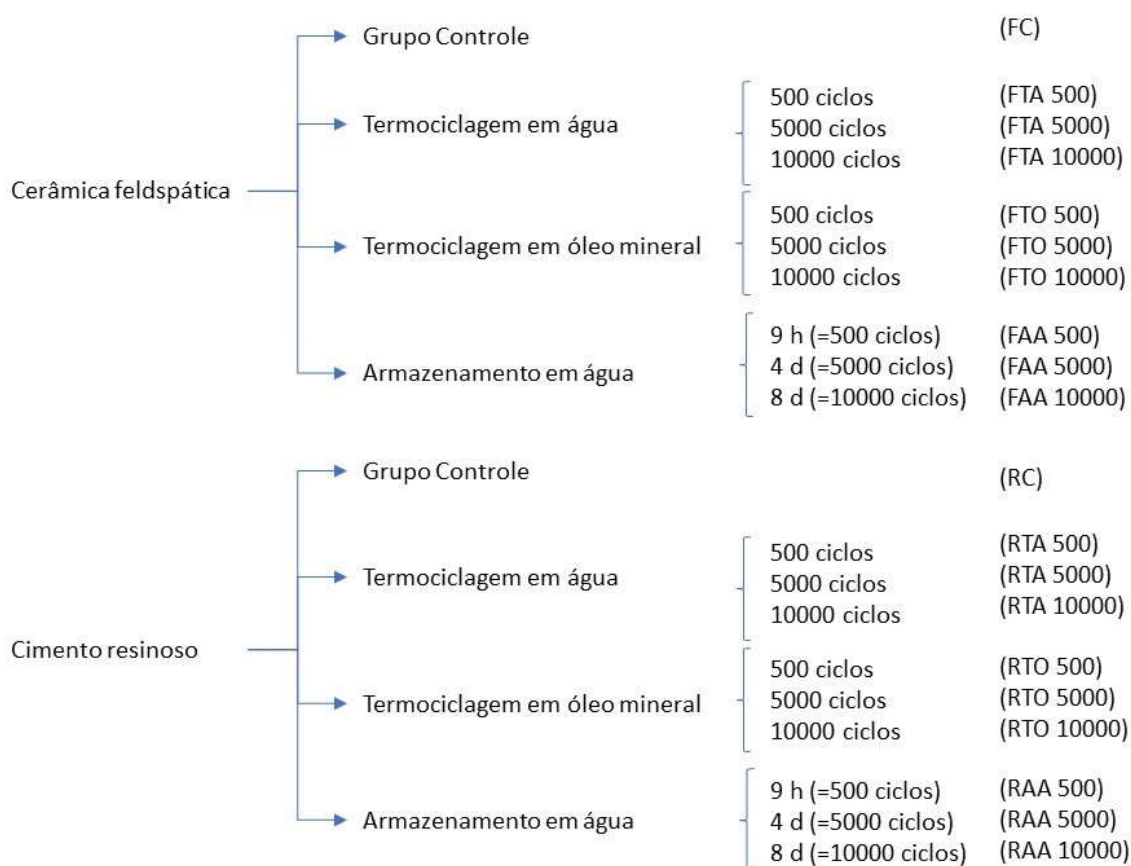
Este trabalho teve por objetivo avaliar a influência do gradiente de temperatura (variação) na degradação de um material cerâmico feldspático e um cimento resinoso autoadesivo através da comparação entre os métodos de envelhecimento por armazenamento em água destilada, termociclagem em água e termociclagem em óleo mineral por meio de um ensaio de flexão de 3 pontos e mini-flexão e avaliação da microdureza após os envelhecimentos propostos.

4 MATERIAL E MÉTODOS

4.1 Delineamento experimental do estudo

Foram utilizados nesse estudo uma cerâmica feldspática pré fabricada (bloco de CAD-CAM) e um cimento resinoso autoadesivo. Cada material foi envelhecido de três formas: termociclagem em água, termociclagem em óleo mineral e armazenamento em água por 500 ciclos (norma ISO), 5000 ciclos e 10000 ciclos cada, além do grupo controle para cada material (sem envelhecimento), conforme diagrama a seguir (Figura 1).

Figura 1 – Descrição da divisão dos grupos conforme tipo de material, tipo de envelhecimento e tempo de ciclagem



Fonte: Elaborada pelo autor.

4.2 Materiais utilizados

Os materiais utilizados estão apresentados no quadro 1.

Quadro 1 – Materiais utilizados, fabricantes, composição e indicação

Material	Nome comercial	Fabricante	Composição	Indicação/ características
Cerâmica feldspática	Triluxe Forte	Vita, Bad Sackingen, Alemanha	70 % fase vítrea 30 % fase cristalina (sienito nefelínico)	Coroas anteriores totais e parciais totalmente cerâmicas
Cimento autoadesivo	Bifix SE	Voco, Alemanha	Glicerínadimetacrilato, Monômero adesivo ácido, <i>BIS-GMA</i> , Hidroxipropilmetacrilato, Peróxido benzoílico	Cimentação de peças parciais totalmente cerâmicas, coroas metálicas, metalocerâmicas, pinos e coroas em zircônia
Óleo mineral	Óleo mineral para bomba de vácuo	Total Lubrificantes do Brasil	Base lubrificante mineral e aditivos	
Água destilada	Água destilada	Asfer	Água destilada isenta de sais solúveis	

Fonte: Elaborado pelo autor.

4.3 Preparo dos corpos de prova

4.3.1 Preparo das barras cerâmicas

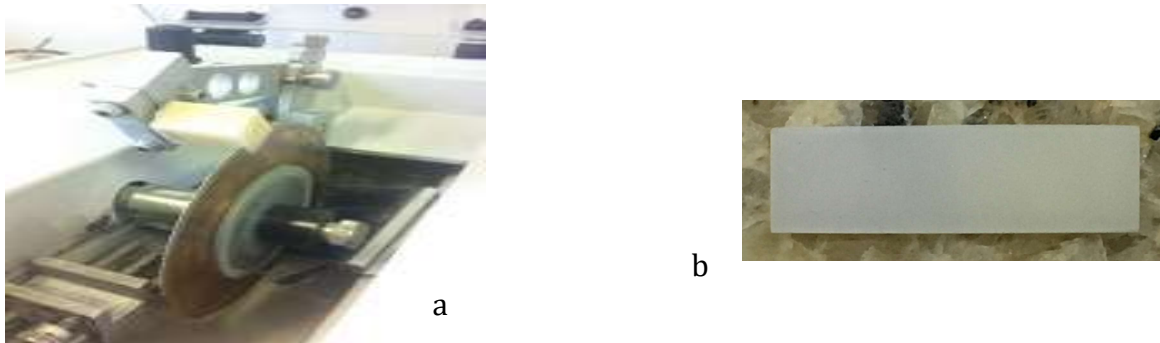
Foram utilizados 15 blocos de cerâmica feldspática para CAD-CAM, VitaBlocs Trilux Forte, TF40/19, com medidas 15,5 mm x 19 mm x 39 mm, (Vita Zahnfabrik) que foram seccionados em fatias de cortes seriados com disco diamantado. Estes cortes foram realizados com auxílio de máquina de corte (Isomet 1000, Buehler Ltda, IL, EUA) (Figura 2a) até 2 mm aquém do *stub* de metal, ao qual os blocos estavam fixados. Um segundo corte foi realizado de forma perpendicular ao das fatias, afim de se obter barras (Figura 3a). Depois de cortadas, as barras foram polidas empregando lixas d'água de granulação 180, 400 e 600 (EcoMet® 250 Grinder Polisher, Buehler, Lake Buff, EUA) (Figura 2b), até a dimensão final de 14 mm x 4 mm x 1,2 mm para realização do teste de flexão de 3 pontos (Figura 3b). As amostras foram lixadas na borda para realização do chanfro conforme Figura 4. Foram obtidas 100 barras cerâmicas divididas aleatoriamente em 10 grupos ($n = 10$).

Figura 2 - Máquinas utilizadas no preparo das amostras



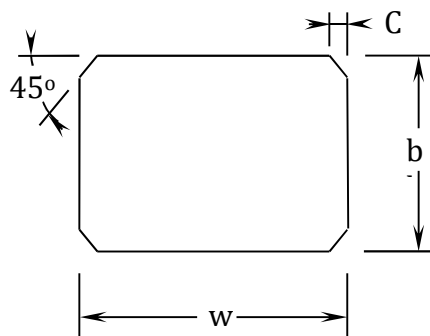
Legenda: a) Cortadora de precisão Isomet; b) Politriz.
Fonte: Elaborada pelo autor.

Figura 3 – Corte dos blocos de CAD-CAM cerâmica feldspática



Legenda: a) amostra cortada na cortadora de precisão Isomet; b) amostra finalizada.
Fonte: Elaborada pelo autor.

Figura 4 – Esquema de confecção da amostra de cerâmica feldspática. Secção transversal da amostra



Legenda: c = chanfro (0,09 a 0,15 mm); b = espessura da amostra (1,2 mm $\pm$ 0,2 mm); w = largura (4,0 mm $\pm$ 0,2 mm).
Fonte: Norma ISO 6872 (2009).

4.3.2 Preparo das barras de cimento resinoso

Para o cimento resinoso, inicialmente, foi confeccionado um dispositivo com base metálica e duas partes bipartidas em teflon (Figura 5a) com dimensões de 12,2 mm x 2,2 mm x 2,2 mm para confeccionar as amostras para o ensaio de mini-flexão (Yap, Teoh, 2003; Muench et al., 2005; Calabrese et al., 2015). O cimento resinoso foi manipulado com o auxílio de uma ponta misturadora de automistura e inserido no dispositivo metálico e fotopolimerizado (Radii Cal, SDI, Austrália) por 20 s em dois

pontos, na face superior. A amostra foi removida do dispositivo e fotopolimerizado mais 20 s cada face.

Todas as amostras sofreram um acabamento, com umedecimento constante com água, empregando lixas d'água de granulação 400 e 600 (EcoMet® 250 Grinder Polisher, Buehler, Lake Buff, EUA), para padronizar a superfície e possibilitar a obtenção das dimensões padrões (12 mm x 2 mm x 2 mm) (Figura 5b).

Todas as amostras sofreram verificação radiográfica a fim de observar possíveis defeitos no interior do corpo (bolhas, por exemplo).

Todas as amostras, inclusive o grupo controle, foram confeccionadas e armazenadas em estufa bacteriológica a 37°C por 24 h antes do início do envelhecimento proposto para cada grupo. Foram obtidas 100 barras de cimento resinoso divididos aleatoriamente em 10 grupos ($n = 10$).

Figura 5 – Matriz para confecção das amostras de cimento resinoso e amostra de cimento resinoso finalizada



Fonte: Elaborada pelo autor.

4.4 Envelhecimento da amostra

4.4.1 Termociclagem em água

A amostras foram cicladas em uma cicladora térmica (Nova Ética, São Paulo, Brasil) com água por 500 ciclos, 5000 ciclos e 10000 ciclos, em dois banhos com temperaturas de 5 °C e 55 °C, com 30 s de tempo de banho em cada temperatura e 3 s de tempo de transferência entre os banhos (Figura 6a).

4.4.2 Armazenamento em água destilada

As amostras foram armazenadas em estufa bacteriológica com água destilada a 37 °C por 9 h (tempo aproximado de ciclagem de 500 ciclos), 4 dias (tempo aproximado de ciclagem de 5000 ciclos) e 8 dias (tempo aproximado de ciclagem de 10000 ciclos) (Figura 6b).

Figura 6 – Envelhecimento da amostra: termociclagem e armazenamento em água



Legenda: a) Termocicladora de 2 banhos - água; b) Estufa bacteriológica
Fonte: Elaborada pelo autor.

4.4.3 Termociclagem em óleo mineral

As amostras foram cicladas em óleo mineral por 500 ciclos, 5000 ciclos e 10000 ciclos, em dois banhos com temperaturas de 5 °C e 55 °C, com 30 s de tempo de banho em cada temperatura e 5 s de tempo de transferência entre os banhos. Foi fabricada uma máquina específica para esta ciclagem com dois banhos, onde será colocado óleo mineral a temperaturas de 5 °C e 55 °C. (Figura 7) (Solicitação de Patenteamento pela AUIN – Agência de Inovação da UNESP).

Figura 7 – Envelhecimento da amostra: termociclagem em óleo mineral



Fonte: Elaborada pelo autor.

4.5 Ensaio de resistência à flexão

4.5.1 Flexão de 3 pontos – amostras de cerâmica

Para as amostras de cerâmica a resistência à flexão foi determinada utilizando o teste de flexão de 3 pontos em máquina de ensaio universal (EMIC DL 1000 (São José dos Pinhais, Paraná, Brasil) de acordo com a norma ISO 6872:2009 (Figura 8). As dimensões de cada amostra foram medidas com auxílio de um paquímetro digital (Mitutoyo, São Paulo, Brasil) com precisão de centésimos de milímetros. Cada barra foi posicionada em um dispositivo metálico confeccionado para este teste. Os suportes da base tinham uma distância de 12 mm de centro a centro, sendo $L/2$, a distância entre os suportes superiores, ou seja, 6 mm. O diâmetro dos mesmos tinham 5 mm, com rugosidade de até 0,5 micrometros (Ra) e dureza maior do que 40 HRC (Escala de Dureza Rockwell); com velocidade de 0,5 mm/min e célula de carga de 50 kgf até a fratura das amostras. A tensão (T) foi calculada por meio da equação:

$$T = \frac{3Pl}{(2bh^2)}$$

Onde:

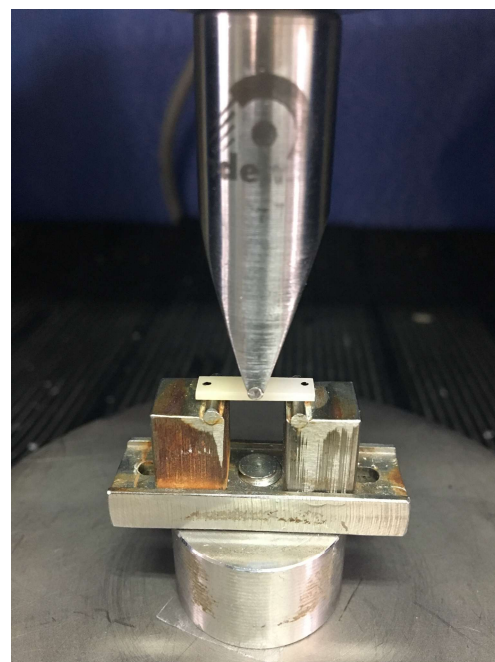
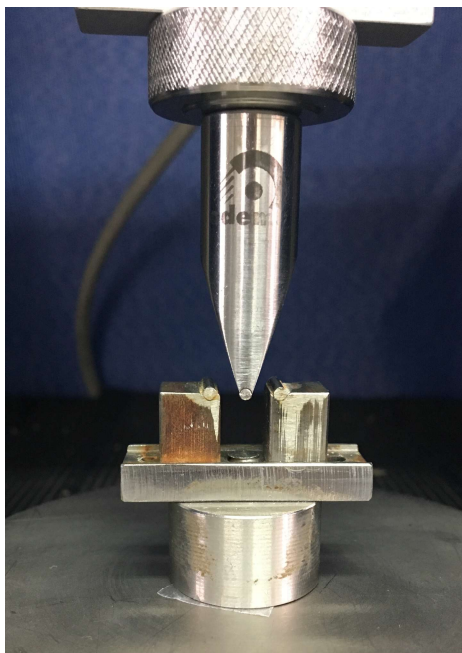
P = força máxima exercida;

l = distância entre os apoios;

b = largura da amostra e

h = espessura da amostra.

Figura 8 – Flexão de 3 pontos para amostras de cerâmica



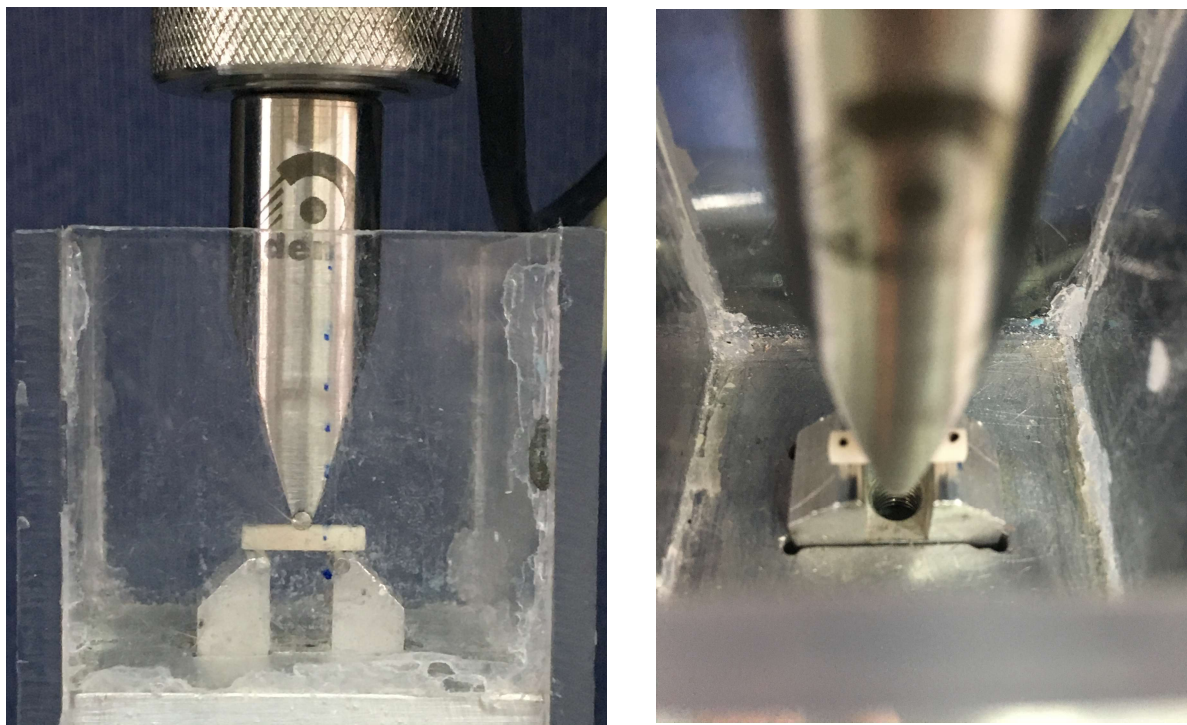
Fonte: Elaborada pelo autor.

4.5.2 Mini-Flexão de 3 pontos – amostras de cimento resinoso

As amostras de cimento resinoso foram submetidas ao ensaio de mini-flexão (Yap, Teoh, 2003; Muench et al., 2005; Calabrese et al., 2015). As dimensões de cada amostra foram medidas com auxílio de um paquímetro digital (Mitutoyo, São Paulo, Brasil). Inicialmente, uma fita adesiva foi colada na superfície da barra que receberá a carga, para impedir a perda da amostra fraturada após a falha catastrófica. O dispositivo para teste foi adaptado em máquina para ensaio universal EMIC DL 1000 (São José dos Pinhais, Paraná, Brasil) segundo as recomendações

das normas ISO 4049:2009, com velocidade de 0,5 mm/min e célula de carga de 50 kgf até a fratura das amostras (Figura 9). A distância entre os suportes foi de 7 mm e a tensão foi calculada utilizando a mesma fórmula da flexão de 3 pontos, observando a distância diferente entre os suportes.

Figura 9 – Mini flexão 3 pontos para amostras de cimento resinoso



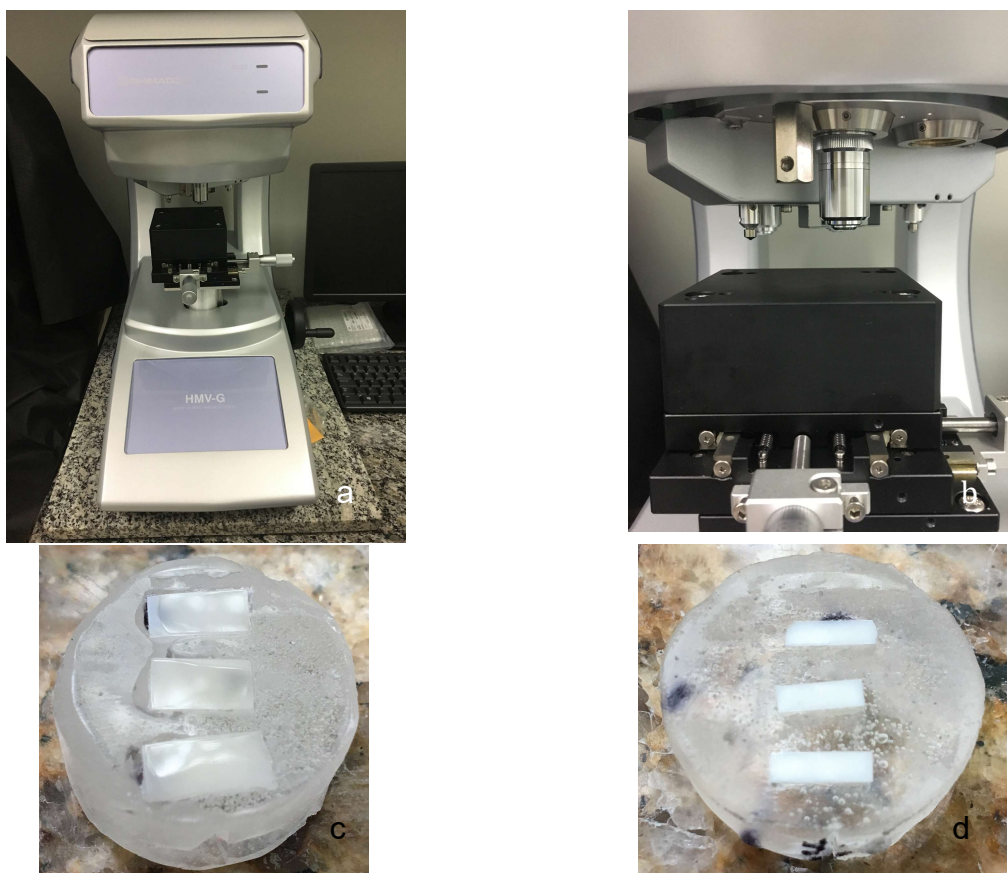
Fonte: Elaborada pelo autor.

4.6 Ensaios de Microdureza Knoop e Vickers

Para a avaliação da microdureza 3 amostras aleatórias de cada grupo foram incluídas em resina acrílica autopolimerizável e lixadas em politriz empregando lixas d'água de granulação 1200, 2500 e 4000 (EcoMet® 250 Grinder Polisher, Buehler, Lake Buff, EUA) (Figura 10). As amostras foram levadas ao microdurômetro FM-700 (Future Tech Corp. Tokyo Japão), equipado com diamante Vickers onde foi aplicada carga de 100g por 15 s em 3 regiões diferentes para cerâmica feldspática e

diamante Knoop onde foi aplicada carga de 100g por 10 s em 3 regiões diferentes para cimento resinoso de cada corpo de prova, totalizando 9 leituras de cada grupo, com o objetivo de compensar a variabilidade das medidas. As impressões foram realizadas de maneira que a distância entre os centros das impressões foi de quatro vezes a diagonal da impressão. A média desses valores foi utilizada para a análise estatística. O diamante Vickers possui uma forma piramidal com base quadrada com quatro faces, produzindo impressões ou indentações com o formato quadrado. Forma-se um ângulo de 136° entre as faces opostas da ponta do diamante. O diamante Knoop possui uma forma de pirâmide alongada onde a profundidade de impressão é menor que a metade correspondente no ensaio Vickers. (Figura 11).

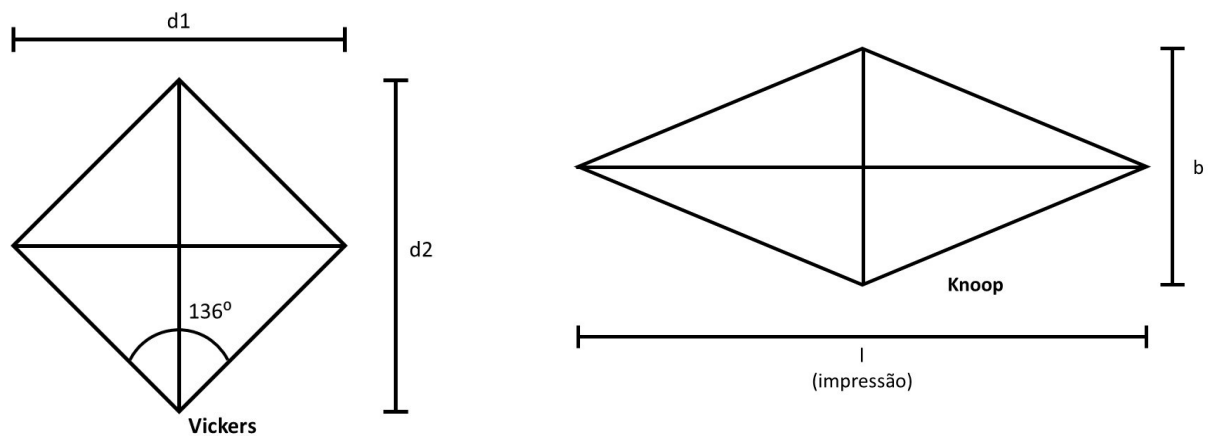
Figura 10 – Análise de Microdureza



Legenda: a) Microdurômetro HMV-G (Shimadzu); b) vista aproximada das lentes e pontas de microdureza; c) amostras de cerâmicas preparadas para o teste de microdureza; d) amostras de cimento resinoso preparadas para o teste de dureza.

Fonte: Elaborada pelo autor.

Figura 11 – Representação da indentação da microdureza Vickers e Knoop



Fonte: Elaborada pelo autor.

A dureza Vickers é calculada pela média da leitura das duas diagonais formadas (mm) conforme a equação, baseado na norma ASTM C 1327-03:

$$HV = 1,854 \frac{F}{d^2}$$

onde:

F= é a carga em kgf,

d = é a média aritmética entre as duas diagonais, d₁ e d₂ em mm,

HV = é a dureza Vickers.

A dureza Knoop é calculada pela leitura da maior diagonal formada (mm) conforme a equação, baseado na norma ASTM C 1327-03:

$$HK = 14,2 \frac{F}{d^2}$$

onde:

F= é a carga em kgf,

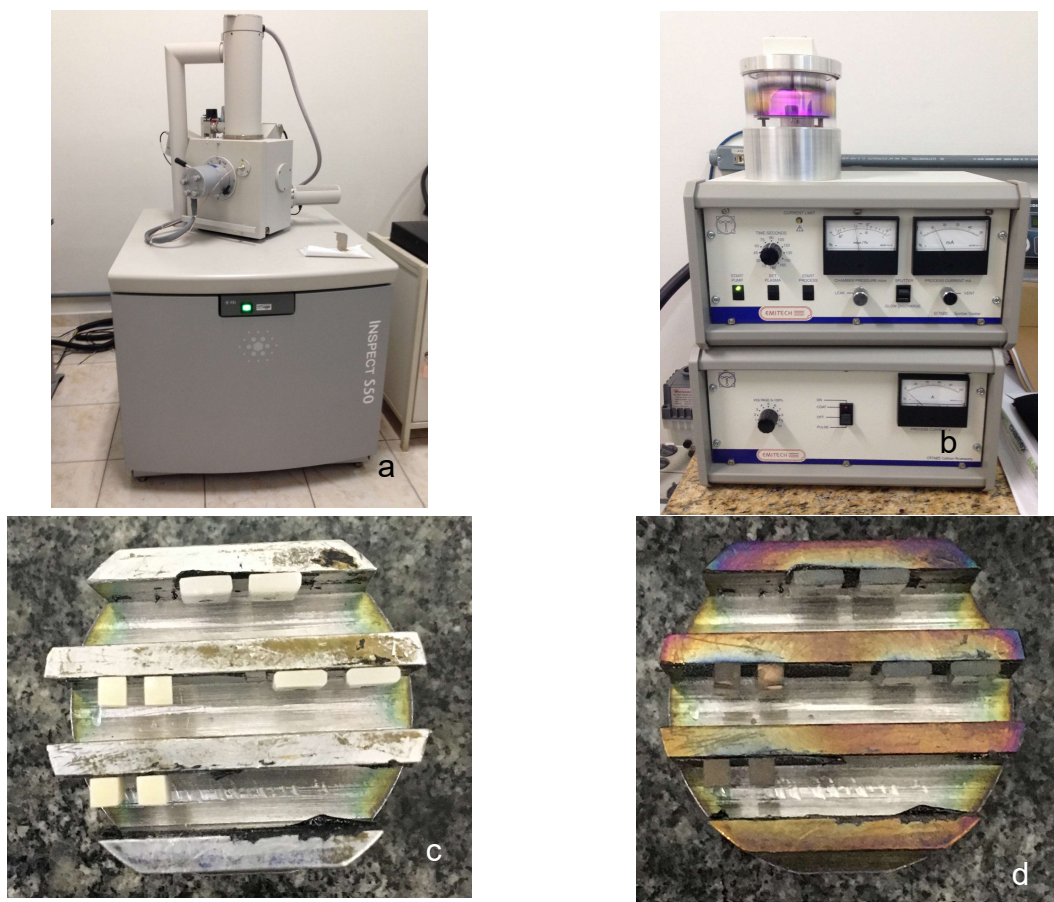
d = é a maior diagonal, em mm,

HK = é a dureza Knoop.

4.7 Análise fractográfica

Duas amostras de cada material, após o ensaio de resistência à flexão foram analisadas em microscópio eletrônico de varredura (FEI-Philips, Eindhoven, Holanda) (Figura 12a) a fim de identificar a origem da fratura e caracterizar as falhas ocorridas. As barras foram limpas com jato de ar e então posicionados em um porta amostra próprio para visualização em MEV. As amostras foram posicionados em uma plataforma de alumínio e recobertos com uma fina camada condutora de ouro (50 a 100 Ångstrom) depositado via vaporização ou *sputtering* iônico na máquina de metalização (SC7620 Sputter Coater, Emitech, West Sussex, Reino Unido) (Figura 12b), possibilitando a análise topográfica da área estudada. Então foram analisadas em baixo vácuo.

Figura 12 – Análise em Microscópio Eletrônico de Varredura



Legenda: a) Microscópio eletrônico de varredura; b) Metalizadora de amostras; c) amostras posicionadas stub de metal antes da metalização; d) amostras metalizadas.

Fonte: Elaborada pelo autor.

4.8 Planejamento estatístico

Para os dados de resistência à flexão, a estatística descritiva consistiu no cálculo de médias e desvios padrão, coeficiente de variação, mínimo e máximo. A estatística inferencial consistiu no teste de análise de variância (ANOVA) dois fatores para cada material (tipo de envelhecimento e tempo - número de ciclos) e o teste de Tukey ($\alpha = 0,05$). O grupo controle foi analisado por meio de um teste de análise de variância um fator e posterior teste de Tukey ($\alpha = 0,05$).

Os dados obtidos foram submetidos à análise estatística por meio dos programas computacionais: MINITAB (Minitab, version 17.1, 2014) e STATISTIX

(Analytical Software Inc., version 8.0, 2003).

Esse estudo seguiu o esquema fatorial tipo 3 x 3, a variável de resposta foi o valor de MPa (MegaPascal) obtido no teste de flexão de 3 pontos.

Para os resultados do teste de dureza foram calculados as médias e desvio padrão de cada grupo. Os dados foram submetidos a análise de variância (ANOVA) dois fatores para cada material (tipo de envelhecimento e tempo - número de ciclos) e o teste de Tukey ($\alpha = 0,05$). O grupo controle foi analisado por meio de um teste de análise de variância um fator e posterior teste de Tukey ($\alpha = 0,05$).

5 RESULTADOS

5.1 Resistência à flexão 3 pontos para cerâmica feldspática

Os dados de estatística descritiva de resistência à flexão 3 pontos (MPa) para cerâmica feldspática estão apresentados na tabela 1.

Tabela 1 – Média, desvio padrão e coeficiente de variação para cerâmica feldspática

	Média (MPa)	Desvio Padrão (MPa)	Coeficiente de Variação ()
Controle	130,63	8,38	6 %
FAA 9 H (500)	129,60	16,52	12 %
FAA 4 DIAS (5000)	137,5	6,34	4 %
FAA 8 DIAS (10000)	134,45	5,45	4 %
FTA 500	133,48	14,31	11 %
FTA 5000	132,28	14,44	11 %
FTA 10000	117,65	15,82	13 %
FTO 500	119,83	16,37	14 %
FTO 5000	121,8	11,96	10 %
FTO 10000	133,69	5,21	4 %

Fonte: Elaborada pelo autor.

Os dados de cerâmica feldspática foram submetidos a análise de variância de 2 fatores (Tabela 2) e observou-se significância para o fator tipo de envelhecimento e na interação entre os fatores ($p < 0,05$).

Tabela 2 – Análise de Variância 2 fatores para valores de resistência à flexão (MPa) para cerâmica feldspática (5 %)

Fator	GL	SQ	QM	F	p
Tipo de Envelhecimento	2	1199,9	600	3,74	0,028*
Tempo	2	130,9	65,4	0,41	0,667
Tipo de Envelhecimento x Tempo	4	2865,9	716,50	4,46	0,003*
Erro	81	13004,2	160,5		
Total	89				

Legenda: GL = Grau de liberdade; SQ = soma dos quadrados; QM = quadrado médio

Fonte: Elaborada pelo autor.

Na tabela 3, observa-se os grupos homogêneos para o teste de Tukey (5 %).

Tabela 3 – Resultados do teste de Tukey para valores de resistência à flexão (MPa) para material Triluxe (cerâmica feldspática) (5 %)

	Armazenamento em água		Termociclagem em água		Termociclagem em óleo mineral	
500	129,60	A,a	133,50	A,a	119,80	A,a
	(± 16,52)		(± 14,31)		(± 16,37)	
5000	137,5	A,a	132,30	A,a	121,80	A,a
	(± 6,34)		(± 14,44)		(± 11,96)	
10000	134,5	A,a	117,70	A,a	133,70	A,a
	(± 5,45)		(± 15,82)		(± 5,21)	

Legenda: Letras maiúsculas distintas na linha e minúsculas nas colunas representam médias distintas entre si de acordo com o teste de Tukey ($p < 0,05$).

Fonte: Elaborada pelo autor.

Para avaliar o grupo controle foi aplicado o teste de Tukey (5 %) incluindo o grupo controle e todos os grupos sendo o fator considerado apenas envelhecimento

(foram considerados os tipos de envelhecimento combinados com cada tempo como um fator) (Tabela 4).

Tabela 4– Resultados do teste de Tukey para valores de resistência à flexão (MPa) incluindo o grupo CONTROLE para material Triluxe (cerâmica feldspática) (5 %)

GRUPOS	n	Média ($\pm$ Desvio Padrão)	Grupos Homogêneos	
FAA 4D (5000)	10	137,50 ($\pm$ 6,34)	A	
FAA 8D (10000)	10	134,45 ($\pm$ 5,45)	A	B
FTO 10000	10	133,69 ($\pm$ 5,21)	A	B
FTA 500	10	133,48 ($\pm$ 14,31)	A	B
FTA 5000	10	132,28 ($\pm$ 14,44)	A	B
CONTROLE	10	130,63 ($\pm$ 8,38)	A	B
FAA 9H (500)	10	129,57 ($\pm$ 16,52)	A	B
FTO 5000	10	121,80 ($\pm$ 11,96)	A	B
FTO 500	10	119,83 ($\pm$ 16,37)	A	B
FTA 10000	10	117,65 ($\pm$ 15,82)		B

Legenda: AA = armazenamento em água destilada, TA = termociclagem em água, TO = termociclagem em óleo mineral.

Fonte: Elaborada pelo autor.

5.2 Resistência à mini - flexão 3 pontos para cimento resinoso

Os dados de estatística descritiva de resistência à mini-flexão 3 pontos (MPa) estão apresentados na tabela 5.

Tabela 5 – Média, desvio padrão e coeficiente de variação para o cimento resinoso

	Média (MPa)	Desvio Padrão (MPa)	Coeficiente de Variação (%)
Controle	148,26	12,16	8 %
RAA 9 H (500)	154,73	31,93	20 %
RAA 4 DIAS (5000)	157,55	16,90	11 %
RAA 8 DIAS (10000)	120,32	14,44	12 %
RTA 500	118,30	20,33	17 %
RTA 5000	126,59	19,55	15 %
RTA 10000	89,51	11,56	13 %
RTO 500	140,59	18,5	13 %
RTO 5000	114,26	10,1	9 %
RTO 10000	88,75	14,36	16 %

Fonte: Elaborada pelo autor.

Os dados de cimento resinoso foram submetidos a análise de variância de 2 fatores (Tabela 6) e observou-se significância para o fator tipo de envelhecimento e tempo e para interação entre os fatores ($p < 0,05$).

Tabela 6 – Análise de Variância 2 fatores para valores de resistência à flexão (MPa) para cimento resinoso (5 %)

Fator	GL	SQ	QM	F	p
Tipo de Envelhecimento	2	19396,7	9698,3	28,19	0,001*
Tempo	2	25597,2	12798,6	37,20	0,001*
Tipo de Envelhecimento x Tempo	4	3610,9	902,7	2,62	0,041*
Erro	81	27866,2	344,0		
Total	89				

Legenda: GL = Grau de liberdade; SQ = soma dos quadrados; QM = quadrado médio.
Fonte: Elaborada pelo autor.

Na tabela 7, observa-se os grupos homogêneos para o teste de Tukey (5%).

Tabela 7 – Resultados do teste de Tukey para valores de resistência à flexão (MPa) para material Bifix (cimento resinoso) (5 %)

	Armazenamento em água		Termociclagem em água		Termociclagem em óleo mineral
500	154,73 A,a (± 31,93)		118,30 B,a (± 20,33)		140,59 AB,a (± 18,5)
5000	157,55 A,a (± 16,90)		126,59 B,a (± 19,55)		114,26 B,a (± 10,1)
10000	120,32 A,b (± 14,44)		89,51 B,b (± 11,56)		88,75 B,b (± 14,36)

Legenda: Letras maiúsculas distintas na linha e minúsculas nas colunas representam médias distintas entre si de acordo com o teste de Tukey ($p < 0,05$).
Fonte: Elaborada pelo autor.

Para avaliar o grupo controle foi aplicado o teste de Tukey (5 %) incluindo o grupo controle e todos os grupos sendo o fator considerado apenas envelhecimento

(foram considerados os tipos de envelhecimento combinados com cada tempo como um fator) (Tabela 8).

Tabela 8 – Resultados do teste de Tukey para valores de resistência à flexão (MPa) incluindo o grupo CONTROLE para material Bifix (cimento resinoso) (5 %)

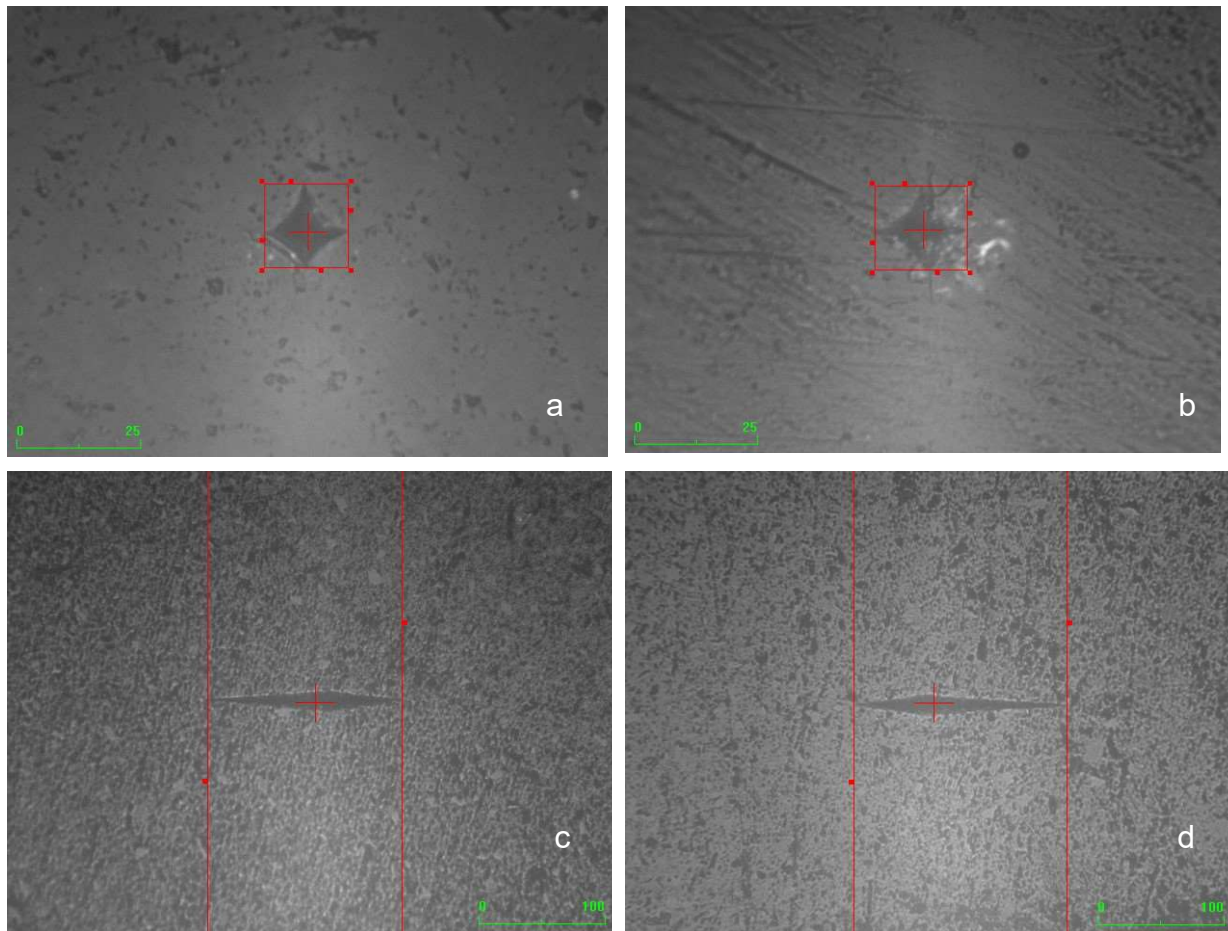
Grupos	n	Média (±Desvio Padrão)	Grupos Homogêneos
RAA 5000	10	157,55 (± 16,90)	A
RAA 500	10	154,73 (± 31,93)	A
CONTROLE	10	148,26 (± 12,16)	A B
RTO 500	10	140,59 (± 18,50)	A B C
RTA 5000	10	126,59 (± 19,55)	B C D
RAA 10000	10	120,32 (± 14,44)	C D
RTA 500	10	118,30 (± 20,33)	C D
RTO 5000	10	114,26 (± 10,10)	D E
RTA 10000	10	89,51 (± 11,56)	E
RTO 10000	10	88,75 (± 14,36)	E

Legenda: AA = armazenamento em água destilada, TA = termociclagem em água.; TO = termociclagem em óleo mineral.
Fonte: Elaborada pelo autor.

5.3 – Resultados da Microdureza

Os valores de dureza Vickers e Knoop foram obtidos e submetidos à estatística. A figura 13 ilustra as impressões obtidas na dureza para a cerâmica e o cimento resinoso.

Figura 13 – Impressões obtidas no ensaio de microdureza



Legenda: a e b) amostras de cerâmica indentadas pela dureza Vickers; c e d) Amostras de cimento resinoso indentadas pela dureza Knoop.
Fonte: Elaborada pelo autor.

Foi calculado a média da dureza e os dados foram submetidos a análise de variância 2 fatores para cerâmica feldspática e observou significância para o fator tempo e para interação do fator tempo x tipo de envelhecimento (5 %) (Tabela 9).

Tabela 9 – Análise de Variância 2 fatores para Dureza – Cerâmica Feldspática (5 %)

Fator	GL	SQ	QM	F	p
Tipo de Envelhecimento	2	4870	2435	0,82	0,444
Tempo	2	31329	15665	5,29	0,007*
Tipo de Envelhecimento x Tempo	4	79357	19839	6,69	0,000*
Erro	72	213375	2964		
Total	80				

Legenda: GL = Grau de liberdade; SQ = soma dos quadrados; QM = quadrado médio.

Fonte: Elaborada pelo autor.

Na tabela 10, observa-se os grupos homogêneos para o teste de Tukey (5 %).

Tabela 10 – Resultados do teste de Tukey para valores de microdureza para material Triluxe (cerâmica feldspática) (5 %)

	Armazenamento em água		Termociclagem em água		Termociclagem em óleo mineral	
500	559,0 ($\pm 86,3$)	A,a	545,4 ($\pm 41,1$)	A,a	652,7 ($\pm 64,90$)	B,a
5000	616,90 ($\pm 39,80$)	A,a	596,1 ($\pm 49,7$)	A,a	589,7 ($\pm 62,0$)	A,ab
10000	540,7 ($\pm 31,7$)	A,a	590,9 ($\pm 52,10$)	A,a	529,6 ($\pm 41,3$)	A,b

Legenda: Letras maiúsculas distintas na linha e minúsculas nas colunas representam médias distintas entre si de acordo com o teste de Tukey ($p < 0,05$).

Fonte: Elaborada pelo autor.

Os dados foram submetidos a análise de variância 1 fator, incluindo o grupo controle (Tabela 11) para cerâmica feldspática.

Tabela 11 – Análise de Variância 1 fator para Dureza – Cerâmica Feldspática (5 %)

Fator	GL	GL	QM	f	p
GRUPO	9	121613	13513	4,63	0,000*
Erro	80	233495	2919		
Total	89	355108			

Legenda: GL = Grau de liberdade; SQ = soma dos quadrados; QM = quadrado médio

Fonte: Elaborada pelo autor.

Na tabela 12 observam-se os grupos homogêneos para o teste de Tukey (5 %).

Tabela 12 – Resultado do Teste de Tukey para Dureza – Cerâmica feldspática (5 %)

	n	Média (±Desvio Padrão)	Grupos Homogêneos		
FTO 500	9	652,7 (± 64,9)	A		
FAA 4D (5000)	9	616,9 (± 39,8)	A	B	
FC	9	607,4 (± 50,2)	A	B	C
FTA 5000	9	596,1 (± 49,7)	A	B	C
FTA 10000	9	590,9 (± 52,1)	A	B	C
FTO 5000	9	589,7 (± 62,0)	A	B	C
FAA 9H (500)	9	559,0 (± 86,3)		B	C
FTA 500	9	559,0 (± 41,3)		B	C
FAA 8D (10000)	9	540,7 (± 31,7)		B	C
FTO 10000	9	529,6 (± 41,3)			C

Fonte: Elaborada pelo autor.

Os dados foram submetidos a análise de variância 2 fatores para o cimento resinoso e observou significância para o tipo de envelhecimento e para a interação tipo de envelhecimento x tempo (5 %) (Tabela 13).

Tabela 13 – Análise de Variância 2 fatores para Dureza – Cimento Resinoso (5 %)

Fator	GL	SQ	QM	F	p
Tipo de Envelhecimento	2	1031,47	515,73	26,03	0,000*
Tempo	2	10,54	5,27	0,27	0,767
Tipo de Envelhecimento x Tempo	4	2168,19	542,05	27,36	0,000*
Erro	72	1426,54	19,81		
Total	80				

Legenda: GL = Grau de liberdade; SQ = soma dos quadrados; QM = quadrado médio.

Fonte: Elaborada pelo autor.

Na tabela 14, observa-se os grupos homogêneos para o teste de Tukey (5 %).

Tabela 14 – Resultados do teste de Tukey para valores de microdureza para cimento resinoso (5 %)

	Armazenamento em água		Termociclagem em água		Termociclagem em óleo mineral	
500	57,48 (± 3,28)	A,a	63,19 (± 6,79)	AB,a	66,36 (± 4,98)	B,a
5000	70,96 (± 4,04)	A,b	60,48 (± 3,29)	B,a	53,21 (± 1,81)	C,b
10000	68,28 (± 4,96)	A,b	65,17 (± 5,27)	A,a	51,62 (± 3,72)	B,b

Legenda: Letras distintas maiúsculas na linha e minúsculas nas colunas representam médias distintas entre si de acordo com o teste de Tukey ($p < 0,05$).

Fonte: Elaborada pelo autor.

Os dados foram submetidos a análise de variância 1 fator, incluindo o grupo controle (Tabela 15) para cimento resinoso.

Tabela 15 – Análise de Variância 1 fator para Dureza – cimento resinoso (5 %)

Fator	GL	SQ	QM	F	p
GRUPO	9	3215	357,20	17,58	0,000*
Erro	80	1626	20,32		
Total	89	4840			

Legenda: GL = Grau de liberdade; SQ = soma dos quadrados; QM = quadrado médio

Fonte: Elaborada pelo autor.

Na tabela 16 observam-se os grupos homogêneos para o teste de Tukey (5 %).

Tabela 16 – Resultado para o teste de Tukey para Dureza – cimento resinoso (5 %)

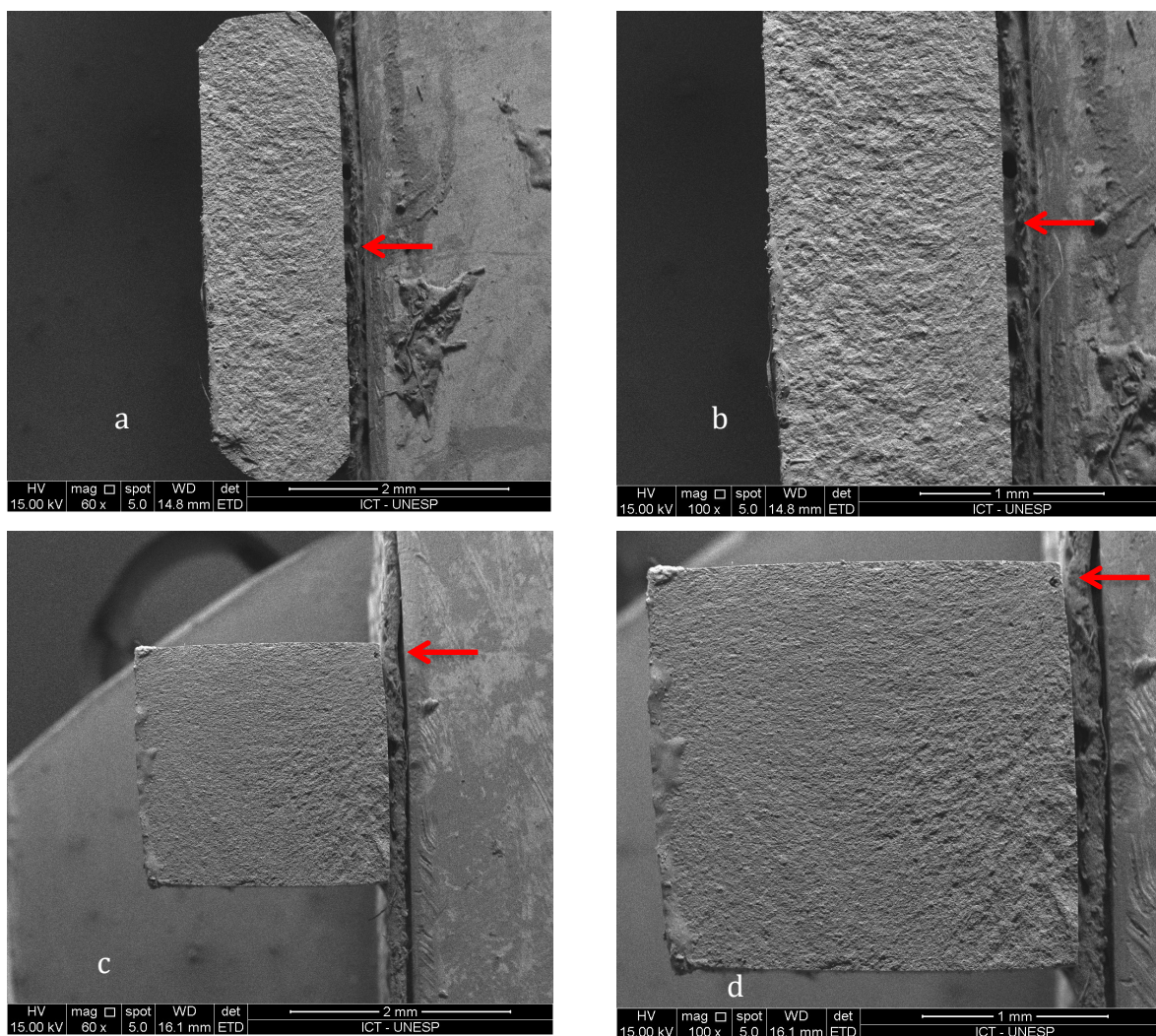
	n	Média ($\pm$ Desvio Padrão)	Grupos Homogêneos			
RAA 4D	9	70,96 ($\pm$ 4,04)	A			
RAA 8D	9	68,28 ($\pm$ 4,96)	A	B		
RTO 500	9	66,36 ($\pm$ 4,98)	A	B	C	
RTA 10000	9	65,17 ($\pm$ 5,27)	A	B	C	
RTA 500	9	63,19 ($\pm$ 6,79)		B	C	D
RC	9	62,62 ($\pm$ 4,99)		B	C	D
RTA 5000	9	60,48 ($\pm$ 3,29)			C	D
RAA 9H	9	57,58 ($\pm$ 3,28)				D E
RTO 5000	9	53,21 ($\pm$ 1,81)				E
RTO 10000	9	51,62 ($\pm$ 3,72)				E

Fonte: Elaborada pelo autor.

5.4 – Resultados da análise das superfícies fraturadas em microscópio eletrônico de varredura (MEV)

As amostras fraturadas analisadas em Microscópio eletrônico de varredura mostraram o início da fratura em sua área de tração (Figura 14).

Figura 14 – Imagens em Microscópio Eletrônico de Varredura das superfícies fraturadas



Legenda: Setas vermelhas indicam a superfície de tração e o defeito e possível início da fratura. a) e b) amostras de cerâmica em dois aumentos; c) e d) Amostras de cimento resinoso em dois aumentos.
Fonte: Elaborada pelo autor.

6 DISCUSSÃO

A termociclagem é uma metodologia de teste de materiais dentários utilizada para simular o envelhecimento *in vivo* dos materiais restauradores por meio da exposição das amostras imersas em água quente e fria repetidamente. Isso é feito para reproduzir as alterações térmicas que ocorrem em boca. Esse procedimento é comumente empregado nas pesquisas de materiais desde 1952, quando Nelsen et al. (1952) observaram que o dente produzia um “exsudato” nas margens da restauração quando era aquecido.

A escolha de realizar ciclos térmicos em óleo mineral foi para prevenir o efeito da água e conservar a composição química do material. Dessa forma, foi avaliado somente qual foi o efeito da temperatura (da tensão de contração e expansão do material) sobre as amostras imersas repetidamente em substâncias frias e quentes.

O armazenamento em água é o modelo de envelhecimento mais utilizado para a degradação dos materiais por imitar o ambiente intraoral úmido nas quais as restaurações estão sempre envolvidas pela saliva. Este método também tem um custo baixo e é o mais fácil de ser realizado. Para a cerâmica feldspática (Tabela 3), o armazenamento em água por até 8 dias não teve efeito sobre a resistência à flexão. Já para o cimento resinoso (Tabela 7), até 4 dias a água não foi capaz de afetar a resistência. No entanto, quando analisamos após 8 dias de imersão em água, houve redução significativa na resistência à flexão desse material indicando que a absorção de água na matriz resinosa levou ao aumento de volume na matriz do polímero e redução das forças friccionais entre as cadeias poliméricas (Ferracane et al., 1998).

Neste estudo foi utilizado apenas material puro no intuito de determinar qual o efeito da variação da temperatura nesses materiais, sem a interferência de interfaces adesivas, onde outras variáveis poderiam influenciar no resultado. Para cerâmica feldspática não houve diferença entre os grupos, ou seja, a maneira como a amostra foi envelhecida e a quantidade de ciclos ou tempo de armazenagem não influenciou na resistência à flexão. Quando comparados todos os grupos contra o grupo controle, não houve diferença estatística entre eles. O estudo de

Lauvahutanon et al. (2014) em que se avaliaram polímeros e cerâmica feldspática Mark II, mostrou-se que para cerâmica não houve diferença quanto à resistência à flexão nos grupos seco, armazenado em água por 7 dias e armazenado em água por 7 dias e termociclado por 10000 ciclos, corroborando com os resultados deste estudo. Para esse número e tempo de ciclos a estrutura da cerâmica não foi afetada pela água. Já para os polímeros houve diminuição da resistência após o envelhecimento. A imersão em água causou a penetração da água na matriz resinosa do cimento resinoso, amolecendo o polímero.

Para o cimento resinoso os valores obtidos do grupo controle, dos grupos de 500 e 5000 ciclos em água ou óleo mineral e armazenamento em água por 9 h ou 4 dias foram semelhantes entre si, porém quando aumentaram-se o número de ciclos e o tempo de armazenamento para 10000 ciclos ou 8 dias houve diferença estatística na resistência à flexão indicando que houve efeito de envelhecimento na amostra. Essa redução significativa nas propriedades físicas pode ser devido ao efeito plastificante da água no polímero (Toledano et al., 2007). No entanto, quando observamos os grupos termociclados foi observado que a variação de temperatura degradou ainda mais as amostras. Isso pode ser explicado pela possibilidade das amostras terem sofrido contração (em temperatura fria) e expansão (em temperatura quente) durante a ciclagem (De Munck et al., 2005).

Alguns estudos demonstram que há redução na resistência de união de amostras testadas após 6 e 12 meses quando comparadas ao controle de 24 h (Carrilho et al., 2005). Porém nesse estudo, o tempo máximo testado foi de 8 dias armazenado em água destilada ou 10000 ciclos em água ou óleo mineral – que correspondem em tempo a também 8 dias de ciclagem, tempo bastante curto quando comparado a estudos que envelhecem por mais de 6 meses. O estudo de Toledano et al. (2007) avaliou a microtração de dente/adesivo/resina composta e houve redução na resistência de união quando os palitos foram armazenados em água por 3 e 12 meses quando comparados aos grupos de 24 h. Já o armazenamento em óleo mineral levou ao aumento da resistência de união. Este trabalho também envelheceu as amostras por um tempo bastante superior ao usado neste estudo. No estudo de De Munck et al. (2005) a termociclagem (20.000 ciclos) de palitos não causou degradação para adesivos de 2 passos e 3 passos quando comparados amostras do mesmo dente, revelando que mesmo períodos maiores de

termociclagem não afetou a amostra. Com o tempo reduzido desse estudo não foi observado diminuição da resistência a flexão da cerâmica feldspática após 10.000 ciclos térmicos.

Os materiais friáveis como as cerâmicas tendem a falhar devido a progressão de falhas existentes quando submetidas a tensões acima do nível crítico. Esses materiais têm pouquíssima deformação elástica, portanto quando atinge esse nível crítico, a cerâmica falha de uma vez. Isso também é explicado pelo fato da tenacidade à fratura desses materiais estarem em uma faixa bastante baixa, sendo que esses valores afetam o desempenho clínico (Quinn et al., 2003). Dentre os fatores que podem afetar as propriedades mecânicas das cerâmicas tais como dureza, resistência e tenacidade à fratura estão principalmente a composição química e a microestrutura nas quais a fase vítrea e cristalina da cerâmica estão distribuídas (Quinn et al., 2003).

O crescimento de trincas às quais as cerâmicas dentais estão susceptíveis no ambiente oral, podem ser evidenciadas pela diminuição da resistência à flexão das amostras imersas em água quando comparadas às testadas secas, sendo demonstrado pela redução da energia necessária na superfície da fenda devido a ação do meio aquoso em propagar essa fenda, diminuindo a energia necessária para o crescimento da fissura (Morena et al., 1986). O início da fratura está ligado à heterogeneidade do material, que é dependente da superfície, sub-superfície, microfissuras, porosidades e partículas de carga existentes no interior do material. Muitos estudos demonstram que há diminuição na resistência à fratura das cerâmicas testadas em ambiente úmido quando comparadas com as testadas em ambiente seco (Fairhurst et al., 1993). A propagação da trinca acontece mais rapidamente quando as cerâmicas são expostas ao meio aquoso combinado com a carga mastigatória cíclica (Wiederhorn, 1968; Drummond et al., 2000)

A cerâmica Triluxe Forte contém uma fração volumétrica de aproximadamente 30 % de fase cristalina composta principalmente por partículas de sienito nefelínico de cerca de 5 μm de tamanho. Os outros 70% são fase vítrea (Peterson et al., 1998). A falha se originará do maior defeito. Geralmente, o tamanho do defeito depende confecção da amostra. O Triluxe Forte é um material cerâmico pré-fabricado para uso em CAD-CAM. Nota, assim, que esse material possui um número muito menor de defeitos quando comparados a peças cerâmicas fabricadas

pela técnica pó e líquido, e que eles se encontram homogêneos. Essa foi uma das razões da escolha desse material. Isso também explica o coeficiente de variação dos grupos relativamente baixos (4-14 %).

Para cerâmicas, o comportamento da curva tensão-deformação é uma propriedade interessante. Sabe-se que para materiais metálicos, essas propriedades já estão bem descritas e há muita informação na literatura. Entre todas as propriedades mecânicas, a deformação elástica-plástica é uma das mais importantes para determinar a resposta do material. Devido a natureza frágil desses materiais tornou-se importante para determinar a longevidade desse material (He, Swain, 2007).

Para os polímeros, a exposição adicional à água, causa uma variedade de efeitos enfraquecedores: degradação da carga e da matriz, dissociação do efeito visco-elástico na matriz que podem acelerar o processo de fadiga. A água é conhecida por diminuir a temperatura de transição vítrea e as propriedades mecânicas das resinas pela plastificação dos polímeros. Isso pode levar ao enfraquecimento do material e da resistência de união da interface adesiva (Montes, Draughn, 1987; Ito et al., 2005). Nesse estudo, ficou demonstrado a diminuição da resistência à flexão do cimento resinoso após o armazenamento em água por 8 dias.

A dureza superficial do material é a medida relativa da resistência a uma indentação externa. A dureza dada pela indentação tem sido considerada um indicativo da resistência ao desgaste do material (Mandikos et al., 2001). Em muitos estudos, os pesquisadores tentam encontrar uma relação entre a dureza e a resistência do material. No entanto, os resultados são ambíguos. O resultado da ANOVA 2 fatores para cerâmica (Tabela 10) mostrou que não houve diferença no armazenamento em água e na termociclagem em água nos diferentes tempos. Já para a termociclagem em óleo, o tempo de 500 ciclos foi superior aos tempos de 5000 e 10000 ciclos. Para o cimento resinoso (Tabela 14), o resultado da ANOVA 2 fatores mostrou que o tipo de material e a interação entre os fatores foi significativa (Tabela 13). Na termociclagem em água não houve diferença entre os tempos de ciclagem. No entanto para o armazenamento em água os valores do tempo 9 h foram menores quando comparados ao tempo de 4 e 8 dias. Para a termociclagem em óleo mineral ocorreu o inverso, sendo os valores do tempo 500 ciclos maior que 5000 e 10000 ciclos térmicos.

Os resultados do presente estudo sugerem que a termociclagem combinou o efeito de tensão de contração e expansão e degradação química principalmente para materiais poliméricos, necessitando de um maior número de ciclos para afetar a cerâmica feldspática pré-fabricada para CAD/CAM e que a contribuição relativa da alteração da temperatura e da água isoladamente depende fortemente do conjunto de variáveis da pesquisa realizada com destaque para o material utilizado.

7 CONCLUSÃO

Dentro das limitações deste estudo, podemos concluir que:

- a) O armazenamento em água, termociclagem em água ou termociclagem em óleo mineral por 8 dias ou 10000 ciclos térmicos não afetou a cerâmica feldspática pré-fabricada para CAD/CAM Triluxe Forte (Vita);
- b) É necessário mais do que 10000 ciclos térmicos ou 8 dias de armazenamento em água destilada para desestabilizar a rede cerâmica;
- c) Para o cimento resinoso, a partir de 8 dias ou 10000 ciclos houve redução significativa na resistência à flexão demonstrando que esse material é afetado pelo método de envelhecimento proposto neste trabalho;
- d) Para o cimento resinoso, a termociclagem em óleo ou em água afetou o material diminuindo sua resistência no tempo de 8 dias/10000 ciclos quando comparados somente ao armazenamento em água pelo mesmo tempo, indicando que a variação de temperatura ocorrida na termociclagem com ou sem a água enfraquece esse material.

REFERÊNCIAS*

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.

Blumer L, Schmidli F, Weiger R, Fischer J. A systematic approach to standardize artificial aging of resin composite cements. *Dent Mater*. 2015 Jul;31(7):855-63.

Brendeke J, Ozcan M. Effect of physicochemical aging conditions on the composite-composite repair bond strength. *J Adhes Dent*. 2007 Aug;9(4):399-406.

Breschi L, Mazzoni A, Ruggeri A, Cadenaro M, Di Lenarda R, De Stefano Dorigo E. Dental adhesion review: aging and stability of the bonded interface. *Dent Mater*. 2008 Jan;24(1):90-101.

Calabrese L, Fabiano F, Bonaccorsi LM, Fabiano V, Borsellino C. Evaluation of the Clinical Impact of ISO 4049 in Comparison with Miniflexural Test on Mechanical Performances of Resin Based Composite. *Int J Biomater*. 2015 2015:149798.

Carrilho MR, Carvalho RM, Tay FR, Yiu C, Pashley DH. Durability of resin-dentin bonds related to water and oil storage. *Am J Dent*. 2005 Dec;18(6):315-9.

Cotes C, Cardoso M, Melo RM, Valandro LF, Bottino MA. Effect of composite surface treatment and aging on the bond strength between a core build-up composite and a luting agent. *J Appl Oral Sci*. 2015 Jan-Feb;23(1):71-8.

De Munck J, Van Landuyt K, Coutinho E, Poitevin A, Peumans M, Lambrechts P, et al. Micro-tensile bond strength of adhesives bonded to Class-I cavity-bottom dentin after thermo-cycling. *Dent Mater*. 2005 Nov;21(11):999-1007.

Deng D, Yang H, Guo J, Chen X, Zhang W, Huang C. Effects of different artificial ageing methods on the degradation of adhesive-dentine interfaces. *J Dent*. 2014 Dec;42(12):1577-85.

Drummond JL, King TJ, Bapna MS, Koperski RD. Mechanical property evaluation of pressable restorative ceramics. *Dent Mater*. 2000 May;16(3):226-33.

* 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 jan 2017]. U.S. National Library of Medicine; [about 6 p.]. Disponível em: http://www.nlm.nih.gov/bsd/uniform_requirements.html

Drummond JL, Novickas D, Lenke JW. Physiological aging of an all-ceramic restorative material. *Dent Mater*. 1991 Apr;7(2):133-7.

Fairhurst CW, Lockwood PE, Ringle RD, Twiggs SW. Dynamic fatigue of feldspathic porcelain. *Dent Mater*. 1993 Jul;9(4):269-73.

Ferracane JL, Berge HX, Condon JR. In vitro aging of dental composites in water--effect of degree of conversion, filler volume, and filler/matrix coupling. *J Biomed Mater Res*. 1998 Dec 5;42(3):465-72.

Gale MS, Darvell BW. Thermal cycling procedures for laboratory testing of dental restorations. *J Dent*. 1999 Feb;27(2):89-99.

He LH, Swain MV. Nanoindentation derived stress-strain properties of dental materials. *Dent Mater*. 2007 Jul;23(7):814-21.

Ito S, Hashimoto M, Wadgaonkar B, Svizero N, Carvalho RM, Yiu C, et al. Effects of resin hydrophilicity on water sorption and changes in modulus of elasticity. *Biomaterials*. 2005 Nov;26(33):6449-59.

Kamel MME, H.Y.; Abdalla, A.I.; Darrag, A.M. The effect of water storage on micro-shear bond strength of contemporary composite resins using different dentin adhesive systems. *Tanta Dental Journal*. 2014 11:47-55.

Kawano F, Ohguri T, Ichikawa T, Matsumoto N. Influence of thermal cycles in water on flexural strength of laboratory-processed composite resin. *Journal of Oral Rehabilitation*. 2001 Aug;28(8):703-7.

Khoroushi M, Rafiei E. Effect of thermocycling and water storage on bond longevity of two self-etch adhesives. *Gen Dent*. 2013 May-Jun;61(3):39-44.

Kitasako Y, Burrow MF, Nikaido T, Tagami J. The influence of storage solution on dentin bond durability of resin cement. *Dent Mater*. 2000 Jan;16(1):1-6.

Lauvahutanon S, Takahashi H, Shiozawa M, Iwasaki N, Asakawa Y, Oki M, et al. Mechanical properties of composite resin blocks for CAD/CAM. *Dent Mater J*. 2014 33(5):705-10.

Lohbauer U, von der Horst T, Frankenberger R, Kramer N, Petschelt A. Flexural fatigue behavior of resin composite dental restoratives. *Dental Materials*. 2003 Jul;19(5):435-40.

Malacarne J, Carvalho RM, de Goes MF, Svizero N, Pashley DH, Tay FR, et al. Water sorption/solubility of dental adhesive resins. *Dental Materials*. 2006 Oct;22(10):973-80.

Mandikos MN, McGivney GP, Davis E, Bush PJ, Carter JM. A comparison of the wear resistance and hardness of indirect composite resins. *J Prosthet Dent*. 2001 Apr;85(4):386-95.

Medeiros IS, Gomes MN, Loguercio AD, Filho LE. Diametral tensile strength and Vickers hardness of a composite after storage in different solutions. *J Oral Sci*. 2007 Mar;49(1):61-6.

Montes GG, Draughn RA. Slow crack propagation in composite restorative materials. *J Biomed Mater Res*. 1987 May;21(5):629-42.

Morena R, Beaudreau GM, Lockwood PE, Evans AL, Fairhurst CW. Fatigue of dental ceramics in a simulated oral environment. *J Dent Res*. 1986 Jul;65(7):993-7.

Morresi AL, D'Amario M, Capogreco M, Gatto R, Marzo G, D'Arcangelo C, et al. Thermal cycling for restorative materials: does a standardized protocol exist in laboratory testing? A literature review. *J Mech Behav Biomed Mater*. 2014 Jan;29:295-308.

Muench A, Correa IC, Grande RH, Joao M. The effect of specimen dimensions on the flexural strength of a composite resin. *J Appl Oral Sci*. 2005 Sep;13(3):265-8.

Nelsen RJ, Wolcott RB, Paffenbarger GC. Fluid exchange at the margins of dental restorations. *J Am Dent Assoc*. 1952 Mar;44(3):288-95.

Palin WM, Fleming GJ, Marquis PM. An evaluation of the mechanical properties of 'hydrothermal' dental glass after water immersion and surface polishing. *Dent Mater*. 2003 Mar;19(2):92-100.

Pereira SMBC, A.A.; Salazar-Marcho, S.M.; Oliveira, K.M.C.; Vásquez, V.Z.C.; Bottino, M.A. Thermocycling effect on microhardness of laboratory composite resins. *Braz J Oral Sci.* 2007 2007;6(22):1372-5.

Peterson IM, Pajares A, Lawn BR, Thompson VP, Rekow ED. Mechanical characterization of dental ceramics by hertzian contacts. *J Dent Res.* 1998 Apr;77(4):589-602.

Quinn JB, Sundar V, Lloyd IK. Influence of microstructure and chemistry on the fracture toughness of dental ceramics. *Dent Mater.* 2003 Nov;19(7):603-11.

Scherrer SS, Denry IL, Wiskott HW, Belser UC. Effect of water exposure on the fracture toughness and flexure strength of a dental glass. *Dent Mater.* 2001 Jul;17(4):367-71.

Sobrinho LC, Cattell MJ, Glover RH, Knowles JC. Investigation of the dry and wet fatigue properties of three all-ceramic crown systems. *Int J Prosthodont.* 1998 May-Jun;11(3):255-62.

Toledano M, Osorio R, Osorio E, Aguilera FS, Yamauti M, Pashley DH, et al. Durability of resin-dentin bonds: effects of direct/indirect exposure and storage media. *Dent Mater.* 2007 Jul;23(7):885-92.

Wiederhorn SM. Moisture assisted crack growth in ceramics. *The international journal of fracture mechanics.* 1968 4(2):171-7.

Yamauti M, Hashimoto M, Sano H, Ohno H, Carvalho RM, Kaga M, et al. Degradation of resin-dentin bonds using NaOCl storage. *Dent Mater.* 2003 Jul;19(5):399-405.

Yap AU, Teoh SH. Comparison of flexural properties of composite restoratives using the ISO and mini-flexural tests. *J Oral Rehabil.* 2003 Feb;30(2):171-7.