



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

RITA MARIA MOREJON RODRIGUEZ

**EFEITO DE DIFERENTES TRATAMENTOS DE SUPERFÍCIE NA
RESISTÊNCIA AO CISALHAMENTO ENTRE UMA RESINA
NANOHÍBRIDA PARA MANUFATURA ADITIVA E CIMENTO
RESINOSO**

2023

RITA MARIA MOREJON RODRIGUEZ

**EFEITO DE DIFERENTES TRATAMENTOS DE SUPERFÍCIE NA
RESISTÊNCIA AO CISALHAMENTO ENTRE UMA RESINA
NANOHÍBRIDA PARA MANUFATURA ADITIVA E CIMENTO
RESINOSO**

Dissertação 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 MESTRE, pelo Programa de Pós-Graduação em CIÊNCIAS APLICADAS À SAÚDE BUCAL.

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

Orientador: Dr. Marco Antonio Bottino

Coorientador: Profa. Dra. Nathália de Carvalho Ramos Ribeiro

São José dos Campos

2023

Instituto de Ciência e Tecnologia [internet]. Normalização de tese e dissertação [acesso em 2023]. 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).

Rodriguez, Rita Maria Morejon

Efeito de diferentes tratamentos de superfície na resistência ao cisalhamento entre uma resina nanohíbrida para impressão 3D e cimento resinoso / Rita Maria Morejon Rodriguez. - São José dos Campos : [s.n.], 2023.

49 f. : il.

Dissertação (Mestrado) - Pós-Graduação em Ciências Aplicadas à Saúde Bucal - Universidade Estadual Paulista (Unesp), Instituto de Ciência e Tecnologia, São José dos Campos, 2023.

Orientador: Marco Antonio Bottino

Coorientadora: Nathália de Carvalho Ramos

1. Printing. 2. Three-Dimensional. 3. Polymers. I. Bottino, Marco Antonio, orient. II. Ramos, Nathália de Carvalho, 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.

IMPACTO POTENCIAL DESTA PESQUISA

Espera-se estabelecer um protocolo de tratamento de superfície para polímeros usados em impressão 3D, já que este material vem sendo preterido em relação às cerâmicas e metais por causa da menor adesão a este substrato. Apesar de haver disponíveis no mercado várias impressoras para fabricação de polímeros para aplicações odontológicas, comparado com materiais como cerâmicas e metais, o uso de polímeros na área restauradora ainda está em desenvolvimento.

POTENTIAL IMPACT OF THIS RESEARCH

It is expected to establish a surface treatment protocol for polymers used in 3D printing, as this material has been neglected in relation to ceramics and metals because of the lower adhesion to this substrate. Although there are several printers available on the market for the manufacture of polymers for dental applications, compared to materials such as ceramics and metals, the use of polymers in the restorative area is still under development.

BANCA EXAMINADORA

Prof. Dr. Marco Antonio Bottino (Orientador)

Universidade Estadual Paulista (Unesp)

Instituto de Ciência e Tecnologia

Campus de São José dos Campos

Prof. Dr. João Mauricio Ferraz da Silva

Universidade Estadual Paulista (Unesp)

Instituto de Ciência e Tecnologia

Campus de São José dos Campos

Prof. Dr. César Dalmolin Bergoli

Universidade Federal de Pelotas (UFPEL)

Faculdade de Odontologia

Campus de Pelotas

São José dos Campos, 22 de março de 2023.

DEDICATORIA

Aos meus pais, **Luis Orlando Morejon Llanes e Mabel Rodriguez Fundora**, pelo carinho e dedicação infinita. Não há palavras suficientes para agradecer-lhes por tudo que ambos fizeram e fazem por mim. Obrigado por serem o meu maior exemplo de força e perseverança na vida.

Ao meu irmão, **Carlos Manuel Morejon Rodriguez**, que chegou para dar sentido a minha vida, tudo e por e para você, te amo irmão.

Ao meu orientador, **Professor Marco Antonio Bottino** que nunca permitiu eu entregar menos do que o meu melhor. Obrigada pelas suas exigências e rigorosidade. Obrigada pela oportunidade de realizar esse trabalho juntos.

A **Professora Nathália de Carvalho Ramos**, minha coorientadora, sua ajuda foi fundamental, desde o desenvolvimento da ideia, até sua revisão final. Muito obrigado por cada correção, cada segundo que você ajudou a construir esse trabalho. Você é uma verdadeira mestre.

Aos meus companheiros de pesquisa, especialmente a **Dra. Joyce Roma**, por sempre me inspirar como exemplo. Obrigado pelo seu companheirismo e profissionalismo exemplar, sou grato a Deus por ter feito esse caminho de seu lado.

Aos meus Professores de formatura **Dr. Jorge Enrique Casas Acosta e Professora Nancy Moran** que despertaram em tempranas horas minha paixão pela odontologia e curiosidade na pesquisa.

À meu noivo, **Gustavo Bortoleto**, pelo carinho, paciência e dedicação. Tê-lo ao meu lado tornou minha caminhada mais suave.

À **UNESP – Universidade Estadual Paulista Júlio de Mesquita Filho**, por ter sido a minha casa nesses últimos 2 anos. Muito obrigado por ter me abrigado e me ensinado muito além da Odontologia. Os seus ambientes e mestres fizeram com

que eu me apaixonasse ainda mais pela profissão.

Por fim, agradeço a **Deus**, que me ama incondicionalmente, cada conquista que eu tenho não é minha, mas é Sua. Te amo, Deus. Muito obrigado por nunca desistir de mim, continue para sempre sendo o meu mestre.

Agradeço a todos que não estão citados no texto, mas que de alguma forma fizeram parte desse capítulo tão importante da minha vida. Muito obrigada pelo apoio de cada um de vocês.

AGRADECIMENTOS

À Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho” - Unesp, na pessoa da diretora do Instituto de Ciência e Tecnologia de São José dos Campos, Profa Assoc. Rebeca Di Nicoló e do vice-diretor Prof. Assoc. Cláudio Antonio Talge Carvalho.

Ao Programa de Pós-graduação em Ciências Aplicadas à Saúde Bucal, na pessoa de coordenador Prof. Adj Alexandre Luiz Souto Borges.

Aos docentes do Programa de Pós-graduação em Ciências Aplicadas à Saúde Bucal.

À Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES), pela concessão da Bolsa de Mestrado no período de 01/12/2022 a 28/02/2023.

O presente trabalho foi realizado com apoio da Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior – Brasil (CAPES) – Código de Financiamento 001.

À equipe do Laboratório de Materiais Dentários pela ajuda na elaboração deste trabalho, contribuindo com o assessoramento técnico.

À equipe da Biblioteca pela ajuda na elaboração deste trabalho, contribuindo com o acesso ao material bibliográfico e na orientação das normas.

"Há mais na superfície do que nosso olhar alcança." -Aaron Beck

RESUMO

Rodriguez RMM. Efeito de diferentes tratamentos de superfície na resistência ao cisalhamento entre uma resina nanohíbrida para impressão 3D e cimento resinoso [dissertação]. São José dos Campos (SP): Universidade Estadual Paulista (Unesp), Instituto de Ciência e Tecnologia; 2023.

O objetivo deste trabalho foi avaliar a resistência de união entre uma resina nanohíbrida para impressão 3D com cimento resinoso após diferentes tratamentos de superfície e envelhecimento. Foram fabricados 120 blocos da resina nanohíbrida (Nanolab 3D, Wilcos do Brasil) em tamanhos de 10 x 8 x 2 mm, desenhados no software Rhinoceros 7 e depois impressos (W3D PRINT, Wilcos do Brasil) por método digital de processamento de luz (LCD). Foram produzidos também blocos de mesmo tamanho obtidos a partir de blocos de CAD/CAM de uma resina híbrida (Hybrid, Blue Dent), como grupo controle. Cinco tratamentos de superfície foram realizados nos blocos de resina: nenhum tratamento, condicionamento ácido com ácido fluorídrico, jateamento com Al_3O_2 , imersão em monômero de metilmetacrilato (primer) e um grupo somando o jateamento com imersão em primer. Foram construídos cilindros ($< 1 \text{ mm}^2$) de cimento resinoso convencional dual sobre as superfícies tratadas com auxílio de matriz de silicone. A resistência de união foi medida usando uma máquina de ensaio universal e um teste de microcisalhamento com fio. Metade das amostras de cada grupo foram testadas sete dias após a cimentação, já a outra metade foi termociclada por 12.000 ciclos térmicos (5-55 °C, 30 segundos cada) e ensaiadas a seguir. Os modos de falha foram analisados por um estereomicroscópio e imagens representativas foram realizadas com o auxílio do microscópio eletrônico de varredura. Após a análise inferencial com ANOVA 3-fatores foi possível observar que houve diferença estatisticamente significativa tanto para os fatores material, tratamento de superfície e envelhecimento isoladamente, como para as interações entre eles. A resina híbrida de impressão mostrou maior resistência de união quando comparada com os blocos CAD/CAM. A ciclagem térmica aumentou a resistência de união das resinas impressas e diminuiu a mesma nos blocos de CAD/CAM. É possível concluir que a aplicação de silano é o melhor tratamento de superfície para as resinas de impressão 3D já que proporcionou bons valores de resistência de união e confiabilidade da interface adesiva. A resistência adesiva a longo prazo da resina híbrida de impressão 3D (Nanolab) é influenciada positivamente pelo envelhecimento.

Palavras-chave: 3D Print; resinas; adesividade; ciência dos materiais.

ABSTRACT

Rodriguez RMM. *Effect of different surface treatments on the shear strength between a nanohybrid resin for 3D printing and resin cement [dissertation]. São José dos Campos (SP): São Paulo State University (UNESP), Institute of Science and Technology; 2023.*

The objective of this work was to evaluate the bond strength between a nanohybrid resin for 3D printing with resin cement after different surface treatments and aging. 120 blocks of nanohybrid resin (Nanolab 3D, Wilcos do Brasil) were manufactured in sizes of 10 x 8 x 2 mm, designed in the Rhinoceros 7 software and then printed (W3D PRINT, Wilcos do Brasil) by digital light processing method (LCD). Blocks of the same size obtained from CAD/CAM blocks of a hybrid resin (Hybrid, Blue Dent) were also produced as a control group. Five surface treatments were performed on the resin blocks: no treatment, acid etching with hydrofluoric acid, sandblasting with Al₂O₃, immersion in methylmethacrylate monomer (primer) and one group adding the sandblasting with immersion in primer. Cylinders (< 1 mm²) of conventional dual resin cement were built on the surfaces treated with the aid of a silicone matrix. Bond strength was measured using a universal testing machine and a wire microshear test. Half of the samples from each group were tested seven days after cementation, while the other half was thermocycled through 12,000 thermal cycles (5-55 °C, 30 seconds each) and then tested. Failure modes were analyzed using a stereomicroscope and representative images were taken using a scanning electron microscope. After the inferential analysis with 3-way ANOVA, it was possible to observe that there was a statistically significant difference both for the material, surface treatment and aging factors alone, as well as for the interactions between them. The hybrid impression resin showed higher bond strength when compared to the CAD/CAM blocks. Thermal cycling increased the bond strength of printed resins and decreased it in CAD/CAM blocks. It is possible to conclude that silane application is the best surface treatment for 3D printing resins as it provided good bond strength values and reliability of the adhesive interface. The long-term adhesive strength of the 3D printing hybrid resin (Nanolab) is positively influenced by aging.

Keywords: 3D Printing; resins; adhesiveness; materials science.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1- Confeção dos espécimes.....	26
Figura 2 – Esquema ilustrativo da distribuição dos espécimes nos grupos. Os espécimes com fundo cinza representam os grupos envelhecidos na máquina de termociclagem.....	27
Figura 3- Figura ilustrativa do ensaio de microcisalhamento na máquina de ensaio universal.....	28
Figura 4 – Imagens de MEV dos espécimes de resina impressa.....	34
Figura 5 - Imagens de MEV dos espécimes de resina CAD/CAM.....	35
Figura 6- Gráfico de barras das distribuições dos modos de falha para a camada de caracterização ligada à resina nanohíbrida (3D PRINT).....	36
Figura 7- Gráfico de barras das distribuições dos modos de falha para a camada de caracterização ligada à resina (CAD CAM).....	37
Figura 8- Micrografias do modo de falhas mista e adesiva (130x de ampliação).....	37

LISTA DE TABELAS

Tabela 1- Resultados do teste de comparação múltipla de Tukey (95%) para o fator envelhecimento.....	30
Tabela 2- Resultados do teste de comparação múltipla de Tukey (95%) das resinas de impressão para os fatores envelhecimento e tratamento de superfície.....	31
Tabela 3- Resultados do teste de comparação múltipla de Tukey (95%) das resinas CAD-CAM para o fator tratamento de superfície sem envelhecimento.....	32
Tabela 4- Dados da análise de Weibull.....	33

LISTA DE ABREVIATURAS Y SIGLAS

Al₂O₃ Óxido de alumínio

CAD/CAM Computer-aided design and Computer-aided manufacturing

DLP Processamento digital de luz

FDM Fused Deposition Modeling

FDM Modelagem de deposição fundido

HF Ácido fluorídrico

Impressão 3D Impressão tridimensional

MDP Methacryloxydecyl phosphate

ME Processo de extrusão de material

MEV Microscópio eletrônico de varredura

MPa Pascalµm Micrometres

SLA Estereolitografia a laser

STL Estereolitografia

µSBS Microshear bond strength

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO.....	14
2 REVISÃO DE LITERATURA.....	17
2.1 Impressão 3D.....	17
2.1.1 Resinas de impressão e materiais híbridos.....	18
2.2 Adesão de materiais restauradores.....	19
2.2.1 Teste de adesão em materiais dentários.....	21
3 PROPOSIÇÃO.....	23
4 MATERIAL E MÉTODOS.....	24
4.1 Confeccção dos espécimes.....	24
4.1.1 Ensaio de resistência de união.....	27
4.1.2 Análise das superfícies.....	28
4.1.3 Análise das Falhas.....	28
4.1.4 Análise estatística dos dados.....	29
5 RESULTADO.....	30
5.1 Resistência de união.....	30
5.2 Análise das superfícies.....	33
5.3 Análise das Falhas.....	36
6 DISCUSSÃO	38
7 CONCLUSÃO.....	42
REFERÊNCIAS.....	43

1 INTRODUÇÃO

Uma série de inovações tecnológicas vêm transformando a odontologia nas últimas décadas, especialmente desde o advento do CAD/CAM, que criou uma nova modalidade de trabalho na clínica odontológica. A onda mais recente do desenvolvimento tecnológico em odontologia digital gira em torno do campo da manufatura aditiva.

A manufatura aditiva ou também chamada impressão 3D foi idealizada no início dos anos 80 por Charles Hull, ele descreveu como estereolitografia (STL) ou a impressão de camadas sucessivas de material uma sobre a outra para criar um objeto 3D (Hull, 2015). Alguns anos depois, em 1999, foi apresentado o primeiro tratamento odontológico de um paciente com ajuda dessa modalidade, realizando um modelo para uma complexa fenda palatina, impresso com tecnologia FDM (*Fused Deposition Modeling*) (Dawood et al., 2015).

Atualmente são descritos quatro processos aditivos: estereolitografia a laser (SLA), jato de polímero (MJ), processamento digital de luz (DLP) e o processo de extrusão de material (ME) usando modelagem de deposição fundido (FDM). A manufatura aditiva, em contraste com o método subtrativo, economiza material, uma vez que só usa quantidade como o produto final, e é capaz de produzir geometrias mais complexas do que os sistemas atuais que são limitados pelo menor raio da ferramenta de fresagem. O desenvolvimento de materiais aptos para a técnica de impressão 3D oferece vantagens significativas em termos de produtividade, custos, customização e prazos de entrega.

A odontologia é um dos campos que mais podem se beneficiar desta tecnologia. Fabricação de guias cirúrgicos, modelos de diagnóstico, placas oclusais, e outras aplicações já são uma realidade clínica (Jockusch, Özcan, 2020). Uma grande variedade de matérias-primas podem ser utilizadas para fabricação de estruturas devido à diversidade de métodos. A maioria das matérias-primas usadas para fabricação aditiva com fins odontológicos e médicos podem ser agrupadas em combinações de aglutinante com material em pó, incluindo polímeros (resinas e termoplásticos), cerâmicas e metais (Barazanchi et al., 2017).

Apesar das vantagens relatadas nas cerâmicas em sistemas CAD/CAM por manufatura subtrativa para a fabricação de restaurações indiretas, incluindo estética,

boa mecânica, propriedades ópticas e biocompatibilidade, as cerâmicas também possuem desvantagens como o desgaste excessivo de dentes antagonistas, alto custo, alta taxa de crescimento de trincas devido ao conteúdo vítreo, e dificuldade de reparo em caso de falha (delaminação) (Zeynep Özkurt-Kayahan, 2016). Já as resinas possuem vantagens como boas propriedades mecânicas, módulo elástico mais próximo da estrutura dental, boa estética, entre outras, e pontos negativos, como menor dureza e maior susceptibilidade ao manchamento do que as cerâmicas. Portanto, materiais híbridos foram idealizados, combinando cerâmicas e resinas (cargas orgânicas e inorgânicas) e já tem seu excelente comportamento comprovado quando utilizados nesta técnica (Moura et al., 2021).

Propriedades tais como resistência à flexão, dureza, resistência ao impacto e a estabilidade da cor são importantes para determinar a indicação e o uso de restaurações dentárias (Revilla-León et al., 2019). Estudos sobre as propriedades do material têm surgido, mostrando que boa resistência pode ser encontrada nas resinas de impressão e que essas podem ser indicadas para coroas e próteses fixas (Chung et al., 2018).

Entretanto, a resistência de união entre a restauração e o material de cimentação também é um fator importante no sucesso clínico de uma restauração definitiva (Moura et al., 2021). O efeito da união adesiva na carga de fratura das restaurações deve ser observado, já que a resistência de união de restaurações pode aumentar os valores de carga de fratura dependendo do protocolo de cimentação (Zimmermann et al., 2018; Mörmann et al., 1998; Bindl et al., 2006). Diversos trabalhos avaliam o método de pré-tratamento das restaurações cerâmica e de resina antes da cimentação adesiva sugerindo que o condicionamento é predominantemente indicado (Stawarczyk et al., 2015; Lise et al., 2017). Mas outros métodos são sugeridos para fornecer uma resistência de união adequada entre a restauração e o cimento resinoso, como: a abrasão com broca diamantada, o ataque com ácido fluorídrico ou ácido fosfórico, a abrasão de ar com partículas de óxido de alumínio revestidos ou não por sílica, e a aplicação de agente silano (Şişmanoğlu et al., 2020).

Atualmente é possível acessar a uma vasta literatura sobre a resistência de união de materiais cerâmicos e resinosos, porém, o desenvolvimento de novos materiais híbridos e que combinam propriedades das cerâmicas e resinas geram

uma nova necessidade de estudar esses materiais para a manufatura por adição. Desta forma, o objetivo deste trabalho foi avaliar a resistência de união de um novo compósito híbrido, indicado pelo fabricante para restaurações definitivas (a impressão de facetas, onlays, inlays e próteses fixas temporárias), com o cimento resinoso após diferentes tratamentos de superfície, propondo estabelecer um protocolo de tratamento de superfície para resina nanohíbrida processada por manufatura aditiva para restaurações permanentes.

2 REVISÃO DE LITERATURA

2.1 Impressão 3D

Para obter um objeto por manufatura aditiva é necessário uma sequência de etapas, sendo estas: a aquisição de dados (geralmente mediante tomografia computadorizada, ressonância magnética e varredura a laser), o processamento dos dados num software CAD (desenho virtual do objeto), a impressão e o pós-processamento, limpeza do objeto e pós-cura para a finalização do processo de polimerização (Calvache et al., 2020).

Cada uma destas etapas devem ser minuciosamente executadas, pois são inúmeros os fatores que influenciam no resultado final, incluindo parâmetros como quantidade de material de apoio no desenho virtual (Puebla et al., 2012), espessura da camada de impressão (Zhang et al., 2019), a intensidade e velocidade do laser, ângulo e orientação de impressão (Shim et al., 2020; Hada et al., 2020), absorção de feixe de laser e coeficientes de reflexão, fonte de energia e potência e a temperatura de fusão, (Ji et al., 2020) entre outras.

No contexto clínico odontológico já podem ser aplicáveis dentes obtidos por manufatura aditiva, pois tem mostrado resultados semelhantes de resistência ao lascamento quando comparados com dentes de prótese de resina pré-fabricados convencionalmente (Chung et al., 2018). Material restaurador provisório imprimível em 3D (NextDent C&B) tem demonstrado propriedades mecânicas suficientes para uso intraoral, semelhante com materiais dentários provisórios de cura convencional (Integrity®, Jet®); no mesmo estudo foram usados parâmetros de 90° de orientação de impressão e em uma configuração de cor de resina branca, apresentando uma precisão comparativamente mais alta (até 22% de erro), reprodutibilidade e uso de material, e não houve correlação direta entre a espessura da camada de impressão e o módulo elástico ou pico de tensão (Tahayeri et al., 2018).

2.1.1 Resinas de impressão e materiais híbridos

Com alguns desafios apresentados pelas cerâmicas, já no CAD/CAM vêm sendo utilizados materiais híbridos como cerâmica infiltrada por polímero, devido ao seu menor módulo de elasticidade (Awada, Nathanson, 2015) e dureza Vickers que reduz a propagação de trincas e fissuras. (Steinbrenner, 2018; Castro et al., 2020) O módulo de elasticidade das cerâmicas híbridas é semelhante ao da dentina, o que torna a distribuição de tensão muito diferente de uma cerâmica feldspática (mais friável). Estes valores inferiores de dureza e módulo de elasticidade também podem representar melhor usinabilidade, levando a mais adaptação interna e precisão dos materiais híbridos quando comparados com as cerâmicas. (Bottino et al., 2015)

Atualmente a maioria dos materiais odontológicos restauradores são híbridos, abrangem compostos de distintas fases: uma matriz orgânica polimérica que é reforçada por partículas vítreas/cerâmicas, ou por uma estrutura porosa tridimensional cerâmica. O reforço entre as duas fases somente é obtido por meio de uma interação interfacial efetiva. Para que isso ocorra é necessário que as fases sejam quimicamente compatíveis ou que exista outro material entre as superfícies para fazer a interação entre estas. (Kaizer, 2015)

Nos anos 2000 foi lançada a primeira geração de blocos CAD/CAM à base de polímeros, o Paradigm MZ100 (3M ESPE, St. Paul, MN, EUA), obtido através da polimerização industrial de uma resina composta (Filtek Z100, 3M ESPE) o que resultaria em maior resistência flexural (Awada, Nathanson, 2015), mas este e outros materiais similares foram marcados pelo elevado desgaste superficial, fraturas, perda de polimento e instabilidade de cor (Douglas, 2000; Dhawan et al., 2003; Behr et al., 2003). Logo foram comercialmente disponibilizados novos blocos CAD/CAM compostos por uma matriz polimérica e por partículas de carga utilizadas nas cerâmicas vítreas, resina-cerâmica (Della Bona et al., 2014), e têm por objetivo combinar as vantagens das cerâmicas (durabilidade e estabilidade de cor) com as melhores propriedades dos compósitos (propriedades flexurais e baixa abrasividade) (Coldea et al., 2013). Em estudos in vitro, alguns destes blocos mostraram taxa de desgaste de superfície similar ou até inferior a uma cerâmica feldspática (Stawarczyk et al., 2015) e tem sido reportado que o polimento de superfície obtido

em algumas restaurações do tipo resina-cerâmica é comparável ao glazamento de cerâmicas vítreas (Kim et al., 2006), com resultados promissores de resistência ao manchamento após pigmentação simulada (De Oliveira et al., 2015).

2.2 Adesão de materiais restauradores

Para a longevidade de uma restauração indireta, além das propriedades mecânicas adequadas do material, outro fator importante é a cimentação adesiva, pois a adesão proporciona a formação de um corpo único, que reduz a possibilidade de fraturas envolvendo as duas interfaces: dental-cimento e cimento-cerâmica ou material restaurador (Soares et al., 2005).

As técnicas de adesão mecânica tem como objetivo criar microretenções na superfície dos materiais restauradores, aumentando a rugosidade e a área de energia de superfície e por sua vez a molhabilidade e a adesão (Kimmich, Stappert, 2013). A adesão micromecânica da cerâmica ou do metal à resina é feita através do jateamento ou de condicionamento com ácido hidrofúorídrico (Kimmich, Stappert, 2013). Na literatura é descrito que ambos são meios eficazes na reparação e adesão mecânica às cerâmicas, contudo somente a criação de microrugosidades resultante da preparação mecânica não é suficiente para obter bons níveis de adesão, sendo necessário a aplicação posterior do silano (Xie et al., 2015).

Para as cerâmicas vítreas já existe um protocolo bem definido, condicionamento com ácido hidrofúorídrico (HF) e silanização (Lise et al., 2015). O ácido hidrofúorídrico tem a capacidade de condicionar a cerâmica de forma seletiva atacando a fase amorfa vítrea e expondo a porção cristalina criando uma superfície porosa irregular, aumentando a penetração e a retenção micromecânica do agente cimentante (Kimmich, Stappert, 2013). Este também quebra as ligações de silicato e leva à formação de ligações insaturadas de oxigênio que se vão ligar ao silano (Kimmich, Stappert, 2013). O jateamento com Al_2O_3 não só cria uma superfície rugosa, mas também torna mais receptiva à adesão química, a camada de alumina que se forme na superfície do substrato após a silanização forma ligações por pontes de hidrogênio Si-O-Al, esta ligação é mais suscetível à hidrólise e mais fraca

que a ligação Si-O-Si formada nas cerâmicas vítreas ou quando se recorre ao jateamento Al₂O₃ reforçado por sílica de 30 µm (Rocha et al., 2016; Matinlinna et al., 2018). A molécula bifuncional do silano permite a ligação química entre a porção inorgânica da cerâmica e o componente orgânico do agente cimentante resinoso (Matinlinna et al., 2018). Para as resinas compostas indiretas, o tratamento de superfície indicado é o jateamento da superfície interna da restauração com partículas de óxido de alumínio (Al₂O₃) seguido de silanização (Soares et al., 2005), enquanto aos materiais híbridos, tipo resina-cerâmica, até mesmo as orientações dos próprios fabricantes são diversas. (Spitznagel et al., 2014).

Alguns fabricantes recomendam tratamento de superfície com ataque ácido ou jato de areia; no entanto, outros estudos também descreveram polimento e aplicação de primer cerâmico autocondicionante. (Da Silva et al., 2018; Tribst et al., 2020). Tratamentos de superfície como condicionamento com ácido fluorídrico a 5%, jateamento com óxido de alumínio, e a aplicação de silano podem favorecer a resistência ao desgaste, e também podem influenciar na longevidade da restauração. (Dal Piva et al., 2020; Tribst et al., 2020; Grangeiro et al., 2021) Um estudo in vitro que compara diversos tratamentos de superfície em blocos Vita Enamic (Vita Zahnfab-rique; Bad Säckingen, Alemanha) infere que a superfície com ataque de HF 5%, seguido do aplicação de primer cerâmico autocondicionante, são os melhores tratamentos de superfície para a adesão da camada de caracterização (Grangeiro et al., 2021). Porém em aqueles materiais compostos por um maior teor de resina composta, o ataque ácido com HF não é recomendado (Diogo et al., 2015).

Alguns tratamentos de superfície para melhorar a resistência de união entre reparos de cerâmica e resina composta são: retificação da superfície com aplicação de ponta diamantada e aplicação de silano (Elsaka, 2015), condicionamento superficial com ácido fosfórico 40% (Blum et al., 2012) associado à aplicação de sistema adesivo (Rohr et al., 2017), condicionamento superficial com Ácido fluorídrico a 9,5% seguido de silanização e aplicação de adesivo, abrasão a ar com partículas de alumina ou revestimento triboquímico de sílica, (Ozcan et al., 2009) e uso de adesivo universal (Rohr et al., 2017; Zaghoul et al., 2014).

Um estudo que avalia a força de união entre uma rede cerâmica infiltrada com polímeros e um compósito para reparação utilizando diversos tratamentos de

superfície concluiu que a retificação da superfície seguida da aplicação de adesivo universal promoveu a maior adesão, e parece ser o melhor método para reparar cerâmicas híbridas. No entanto, os tratamentos de superfície testados (condicionamento com ácido fluorídrico 10% e Óxido de alumínio) não levaram à estabilidade de união após 6 meses em água, demonstrando que novos métodos de condicionamento para materiais híbridos devem ser investigados (Da Silva et al., 2018).

Enquanto as resinas impressas em 3D, com fins temporários (Nextdent C&B, Vertex-Dental B. V., Soesterberg, Holanda) cimentadas a vários materiais de reparo, embora a abrasão usando óxido de alumínio 50 μm (Al_2O_3) mostraram características micro-retentivas em imagens de MEV, não houve diferença estatisticamente significativa em resistência ao cisalhamento em comparação ao grupo controle sem tratamento nem químico nem mecânico. (Link, Shin, 2020). Diferente de outro estudo que experimentou com a mesma resina impressa (Nextdent C&B, Vertex-Dental B. V., Soesterberg, Holanda) onde o grupo jateado com óxido de alumínio de 50 μm (Al_2O_3) por 10 segundos a uma distância de 10 mm apresentou os maiores valores médios de resistência ao cisalhamento. (Jeong, Kim, 2019)

2.2.1 Teste de adesão em materiais dentários

Com o objetivo de verificar a eficácia e aprimorar produtos e técnicas adesivas de inúmeros materiais dentários, na literatura encontramos diferentes metodologias para avaliar a resistência de união como os testes de tração e cisalhamento, e seus microtestes equivalentes (Scherrer et al., 2010; Braga et al., 2010). Estes quando empregados corretamente, pode-se ter ideia do comportamento clínico dos materiais embora que a decisão clínico prática com base em resultados *in vitro* é questionável (Sirisha et al., 2014).

Para a realização dos testes é aplicada uma força que gera tensão até gerar uma falha na interface adesiva, a resistência de união é medida estaticamente usando amostras de diferentes configurações e seus valores são calculados

dividindo-se a força máxima aplicada, pela área da superfície cimentada (Van Meerbeek et al., 2010). Corpos de prova com área cimentada inferior a 3 mm² (micro-testes) apresentam maior número de falhas na região de interesse, ou seja, na interface adesiva, devido à menor suscetibilidade de defeitos críticos, pelo que são os mais indicados (Sirisha et al., 2014). Além disso, quando comparado ao teste em sua versão macro, apresentam valores mais altos e específicos de resistência adesiva devido a diminuição da sua interface, já que quanto maior a superfície da interface adesiva, menores serão os resultados obtidos em testes (Lopes et al., 2021).

Para obter valores de resistência adesiva confiáveis, independentemente da metodologia utilizada é importante que a incidência de carga sobre a interface seja aplicada de modo uniforme (Özcan, Bernasconi, 2015), na realização dos testes neste trabalho foi usado um fio de aço (Bottino et al., 2014).

O teste de microcisalhamento demonstra uma maior capacidade de especificação de resultados dos efeitos de tratamento de superfície uma vez que os resultados obtidos são mais padronizados e que as tensões são encontrados principalmente na interface adesiva (Mosharrarfet et al., 2011), outros acreditam que o teste de microcisalhamento produz ainda menos estresse no substrato, garantindo falhas ainda menos coesivas do que os testes de cisalhamento (Braga et al., 2010). Deste modo foi a metodologia de testagem selecionada, visando a maior precisão e consequente confiabilidade de dados apesar de suas limitações.

3 PROPOSIÇÃO

A proposição geral do estudo é avaliar a resistência de união e a confiabilidade da interface adesiva entre uma resina nanohíbrida para manufatura aditiva e o cimento resinoso após diferentes tratamentos de superfície.

Objetivos específicos

- a. Avaliar o comportamento adesivo entre a resina nanohíbrida para manufatura aditiva (3D PRINT) e o cimento resinoso após diferentes tratamentos de superfície, comparado com uma resina de manufatura subtrativa (CAD/CAM).
- b. Avaliar a resistência ao cisalhamento da resina nanohíbrida sem tratamento de superfície e após a aplicação de ácido, primer com MDP e/ou jateamento, com o cimento resinoso.
- c. Avaliar a susceptibilidade ao envelhecimento térmico da interface adesiva das resinas nanohíbridas e cimento resinoso.
- d. Analisar a confiabilidade adesiva da interface resina nanohíbrida e cimento resinoso com a análise de Weibull.

H_0 . Todos os tratamentos de superfície da resina nanohíbrida irão promover semelhante resistência ao cisalhamento com o cimento resinoso, bem como essas interfaces não serão suscetíveis ao envelhecimento térmico.

H_1 . Ambas resinas, de 3D PRINT e de CAD/CAM, apresentarão semelhantes resultados de resistência ao cisalhamento na interface adesiva e susceptibilidade ao envelhecimento.

4 MATERIAL E MÉTODOS

4.1 Confeção dos espécimes

Foram fabricados 120 blocos da resina nanohíbrida (Nanolab 3D, Wilcos do Brasil, Petrópolis-RJ, Brasil) em tamanhos de 10 x 8 mm de comprimento e largura, e 2 mm de espessura desenhadas no *software* Rhinoceros 7 (Robert McNeel & Associates, Seattle, WA, EE. UU) e usando uma Impressora 3D (W3D Print, Wilcos do Brasil, Petrópolis, RJ, Brasil) por método digital de processamento de luz (LCD). Os espécimes impressos em ângulo de 90 graus, com os suportes colocados no lado oposto ao lado da superfície de teste foram limpos em álcool isopropílico por 20 minutos usando um limpador ultrassônico e secos com ar comprimido isento de óleo por 20 segundos, logo polimerizados (W3D flash, Wilcos do Brasil, Petrópolis, RJ, Brasil) por 15 minutos para garantir a conversão dos monômeros. Para o grupo controle foram cortados 120 blocos da resina Hybrid (Blue Dent, Pirassununga - SP, Brasil) no mesmo tamanho com um disco de diamante (IsoMet 1000, Buehler; Lake Bluff, IL, EUA)

No *software* Minitab (Power Curve for Fratorial Completo Geral; State College, PA, EUA) calculou-se considerando um intervalo de confiança bicaudal de 95%, para um mínimo de 10 amostras por grupo, um poder amostral de 90%. Depois disso, as amostras foram aleatoriamente divididas em 10 grupos de acordo com o tratamento de superfície e envelhecimento (n = 10) (Quadro 1).

(1) Sem tratamento de superfície adicional.

(2) Condicionamento com ácido: aplicação Ácido fluorídrico 10% (Condac Porcelana, FGM Dental Group, Joinville, SC, Brasil) por 30 segundos, limpeza com água por 30 segundos e seco com ar.

(3) Abrasão a ar: jateamento com partículas de óxido de alumínio (Al_2O_3) de 50 μm usando uma abrasão de partículas a ar (Cobra, Renfert GmbH, Hilzinger, Alemanha) a uma distância de 10 mm, pressão de 0,2 MPa por 10 segundos. A amostra foi lavada com água por 10 segundos e seco com ar comprimido isento de óleo por 10 segundos.

(4) Primer: um silano contendo MDP (Monobond N, Ivoclar Vivadent, Barueri, SP, Brasil) será aplicado na superfície de cimentação das amostras durante 40 segundos ativamente. Em seguida, os espécimes serão secos com jato de ar por 10 segundos.

(5) Jateamento + Primer: esse tratamento será a combinação dos processos descritos anteriormente, primeiro as amostras serão jateadas, limpas e em seguida será aplicado o primer com MDP.

Quadro 1 - Classificação e abreviações dos grupos de teste

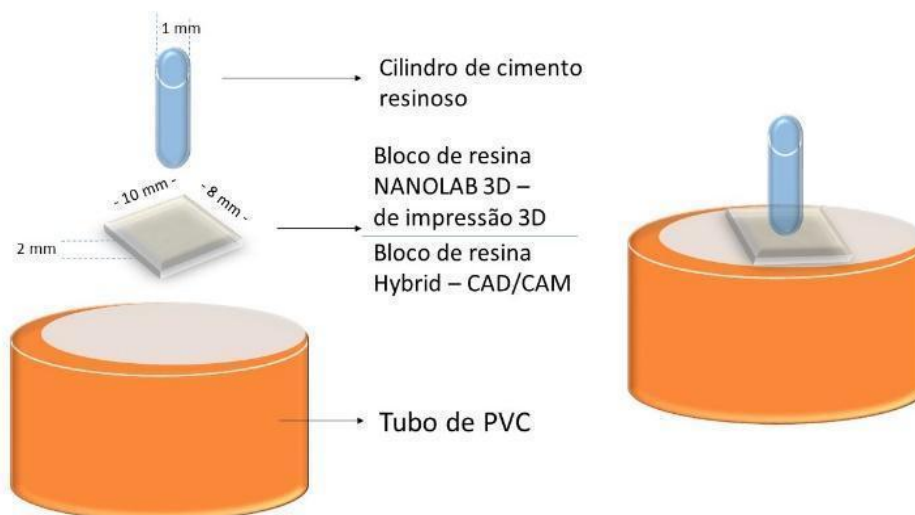
		Tratamentos de superfície				
		Sem Tratamento	Ácido Fluorídrico 10%	Jateamento	Primer	Jateamento + Primer
Resina nanohíbrida (Nanolab 3D)- (3D PRINT)	Não envelhecidos (Imediato)	ST	AC	JAT	SIL	JS
	Envelhecidos	ST	AC	JAT	SIL	JS
Resina Hybrid (Blue Dent)- (CAD/CAM)	Não envelhecidos (Imediato)	ST	AC	JAT	SIL	JS
	Envelhecidos	ST	AC	JAT	SIL	JS

Fonte: Elaborada pelo autor.

Após os tratamentos de superfície, construiu-se cilindros com cimento resinoso (Variolink N, Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein) na superfície dos

blocos de resina que foram tratadas ($\varnothing = 0,8 \text{ mm}$ e $h = 2 \text{ mm}$) e fotopolimerizados por 1 minuto (Valo LED, Ultradent; South Jordan, UT, USA) (Figura 1).

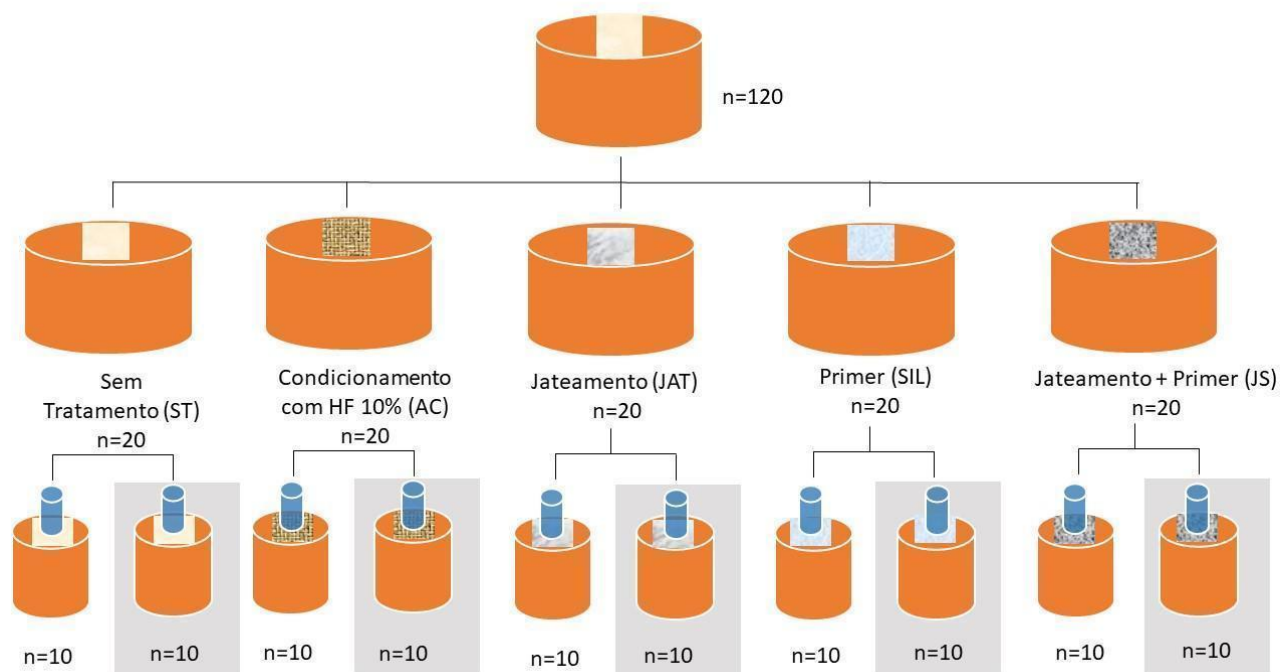
Figura 1- Confeção dos espécimes



Fonte: Elaborada pelo autor.

Cada grupo foi subdividido em 2 subgrupos ($n=10$) de acordo com o protocolo de envelhecimento térmico (envelhecidos ou não). Os grupos não envelhecidos foram testados sete dias após a cimentação, enquanto os grupos envelhecidos serão termociclados realizando 12 mil ciclos (banhos de 5 e 55°C, 30 segundos cada), e testados logo a seguir (Figura 2).

Figura 2 – Esquema ilustrativo da distribuição dos espécimes nos grupos. Os espécimes com fundo cinza representam os grupos envelhecidos na máquina de termociclagem



Fonte: Elaborada pelo autor.

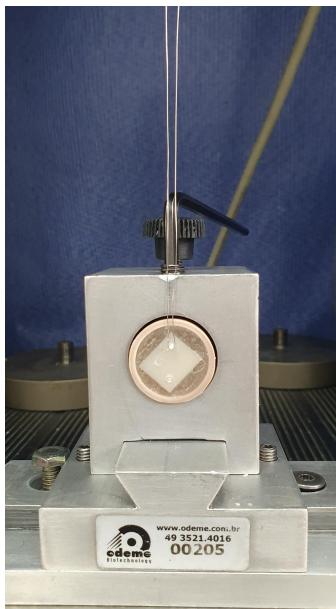
4.1.1 Ensaio de resistência de união

Realizou-se o teste de microcisalhamento (μ SBS) numa máquina de ensaio universal (DL- 1000 EMIC, São José dos Pinhais, Brasil), com carga aplicada sobre a base do cilindro através de um fio de aço (0,2 mm de diâmetro) na velocidade de 0,5 mm/min e célula de carga de 50 Kgf, até o espécime fraturar. A resistência adesiva foi calculada pela fórmula:

$$R = F/A$$

onde R = Resistência adesiva (MPa); F = Força (N); e A = Área da interface (mm²).

Figura 3- Figura ilustrativa do ensaio de microcisalhamento na máquina de ensaio universal



Fonte: Elaborada pelo autor.

4.1.2 Análise das superfícies

As superfícies dos espécimes tratados foram observadas em estereomicroscópio (Stereo Discovery V20, Zeiss, Göttingen, Germany). Para cada grupo, amostras representativas foram analisadas quanto à sua morfologia superficial no microscópio eletrônico de varredura (MEV, Inspect S50, FEI Company, Brno, República Tcheca) onde as amostras receberam cobertura com camada fina de ouro.

4.1.3 Análise das Falhas

As superfícies dos espécimes fraturados foram examinadas em estereomicroscópio (Stereo Discovery V20, Zeiss, Göttingen, Germany) e os tipos de falha foram classificadas em: A) Adesiva na interface entre resina e cimento; B)

Coesiva da resina nanohíbrida; C) Coesiva do cimento; D) Mista (adesiva mais coesiva).

4.1.4 Análise estatística dos dados

As médias e desvios padrão do μ SBS de cada amostra foram calculadas e analisadas estatisticamente. Os dados foram testados quanto à normalidade, em seguida, submetidos à ANOVA 3-fatores: "tratamento de superfície", "envelhecimento" e "material". Então, o teste de Tukey foi empregado para comparar as médias, com significância fixada em $\alpha = 0,05$.

Para a determinação da confiabilidade da união adesiva foi realizada a análise de Weibull através do método dos mínimos quadrados, também com nível de significância de 5%. Com essa distribuição, foram determinados o módulo de Weibull, que representa a homogeneidade ou confiabilidade das interfaces adesivas, e a resistência adesiva característica, que é a resistência em que 63,2% das interfaces adesivas irão falhar (Arenas et al., 2020).

5 RESULTADOS

5.1 Resistência de união

Após a análise inferencial com ANOVA 3-fatores (material x envelhecimento x tratamento de superfície) foi possível observar que houve diferença estatisticamente significativa tanto para os fatores, “material” ($p=0,000$), “tratamento de superfície” ($p=0,000$) e envelhecimento ($p=0,421$) isoladamente, como para as interações entre eles “material*tratamento de superfície” ($p=0,000$), material*envelhecimento ($p=0,000$) e envelhecimento*tratamento de superfícies ($p=0,000$).

O teste de comparação múltipla de Tukey (95%) para o fator Material mostrou maior resistência de união da resina de impressão (3D PRINT) com uma média de 23,29 MPa quando comparada com os blocos CAD/CAM com média de 6,1 MPa. Para o fator envelhecimento, é possível observar que a ciclagem térmica aumentou a resistência de união das resinas impressas e diminuiu a mesma nos blocos de manufatura subtrativa (Tabela 1).

Tabela 1- Resultados do teste de comparação múltipla de Tukey (95%) para o fator envelhecimento

Grupos	Média	Agrupamento (Tukey 95%)
3D PRINT Envelhecido	27,42	A
3D PRINT Imediato	19,15	B
CAD CAM Imediato	9,52	C
CAD CAM Envelhecido	2,67	D

Fonte: Elaborada pelo autor.

Para facilitar a análise dos dados considerando que os grupos de resina impressa e resina CAD/CAM mostraram comportamentos muito diferentes, foi realizado um Anova 2-fatores (envelhecimento e tratamento de superfície) somente para análise da resistência de união da resina impressa com cimento resinoso (Tabela 2). Houve diferença estatisticamente significativa tanto para os fatores tratamento de superfície ($p=0,000$) e envelhecimento ($p=0,000$) isoladamente, como para as interações entre eles envelhecimento*tratamento de superfícies ($p=0,000$). O teste de comparação múltipla de Tukey (95%) mostrou que as amostras envelhecidas apresentaram superioridade na resistência ao cisalhamento com a maioria dos tratamentos em comparação aos grupos imediatos, sendo o grupo JAT (jateamento) envelhecido o mais resistente de todos. Nos testes imediatos, somente resinas com aplicação de silano (SIL) tiveram resultados com semelhança aos testes posteriores a termociclagem, resinas sem tratamento de superfície (ST) e aplicação de jateamento mais silano (JS) tiveram o pior desempenho.

Tabela 2- Resultados do teste de comparação múltipla de Tukey (95%) das resinas de impressão para os fatores envelhecimento e tratamento de superfície

Grupos	Média	Agrupamento (Tukey 95%)
JAT Envelhecido	33,46 ± 7,64	A
ST Envelhecido	30,75 ± 10,12	A B
SIL Envelhecido	26,94 ± 12,09	B C
SIL Imediato	24,70 ± 4,06	B C D
AC Envelhecido	24,25 ± 6,13	B C D
JS Envelhecido	21,72 ± 6,03	C D
AC Imediato	19,75 ± 5,47	D E
JAT Imediato	18,15 ± 4,85	D E
ST Imediato	16,96 ± 7,20	E
JS Imediato	16,34 ± 6,13	E

Fonte: Elaborada pelo autor.

Para as resinas de CAD-CAM na análise interferencial Anova 2-fatores, envelhecimento e tratamento de superfície também mostraram diferenças estatisticamente significantes para os fatores tratamento de superfície ($p=0,001$) e envelhecimento ($p=0,000$). A Tabela 3 mostra os resultados do teste de comparação múltipla de Tukey (95%) das resinas CAD-CAM para o fator tratamento de superfície do grupo sem envelhecimento, onde o grupo tratado com aplicação de silano (SIL) apresentou o melhor resultado junto com o Jateamento + silano (JS), já as amostras somente jateadas (JAT), sem tratamento (ST) e com condicionamento ácido (AC) mostraram resistências de união mais baixas (Tabela 4). Após o envelhecimento, os grupos ácido (AC) e sem tratamento (ST) apresentaram 100% de falhas pré-teste, os grupos SIL, JAT e JS tiveram cerca de 50% de falhas pré-teste e média de 2,17 MPa, 2,48 MPa e 1,68 MPa de resistência de união respectivamente para os sobreviventes.

Tabela 3- Resultados do teste de comparação múltipla de Tukey (95%) das resinas CAD-CAM para o fator tratamento de superfície sem envelhecimento

Grupos	Média	Agrupamento (Tukey 95%)
SIL	13,95 ± 6,51	A
JS	12,80 ± 4,36	A
JAT	6,94 ± 2,31	B
ST	6,07 ± 5,69	B C
AC	5,27 ± 2,82	C

Fonte: Elaborada pelo autor.

Na análise de Weibull, observamos que o grupo CAD/CAM tratado com ácido (AC), CAD/CAM jateado (JAT) e resina impressa com silano (SIL) apresentaram

maior módulo de Weibull, acordo com a interposição dos intervalos de confiança. Os maiores valores à resistência característica foram observados no material CAD/CAM tratados com jateamento e sem tratamento (Tabela 4).

Tabela 4- Dados da análise de Weibull

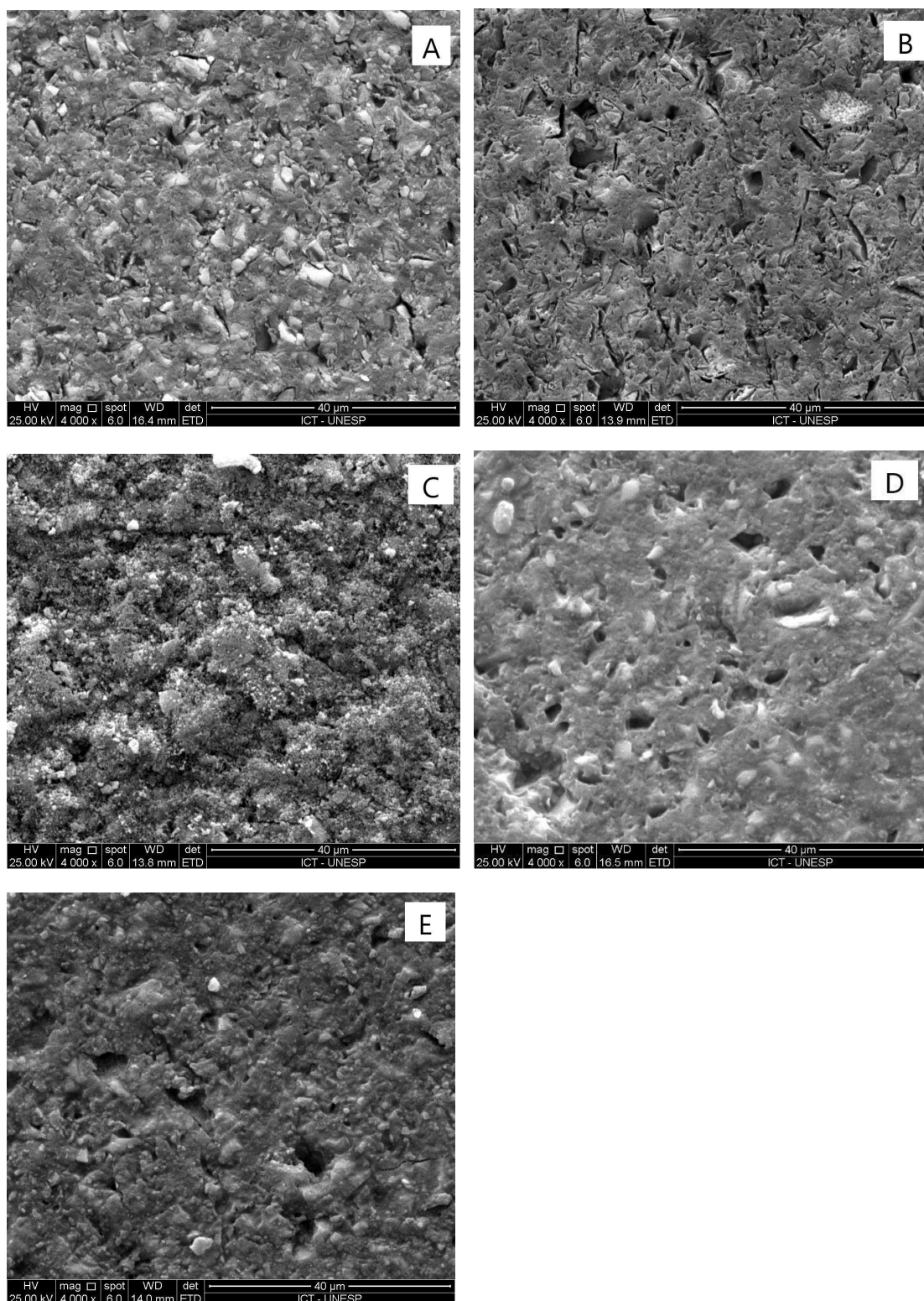
Grupos	Módulo de Weibull (m)	Intervalo de Confiança de m	Resistência característica (σ_0)	Intervalo de Confiança de σ_0
3D PRINT AC	4,06	2,908- 5,669	21,72	19,54- 24,16
3D PRINT ST	2,55	1,822- 3,591	19,03	16,14- 22,44
3D PRINT SIL	7,65	6,307- 9,297	26,20	24,65- 27,83
3D PRINT JAT	3,74	2,483- 5,650	20,12	18,22- 22,21
3D PRINT JS	2,85	2,078- 3,935	18,28	16,04- 20,80
CAD CAM AC	8,08	6,685- 9,770	25,61	24,06- 27,25
CAD CAM ST	4,52	3,534- 5,785	33,39	30,03- 37,11
CAD CAM SIL	3,04	2,523- 3,675	29,44	26,26- 33,01
CAD CAM JAT	6,14	5,041- 7,480	35,77	33,50- 38,20
CAD CAM JS	3,34	2,015- 5,552	24,26	21,72-27,10

Fonte: Elaborada pelo autor.

5.2 Análise das superfícies

Espécimes representativos foram observados em MEV para analisar quanto à sua morfologia superficial no microscópio eletrônico de varredura (MEV, Inspect S50, FEI Company, Brno, República Tcheca).

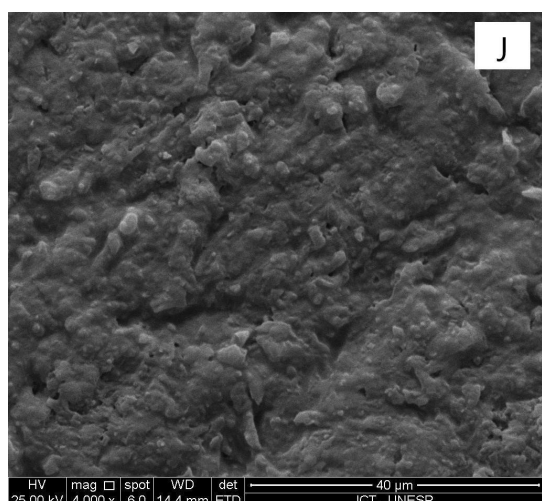
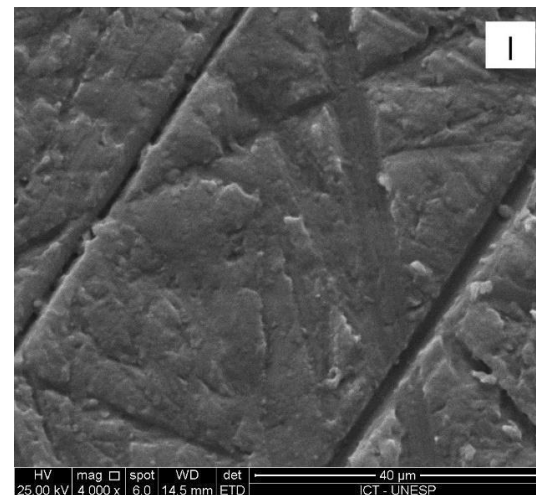
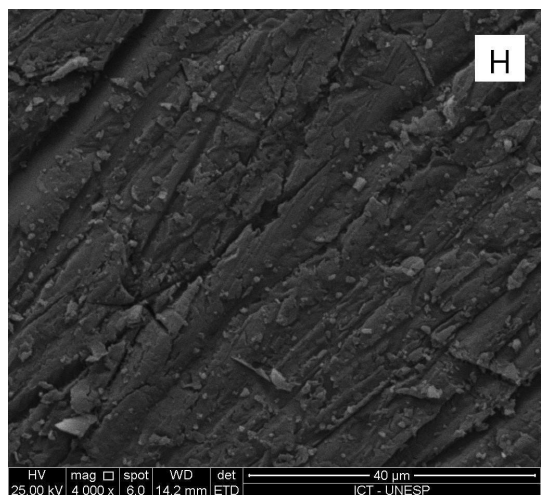
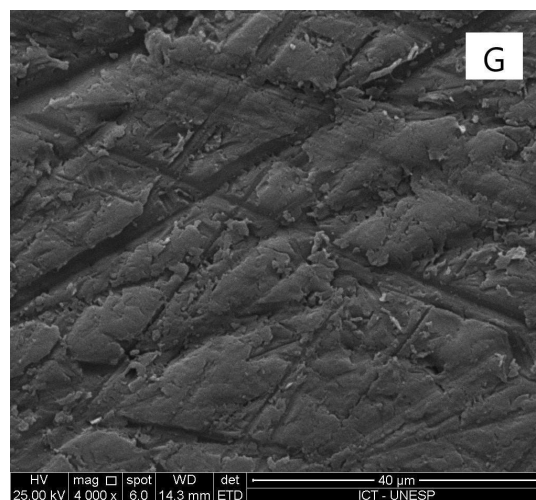
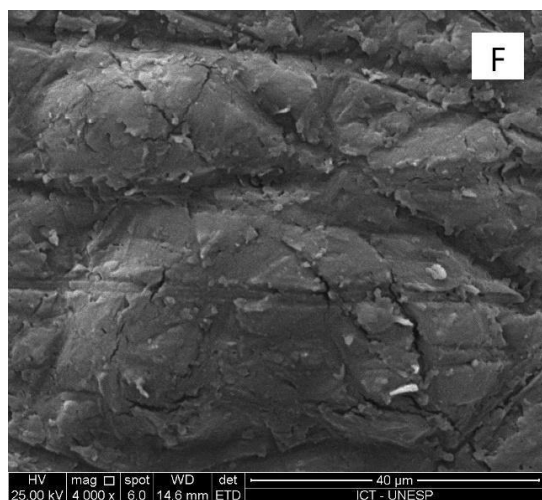
Figura 4 – Imagens de MEV dos espécimes de resina impressa



Legenda: a) Sem tratamento de superfície; b) Aplicação de ácido fluorídrico 10%; c) Jateamento com partículas de óxido de alumínio (Al_2O_3); d) Aplicação de Silano; e) Jateamento com partículas de óxido de alumínio (Al_2O_3) seguido de aplicação de silano.

Fonte: Elaborada pelo autor.

Figura 5 - Imagens de MEV dos espécimes de resina CAD/CAM



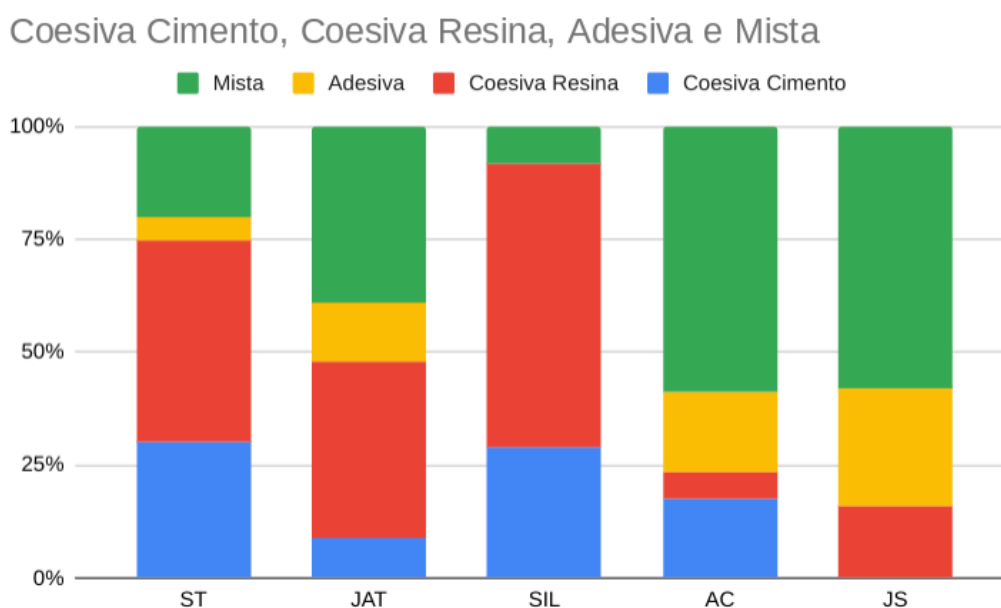
Legenda: f) Sem tratamento de superfície; g) Aplicação de ácido fluorídrico 10%; h) Jateamento com partículas de óxido de alumínio (Al_2O_3); i) Aplicação de Silano; j) Jateamento com partículas de óxido de alumínio (Al_2O_3) seguido de aplicação de silano.

Fonte: Elaborada pelo autor.

5.3 Análise de falhas

Após os testes de microcisalhamento todas as amostras foram observadas em estereomicroscópio para classificação das falhas, sendo predominantes os tipos de falhas mistas (adesiva mais coesiva) e coesivas da resina para o material impresso, contrário aos blocos de resina CAD/CAM, onde o tipo de falha adesiva na interface entre resina e cimento foi o que mais houve (Figura 6 e 7).

Figura 6- Gráfico de barras das distribuições dos modos de falha para a camada de caracterização ligada à resina nanohíbrida (3D PRINT)

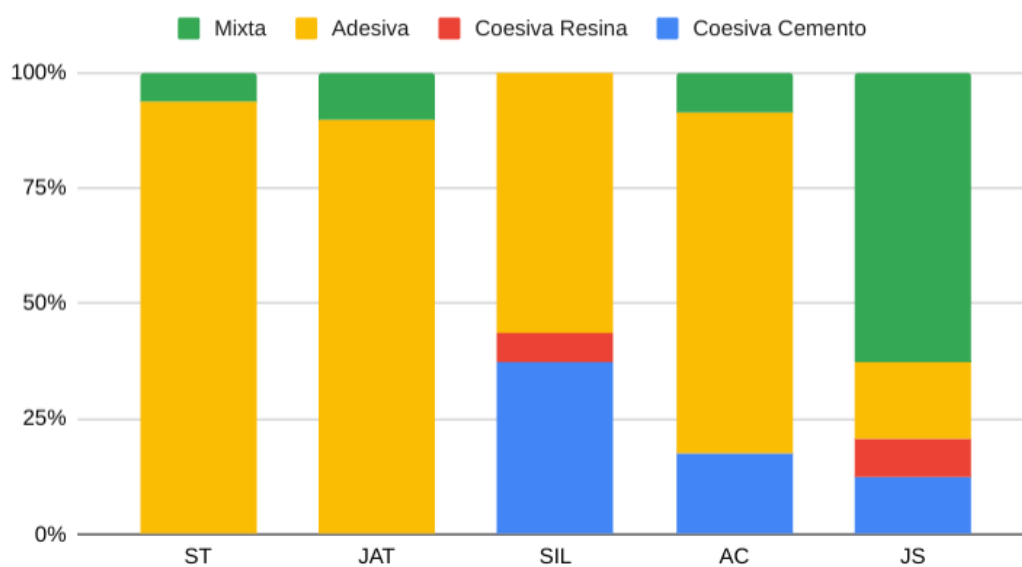


Legenda: Modos de falha: a) Mista (adesiva mais coesiva); b) Adesiva na interface entre resina e cimento; c) Coesiva da resina nanohíbrida; d) Coesiva do cimento.

Fonte: Elaborada pelo autor.

Figura 7- Gráfico de barras das distribuições dos modos de falha para a camada de caracterização ligada à resina (CAD CAM)

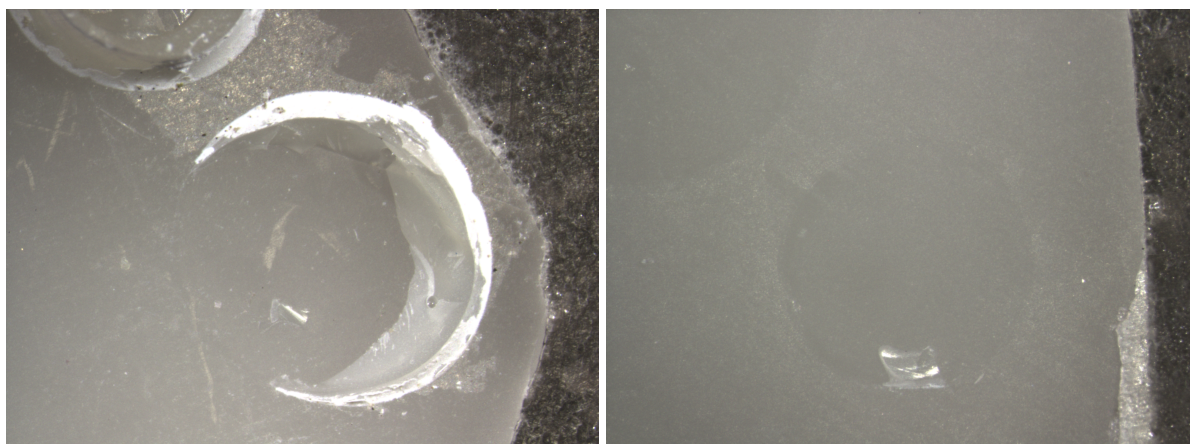
Coesiva Cimento, Coesiva Resina, Adesiva e Mixta



Legenda: Modos de falha: a) Mista (adesiva mais coesiva); b) Adesiva na interface entre resina e cimento; c) Coesiva da resina; d) Coesiva do cimento.

Fonte: Elaborada pelo autor.

Figura 8- Micrografias do modo de falhas mista e adesiva (130x de ampliação)



Fonte: Elaborada pelo autor.

6 DISCUSSÃO

A proposição do estudo foi avaliar a resistência de união e a confiabilidade da interface adesiva entre uma resina nanohíbrida para manufatura aditiva (impressão 3D) e o cimento resinoso submetidas ao teste de microcisalhamento após diferentes tratamentos de superfície, com e sem envelhecimento térmico; assim como a comparação dos resultados com a resistência de união de uma resina híbrida usada na manufatura subtrativa (CAD-CAM) com o cimento resinoso. As evidências mostraram que os tratamentos de superfície da resina nanohíbrida para impressão 3D promoveram diferentes resistências ao cisalhamento com o cimento resinoso. Além disso, foi possível perceber que as amostras obtidas por manufatura aditiva apresentaram superioridade na resistência ao cisalhamento com todos os tratamentos quando comparadas com os blocos de resinas CAD-CAM. Dessa forma, todas hipóteses do estudo foram rejeitadas.

Os maiores valores de microcisalhamento (μ SBS) foram apresentados pelas resinas de impressão nesse estudo, enquanto a resina híbrida CAD/CAM mostrou valores muito inferiores. A superioridade nos valores de μ SBS da resina nanohíbrida pode estar relacionada com a organização da estrutura em camadas deste material, que proporciona maior rugosidade favorecendo o princípio de adesão por adsorção. A análise qualitativa no MEV mostrou dita característica do material de impressão com todos os tratamentos (Figura 4). Já a topografia da superfície da resina CAD-CAM (Figura 5), mostra as superfícies mais homogêneas e com menos defeitos, o que desfavorece a retenção mecânica.

Melhorar a força de ligação entre dois materiais pode envolver o aumento da rugosidade da superfície para promover retenção mecânica e aplicação de um agente de ligação para promover a ligação química, como realizados para cerâmicas e até para esmalte e dentina. Entretanto, nesse estudo, tratamentos como aplicação de silano (SIL) e jateamento (JAT) apresentaram resultados estatisticamente semelhantes com o grupo sem tratamento (ST) antes e depois do envelhecimento térmico. O jateamento mais silano (JS) mostrou o pior comportamento na resistência à união, junto com o condicionamento de ácido fosfórico (AC). As concentrações e o tempo de exposição ao ácido fosfórico promoveram aumento do tamanho dos poros, no entanto, quanto maior a

concentração e exposição, maior a deterioração da superfície, o que pode levar a falhas coesivas e estas foram encontradas na análise da interface no estereomicroscópio para este tratamento. O jateamento com Al_2O_3 não só cria uma superfície rugosa, mas também torna mais receptiva à adesão química. A camada de alumina que se forma na superfície do substrato e após a silanização forma ligações por pontes de hidrogênio Si-O-Al, mas este tipo de ligação é mais suscetível à hidrólise, o que pode ter deteriorado a interface após a termociclagem. Atualmente são abordadas preocupações sobre a estabilidade hidrolítica da ligação siloxano formada de agentes de acoplamento de silano com resinas compostas e materiais restauradores que contém sílica na sua composição (Lung et al., 2012). Uma outra explicação é que sistemas com partículas de carga que apresentam silano em sua composição, que, apesar de ser fundamental para a adesão entre a carga e a matriz resinosa, interferem na cura do material. Além disso, camadas mais espessas de monômeros resinosos facilitam a inclusão de oxigênio entre suas moléculas. Esse oxigênio reduz a formação de cadeias poliméricas, ocasionando a presença de monômeros não polimerizados que funcionam como defeitos (Eliades, 1994). O jateamento mostrou ser um método eficiente para modificar a morfologia superficial de materiais como polímeros, as alterações na morfologia da superfície mudam a molhabilidade e levam a uma aparente estabilização dos parâmetros de rugosidade. Estudos também referem que o jateamento resulta em maiores níveis de rugosidade em materiais reforçados com fibras do que nos não reforçados (Rocha et al., 2016).

De forma geral os resultados obtidos são semelhantes aos de Lim e Shin (2020), em que resinas impressas em 3D com fins temporários (Nextdent C&B, Vertex-Dental B. V., Soesterberg, Holanda) foram cimentadas à vários materiais de reparo, e embora a abrasão usando óxido de alumínio $50\ \mu\text{m}$ (Al_2O_3) tenha mostrado características micro retentivas em imagens de MEV, não houve diferença estatisticamente significativa na resistência ao cisalhamento em comparação ao grupo controle sem tratamento, nem químico nem mecânico (Lim, Shin, 2020). Outro estudo usando a mesma resina de impressão (Nextdent C&B), teve o grupo jateado com óxido de alumínio de $50\ \mu\text{m}$ (Al_2O_3) apresentando os maiores valores médios de resistência ao cisalhamento (Jeong, Kim, 2019). A razão para esta diferença pode ser devido a estrutura em camadas da resina impressa em 3D.

Materiais com estrutura de camadas podem mostrar diferentes comportamentos de ligação de acordo a diferentes regiões dentro do material, dependendo da extensão da reticulação das moléculas de resina e a estrutura em camadas (Papazoglou et al., 1999).

Nos resultados das resinas CAD-CAM o grupo tratado com primer (SIL) apresentou o melhor resultado, e as amostras sem tratamento (ST) ou com condicionamento ácido (AC) foram as piores, corroborando que somente a criação de microrugosidades resultante da preparação mecânica não é suficiente para obter bons níveis de adesão, sendo necessário a aplicação do silano para uma adesão por um período mais prolongado neste tipo de material (Dal Piva et al., 2020; Tribst et al., 2020; Grangeiro et al., 2021). Campos e colaboradores avaliaram a resistência de união entre uma cerâmica híbrida CAD/CAM (Vita Enamic, Vita Zahnfabrik, Bad Säckingen, Alemanha) e cimento resinoso, tendo em conta diferentes tratamentos de superfície envelhecimento térmico com 6.000 ciclos. Antes do envelhecimento, o grupo jateado mostrou a maior resistência de união, sendo semelhantes aos grupos atacados com ácido fosfórico e fluorídrico. Entretanto, após o envelhecimento o grupo condicionado com ácido fluorídrico apresentou maior resistência de união (Campos et al., 2016). Um outro estudo *in vitro* também compara diversos tratamentos de superfície em blocos Vita Enamic infere que a superfície com ataque de HF 5%, seguido da aplicação de primer cerâmico autocondicionante, são os melhores tratamentos de superfície para a adesão da camada de caracterização (Grangeiro et al., 2021). Porém em aqueles materiais compostos por um maior teor de resina composta, o ataque ácido com HF não é recomendado (Diogo et al., 2015).

A termociclagem foi realizada para a simulação do ambiente bucal de um paciente, caracterizada por promover um tipo de envelhecimento sobre o material. Neste estudo foi possível notar a susceptibilidade ao envelhecimento térmico nos grupos de resina CAD-CAM, mas não no grupo das resinas impressas. Sabe-se que neste teste ocorre difusão da água, transferência térmica e certa tensão na interface adesiva que tendem a acelerar a degradação hidrolítica das estruturas de polímeros adesivos, diminuindo conseqüentemente, a adesão de cimentos resinosos. Tal fato corrobora com dados de estudos anteriormente citados, sendo possível perceber certa redução nos valores de resistência adesiva após a realização de ciclos

térmicos e submissão a testes adesivos (Grangeiro et al., 2021). Enquanto para a resina nanohíbrida os valores de μ SBS aumentaram consideravelmente após a termociclagem. Isto pode acontecer porque em resinas de manufatura aditiva a termociclagem pode atuar aumentando o embricamento mecânico, pela intensificação do processo de pós-polimerização da resina (Piwowarczyk et al., 2004). Como mostra a Figura 6, estes grupos também apresentaram uma taxa considerável de falhas mistas e coesivas.

Esse estudo também realizou a análise de Weibull da resistência de união, determinando com o módulo de Weibull o grupos com maior e menor confiabilidade adesiva (Nadal et al., 2022). Os tratamentos de superfície que mostraram maior confiabilidade ou homogeneidade da interface adesiva foram aplicação do silano para a resina de impressão e aplicação de ácido e jateamento para a resina CAD/CAM. Na análise de Weibull também foi determinada a resistência característica, que é a resistência em que 63,2% das interfaces adesivas irão falhar. O maior valor de resistência característica foi encontrado para as resinas de CAD/CAM com jateamento e sem tratamento. Com essa análise podemos observar maior previsibilidade no comportamento adesivo das resinas para CAD/CAM do que para as resinas impressas, mesmo que as fresadas tenham menores valores de resistência de união.

Alguns fatores acabam trazendo certa dificuldade de elucidação e especificidade dos dados, como a falta de padronização dos testes de resistência adesiva (Lopes et al., 2021) e a grande quantidade de estudos com diferentes protocolos de envelhecimento térmico. O uso limitado de técnicas de tratamento de superfície, a realização de apenas uma modalidade de teste de resistência adesiva, a utilização de um único tipo de cimento e um número específico de ciclos térmicos são fatores limitantes encontrados neste estudo. Sendo assim, mais estudos são necessários para melhor entendimento e conclusões mais específicas da diferença do comportamento adesivo entre diferentes resinas com diferentes composições.

7 CONCLUSÃO

De acordo com os achados deste estudo, é possível concluir que a aplicação de silano é o melhor tratamento de superfície para as resinas de impressão 3D, já que proporcionou bons valores de resistência de união e maior confiabilidade da interface adesiva. Para as resinas de CAD/CAM, apesar do condicionamento ácido ter mostrado maiores valores de μ SBS, recomenda-se estudos que avaliem outras opções de tratamentos de superfície que possam otimizar a adesão nesse material.

A resistência adesiva a longo prazo de uma resina nanohíbrida para impressão 3D é alta e pode ser influenciada positivamente pelo envelhecimento, contrário aos materiais obtidos por manufatura subtrativa que sofrem degradação na interface.

REFERÊNCIAS

Arenas JM, Narbón JJ, Alía C. Optimum adhesive thickness in structural adhesives joints using statistical techniques based on Weibull distribution. *Int J Adhes Adhes.* 2010;30(3):160–65. doi: <https://doi.org/10.1016/J.IJADHADH.2009.12.003>.

Awada A, Nathanson D. Mechanical properties of resin-ceramic CAD/CAM restorative materials. *J Prosthet Dent.* 2015 Oct;114(4):587-93. doi: 10.1016/j.prosdent.2015.04.016. Epub 2015 Jul 2. PMID: 26141648.

Barazanchi A, Li KC, Al-Amleh B, Lyons K, Waddell JN. Additive Technology: Update on current materials and applications in dentistry. *J Prosthodont.* 2017 Feb;26(2):156-163. doi: 10.1111/jopr.12510. Epub 2016 Sep 23. PMID: 27662423.

Behr M, Rosentritt M, Handel G. Fiber-reinforced composite crowns and FPDs: a clinical report. *Int J Prosthodont.* 2003 May-Jun;16(3):239-43. PMID: 12854785.

Bindl A, Lüthy H, Mörmann WH. Strength and fracture pattern of monolithic CAD/CAM-generated posterior crowns. *Dent Mater.* 2006 Jan;22(1):29-36. doi: 10.1016/j.dental.2005.02.007. Epub 2005 Jul 22. PMID: 16040113.

Blum IR, Nikolinakos N, Lynch CD, Wilson NH, Millar BJ, Jagger DC. An in vitro comparison of four intra-oral ceramic repair systems. *J Dent.* 2012 Nov;40(11):906-12. doi: 10.1016/j.jdent.2012.07.008. Epub 2012 Jul 20. PMID: 22819811.

Bottino MA, Bergoli C, Lima EG, Marocho SM, Souza RO, Valandro LF. Bonding of Y-TZP to dentin: effects of Y-TZP surface conditioning, resin cement type, and aging. *Oper Dent.* 2014 May-Jun;39(3):291-300. doi: 10.2341/12-235-L. Epub 2013 Oct 22. PMID: 24147749.

Bottino MA, Campos F, Ramos NC, Rippe MP, Valandro LF, Melo RM. Inlays made from a material hybrid: adaptation and bond strengths. *Oper Dent.* 2015 May-Jun;40(3):E83-91. doi: 10.2341/13-343-L. Epub 2014 Nov 18. PMID: 25405903.

Braga RR, Meira JB, Boaro LC, Xavier TA. Adhesion to tooth structure: a critical review of “macro” test methods. *Dent Mater.* 2010;26(2):e38–49. doi: <https://doi.org/10.1016/j.dental.2009.11.150>

Calvache AL, Ramos N, Bottino MA, Tribst JP. Indications, materials and properties of 3D printing in dentistry: a literature overview. *Res., Soc. Dev.* 2020; 9. e80791110632. 10.33448/rsd-v9i11.10632.

Campos F, Almeida CS, Rippe MP, de Melo RM, Valandro LF, Bottino MA.

Resin bonding to a hybrid ceramic: Effects of surface treatments and aging. *Oper Dent.* 2016 Mar-Apr;41(2):171-8. doi: 10.2341/15-057-L. Epub 2015 Aug 12. PMID: 26266652.

Castro EF, Azevedo VLB, Nima G, Andrade OS, Dias CTDS, Giannini M. Adhesion, mechanical properties, and microstructure of resin-matrix CAD-CAM ceramics. *J Adhes Dent.* 2020;22(4):421-431. doi: 10.3290/j.jad.a44874. PMID: 32666069.

Chung YJ, Park JM, Kim TH, Ahn JS, Cha HS, Lee JH. 3D Printing of resin material for denture artificial teeth: Chipping and indirect tensile fracture resistance. *Materials (Basel).* 2018 Sep 21;11(10):1798. doi: 10.3390/ma11101798. PMID: 30248955; PMCID: PMC6213768.

Coldea A, Swain MV, Thiel N. Mechanical properties of polymer-infiltrated-ceramic-network materials. *Dent Mater.* 2013 Apr;29(4):419-26. doi: 10.1016/j.dental.2013.01.002. Epub 2013 Feb 12. PMID: 23410552.

Dal Piva AMO, Tribst JPM, Werner A, Anami LC, Bottino MA, Kleverlaan CJ. Three-body wear effect on different CAD/CAM ceramics staining durability. *J Mech Behav Biomed Mater.* 2020 Mar;103:103579. doi: 10.1016/j.jmbbm.2019.103579. Epub 2019 Dec 3. PMID: 32090908.

Silva PNFD, Martinelli-Lobo CM, Bottino MA, Melo RM, Valandro LF. Bond strength between a polymer-infiltrated ceramic network and a composite for repair: effect of several ceramic surface treatments. *Braz Oral Res.* 2018;32:e28. doi: 10.1590/1807-3107bor-2018.vol32.0028. Epub 2018 Apr 5. PMID: 29641642.

Dawood A, Marti Marti B, Sauret-Jackson V, Darwood A. 3D printing in dentistry. *Br Dent J.* 2015 Dec;219(11):521-9. doi: 10.1038/sj.bdj.2015.914. Erratum in: *Br Dent J.* 2016 Jan 22;220(2):86. PMID: 26657435.

Della Bona A, Corazza PH, Zhang Y. Characterization of a polymer-infiltrated ceramic-network material. *Dent Mater.* 2014 May;30(5):564-9. doi: 10.1016/j.dental.2014.02.019. Epub 2014 Mar 20. PMID: 24656471; PMCID: PMC4651623.

de Oliveira DC, Rocha MG, Gatti A, Correr AB, Ferracane JL, Sinhoret MA. Effect of different photoinitiators and reducing agents on cure efficiency and color stability of resin-based composites using different LED wavelengths. *J Dent.* 2015 Dec;43(12):1565-72. doi: 10.1016/j.jdent.2015.08.015. Epub 2015 Sep 3. PMID: 26343422.

Dhawan P, Prakash H, Shah N. Clinical and scanning electron microscopic assessments of porcelain and ceromer resin veneers. *Indian J Dent Res.* 2003 Oct-Dec;14(4):264-78. PMID: 15328996.

Diogo PL. Resistência à microtração de compósito a novos blocos CAD/CAM resina-cerâmica em função do tratamento de superfície e do tempo de armazenamento [tese] Florianópolis (SC): Universidade Federal de Santa Catarina, Centro de Ciências da Saúde; 2015.

Douglas RD. Color stability of new-generation indirect resins for prosthodontic application. *J Prosthet Dent.* 2000 Feb;83(2):166-70. doi: 10.1016/s0022-3913(00)80008-6. PMID: 10668028.

Elsaka SE. Repair bond strength of resin composite to a novel CAD/CAM hybrid ceramic using different repair systems. *Dent Mater J.* 2015;34(2):161-7. doi: 10.4012/dmj.2014-159. Epub 2015 Jan 19. PMID: 25736259.

Eliades G. Clinical relevance of the formulation and testing of dentine bonding systems. *J Dent.* 1994 Apr;22(2):73-81. doi: 10.1016/0300-5712(94)90004-3. PMID: 8195479.

Grangeiro MTV, Rossi NR, Barreto LAL, Bottino MA, Tribst JPM. Effect of Different Surface Treatments on the Bond Strength of the Hybrid Ceramic Characterization Layer. *J Adhes Dent.* 2021 Oct 1;23(5):429-435. doi: 10.3290/j.jad.b2000235. PMID: 34549926.

Hada T, Kanazawa M, Iwaki M, Arakida T, Soeda Y, Katheng A, et al. Effect of printing direction on the accuracy of 3D-Printed dentures using stereolithography technology. *Materials.* 2020;13(15):3405. doi: <https://doi.org/10.3390/ma13153405>

Hull CW. The birth of 3D printing. *Res. Technol. Manag.* 2015;58(6), 25–30.

Ji X, Mirkoohi E, Ning J, Liang SY: Analytical modeling of post-printing grain size in metal additive manufacturing. *Opt Lasers Eng* 2019; 124:105805.

Jeong KW, Kim SH. Influence of surface treatments and repair materials on the shear bond strength of CAD/CAM provisional restorations. *J Adv Prosthodont.* 2019 Apr;11(2):95-104. doi: 10.4047/jap.2019.11.2.95. Epub 2019 Apr 26. PMID: 31080570; PMCID: PMC6491361.

Jockusch J, Özcan M. Additive manufacturing of dental polymers: An overview on processes, materials and applications. *Dent Mater J.* 2020 Jun 5;39(3):345-354. doi: 10.4012/dmj.2019-123. Epub 2020 Feb 7. PMID: 32037387.

Kaizer MD. Partículas inorgânicas funcionalizadas e materiais restauradores híbridos em Odontologia [tese] Rio Grande do Sul (RS): Universidade Federal de Pelotas, Faculdade de Odontologia; 2015.

Kim JJ, Moon HJ, Lim BS, Lee YK, Rhee SH, Yang HC. The effect of nanofiller on the opacity of experimental composites. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater.* 2007 Feb;80(2):332-8. doi: 10.1002/jbm.b.30601. PMID: 16850469.

Kimmich M, Stappert CF. Intraoral treatment of veneering porcelain chipping of fixed dental restorations: a review and clinical application. *J Am Dent Assoc.* 2013 Jan;144(1):31-44. doi: 10.14219/jada.archive.2013.0011. PMID: 23283924.

Lim NK, Shin SY. Bonding of conventional provisional resin to 3D printed resin: the role of surface treatments and type of repair resins. *J Adv Prosthodont.* 2020 Oct;12(5):322-328. doi: 10.4047/jap.2020.12.5.322. Epub 2020 Oct 26. PMID: 33149854; PMCID: PMC7604236.

Lise DP, Van Ende A, De Munck J, Vieira L, Baratieri LN, Van Meerbeek B. Microtensile bond strength of composite cement to novel CAD/CAM materials as a function of surface treatment and aging. *Oper Dent.* 2017 Jan/Feb;42(1):73-81. doi: 10.2341/15-263-L. Epub 2016 Sep 30. PMID: 27689770.

Lise DP, Perdigão J, Van Ende A, Zidan O, Lopes GC. Microshear bond strength of resin cements to lithium disilicate substrates as a function of surface preparation. *Oper Dent.* 2015 Sep-Oct;40(5):524-32. doi: 10.2341/14-240-L. Epub 2015 Mar 6. PMID: 25748211.

Lopes GRS, Ramos NC, Grangeiro MTV, Matos JDM, Bottino MA, Özcan M, et al. Adhesion between zirconia and resin cement: A critical evaluation of testing methodologies. *J Mech Behav Biomed Mater.* 2021 Aug;120:104547. doi: 10.1016/j.jmbbm.2021.104547. Epub 2021 Apr 21. PMID: 33940486.

Lung CY, Matinlinna JP. Aspects of silane coupling agents and surface conditioning in dentistry: an overview. *Dent Mater.* 2012 May;28(5):467-77. doi: 10.1016/j.dental.2012.02.009. Epub 2012 Mar 15. PMID: 22425571.

Matinlinna JP, Lung CYK, Tsoi JKH. Silane adhesion mechanism in dental applications and surface treatments: A review. *Dent Mater.* 2018 Jan;34(1):13-28. doi: 10.1016/j.dental.2017.09.002. Epub 2017 Sep 29. PMID: 28969848.

Mosharraf R, Rismanchian M, Savabi O, Ashtiani AH. Influence of surface modification techniques on shear bond strength between different zirconia cores and veneering ceramics. *J Adv Prosthodont.* 2011 Dec;3(4):221-8. doi: 10.4047/jap.2011.3.4.221. Epub 2011 Dec 28. PMID: 22259706; PMCID: PMC3259448.

Moura DMD, Veríssimo AH, Leite Vila-Nova TE, Calderon PS, Özcan M, Assunção Souza RO. Which surface treatment promotes higher bond strength for the repair of resin nanoceramics and polymer-infiltrated ceramics? A systematic review and meta-analysis. *J Prosthet Dent.* 2022 Aug;128(2):139-149. doi: 10.1016/j.prosdent.2020.06.009. Epub 2021 Feb 9. PMID: 33573835.

Mörmann WH, Bindl A, Lüthy H, Rathke A. Effects of preparation and luting

system on all-ceramic computer-generated crowns. *Int J Prosthodont*. 1998 Jul-Aug;11(4):333-9. PMID: 9758997.

Nadal LPO, Ramos NC, Tribst JPM, Anami LC, Melo RM, Bottino MA. Interfacial Fracture Energy Between New Translucent Zirconias and a Resin Cement. *J Adhes Dent*. 2022 Apr 13;24(1):147-154. doi: 10.3290/j.jad.b2916403. PMID: 35416442.

Ozcan M, Valandro LF, Amaral R, Leite F, Bottino MA. Bond strength durability of a resin composite on a reinforced ceramic using various repair systems. *Dent Mater*. 2009 Dec;25(12):1477-83. doi: 10.1016/j.dental.2009.06.020. Epub 2009 Aug 9. PMID: 19671476.

Ozcan M, Valandro LF, Amaral R, Leite F, Bottino MA. Bond strength durability of a resin composite on a reinforced ceramic using various repair systems. *Dent Mater*. 2009 Dec;25(12):1477-83. doi: 10.1016/j.dental.2009.06.020. Epub 2009 Aug 9. PMID: 19671476.

Papazoglou E, Vasilas AI. Shear bond strengths for composite and autopolymerized acrylic resins bonded to acrylic resin denture teeth. *J Prosthet Dent*. 1999 Nov;82(5):573-8. doi: 10.1016/s0022-3913(99)70056-9. PMID: 10559729.

Piwowarczyk A, Lauer HC, Sorensen JA. In vitro shear bond strength of cementing agents to fixed prosthodontic restorative materials. *J Prosthet Dent*. 2004 Sep;92(3):265-73. doi: 10.1016/j.prosdent.2004.06.027. PMID: 15343162.

Puebla K, Arcaute K, Quintana R, Wicker RB. Effects of environmental conditions, aging, and build orientations on the mechanical properties of ASTM type I specimens manufactured via stereolithography. *Rapid Prototyp J*. 2012 July;18(5):374-388. doi: <https://doi.org/10.1108/13552541211250373>.

Revilla-León M, Meyers MJ, Zandinejad A, Özcan M. A review on chemical composition, mechanical properties, and manufacturing work flow of additively manufactured current polymers for interim dental restorations. *J Esthet Restor Dent*. 2019 Jan;31(1):51-57. doi: 10.1111/jerd.12438. Epub 2018 Oct 27. PMID: 30367716.

Rocha RF, Anami LC, Campos TM, Melo RM, Souza RO, Bottino MA. Bonding of the polymer polyetheretherketone (PEEK) to human dentin: Effect of surface treatments. *Braz Dent J*. 2016 Oct-Dec;27(6):693-699. doi: 10.1590/0103-6440201600796. PMID: 27982181.

Rohr N, Flury A, Fischer J. Efficacy of a universal adhesive in the bond strength of composite cements to polymer-infiltrated ceramic. *J Adhes Dent*. 2017;19(5):417-424. doi: 10.3290/j.jad.a39277. PMID: 29152620.

Scherrer SS, Cesar PF, Swain MV. Direct comparison of the bond strength results of the different test methods: a critical literature review. *Dent Mater*.

2010 Feb;26(2):e78-93. doi: 10.1016/j.dental.2009.12.002. Epub 2010 Jan 8. PMID: 20060160.

Sirisha K, Rambabu T, Ravishankar Y, Ravikumar P. Validity of bond strength tests: A critical review-Part II. *J Conserv Dent*. 2014 Sep;17(5):420-6. doi: 10.4103/0972-0707.139823. PMID: 25298640; PMCID: PMC4174699.

Şişmanoğlu S, Gürcan AT, Yıldırım-Bilmez Z, Turunç-Oğuzman R, Gümüştas B. Effect of surface treatments and universal adhesive application on the microshear bond strength of CAD/CAM materials. *J Adv Prosthodont*. 2020 Feb;12(1):22-32. doi: 10.4047/jap.2020.12.1.22. Epub 2020 Feb 20. PMID: 32128083; PMCID: PMC7040451.

Soares CJ, Soares PV, Pereira JC, Fonseca RB. Surface treatment protocols in the cementation process of ceramic and laboratory-processed composite restorations: a literature review. *J Esthet Restor Dent*. 2005; 17(4):224-35. doi: 10.1111/j.1708-8240.2005.tb00119.x. PMID: 16231493.

Spitznagel FA, Horvath SD, Guess PC, Blatz MB. Resin bond to indirect composite and new ceramic/polymer materials: a review of the literature. *J Esthet Restor Dent*. 2014 Nov-Dec;26(6):382-93. doi: 10.1111/jerd.12100. Epub 2014 Apr 23. PMID: 24754327.

Stawarczyk B, Krawczuk A, Ilie N. Tensile bond strength of resin composite repair in vitro using different surface preparation conditionings to an aged CAD/CAM resin nanoceramic. *Clin Oral Investig*. 2015 Mar;19(2):299-308. doi: 10.1007/s00784-014-1269-3. Epub 2014 Jun 15. PMID: 24930133.

Stawarczyk B, Liebermann A, Eichberger M, Güth JF. Evaluation of mechanical and optical behavior of current esthetic dental restorative CAD/CAM composites. *J Mech Behav Biomed Mater*. 2015 Mar;55:1-11. doi: 10.1016/j.jmbbm.2015.10.004. Epub 2015 Oct 19. PMID: 26519658.

Steinbrenner H. Multichromatic and highly translucent hybrid ceramic Vita Enamic. *Int J Comput Dent*. 2018;21(3):239-250. PMID: 30264053.

Tahayeri A, Morgan M, Fugolin AP, Bompolaki D, Athirasala A, Pfeifer CS, et al.. 3D printed versus conventionally cured provisional crown and bridge dental materials. *Dent Mater*. 2018 Feb;34(2):192-200. doi: 10.1016/j.dental.2017.10.003. Epub 2017 Oct 27. PMID: 29110921; PMCID: PMC5801146.

Tribst JPM, Dal Piva AMO, Werner A, Anami LC, Bottino MA, Kleverlaan CJ. Durability of staining and glazing on a hybrid ceramics after the three-body wear. *J Mech Behav Biomed Mater*. 2020 Sep;109:103856. doi: 10.1016/j.jmbbm.2020.103856. Epub 2020 May 16. PMID: 32543416.

Van Meerbeek B, Peumans M, Poitevin A, Mine A, Van Ende A, Neves A, De Munck J. Relationship between bond-strength tests and clinical outcomes.

Dent Mater. 2010 Feb;26(2):e100-21. doi: 10.1016/j.dental.2009.11.148. Epub 2009 Dec 16. PMID: 20006379.

Van Noort R, Cardew GE, Howard IC, Noroozi S. The effect of local interfacial geometry on the measurement of the tensile bond strength to dentin. J Dent Res. 1991 May;70(5):889-93. doi: 10.1177/00220345910700050501. PMID: 1827133.

Xie H, Tay FR, Zhang F, Lu Y, Shen S, Chen C. Coupling of 10-methacryloyloxydecylidihydrogenphosphate to tetragonal zirconia: Effect of pH reaction conditions on coordinate bonding. Dent Mater. 2015 Oct;31(10):e218-25. doi: 10.1016/j.dental.2015.06.014. Epub 2015 Jul 17. PMID: 26189930.

Zaghloul H, Elkassas DW, Haridy MF. Effect of incorporation of silane in the bonding agent on the repair potential of machinable esthetic blocks. Eur J Dent. 2014 Jan;8(1):44-52. doi: 10.4103/1305-7456.126240. PMID: 24966745; PMCID: PMC4054031.

Zeynep Özkurt-Kayahan. Monolithic zirconia: A review of the literature. Biomed. Res. 2016;27:1427-1436.

Zhang ZC, Li PL, Chu FT, Shen G. Influence of the three-dimensional printing technique and printing layer thickness on model accuracy. J Orofac Orthop. 2019 Jul;80(4):194-204. English. doi: 10.1007/s00056-019-00180-y. Epub 2019 Jun 6. PMID: 31172199.

Zimmermann M, Koller C, Reymus M, Mehl A, Hickel R. Clinical Evaluation of indirect particle-filled composite resin CAD/CAM partial crowns after 24 months. J Prosthodont. 2018 Oct;27(8):694-699. doi: 10.1111/jopr.12582. Epub 2017 Apr 19. PMID: 28422359.