RESSALVA

Atendendo a solicitação do(a) autor(a), o texto completo desse trabalho será disponibilizado no repositório a partir de 24/02/2027.

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

an

STEFANY COUTO SANTANA

EFEITO DE DIFERENTES TRATAMENTOS DE SUPERFÍCIE NA RESISTÊNCIA AO CISALHAMENTO ENTRE UMA RESINA DE LONGA DURAÇÃO PARA IMPRESSÃO 3D E CIMENTO RESINOSO

2025

STEFANY COUTO SANTANA

EFEITO DE DIFERENTES TRATAMENTOS DE SUPERFÍCIE NA RESISTÊNCIA AO CISALHAMENTO ENTRE UMA RESINA DE LONGA DURAÇÃO PARA IMPRESSÃO 3D 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 Mestra, pelo Programa de Pós-Graduação em CIÊNCIAS APLICADAS À SAÚDE BUCAL.

Área: Prótese Dentária. Linha de pesquisa: Desempenho de materiais e técnicas em odontologia restauradora.

Orientadora: Profa. Dra. Nathália de Carvalho Ramos Ribeiro

São José dos Campos

2025

Instituto de Ciência e Tecnologia [internet]. Normalização de tese e dissertação [acesso em 2025]. 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).

Santana, Stefany Couto
Efeito de diferentes tratamentos de superfície na resistência ao cisalhamento entre uma resina de longa duração para impressão 3D e cimento resinoso / Stefany Couto Santana. - São José dos Campos : [s.n.], 2025.
61 f. : il.

Dissertação (Mestrado em Odontologia Restauradora) - Pós-Graduação em Odontologia Restauradora - Universidade Estadual Paulista (UNESP), Instituto de Ciência e Tecnologia, São José dos Campos, 2025.
Orientador: Nathália de Carvalo Ramos Ribeiro.

1. Resistência ao Cisalhamento. 2. Impressão Tridimensional. 3. Resinas. 4. Ciência dos Materiais. I. Ribeiro, Nathália de Carvalo Ramos, 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.

Ficha catalográfica elaborada pela Biblioteca Prof. Achille Bassi e Seção Técnica de Informática, ICMC/USP
com adaptações - STATI, STRAUD e DTI do ICT/UNESP.
Renata Aparecida Couto Martins CRB-8/8376

IMPACTO POTENCIAL DESTA PESQUISA

O estudo *in vitro* realizado oferece contribuições significantes para a odontologia restauradora, principalmente para o campo de tecnologias CAD/CAM e materiais para impressão 3D. Ao investigar os tratamentos de superfícies mais eficazes para melhora da adesão entre o substrato impresso e o cimento resinoso, os resultados obtidos podem orientar clínicos e pesquisadores na melhor escolha do tratamento reabilitador.

Os resultados obtidos nesse estudo contribuem para melhorar a durabilidade das coroas dentárias impressas, minimizando falhas adesivas e promovendo uma maior longevidade das restaurações. Além disso, espera-se estabelecer um protocolo de tratamento de superfície para resinas impressas.

POTENTIAL IMPACT OF THIS RESEARCH

The in vitro study performed offers significant contributions to restorative dentistry, especially in the field of CAD/CAM technologies and 3D printing materials. By investigating the most effective surface treatments to improve adhesion between the printed substrate and the resin cement, the results obtained can guide clinicians and researchers in the best choice of restorative treatment.

The results obtained in this study contribute to improving the durability of printed dental crowns, minimizing adhesive failures and promoting greater longevity of restorations. In addition, it is expected to establish a surface treatment protocol for printed resins.

BANCA EXAMINADORA

Profa. Dra. Nathália de Carvalho Ramos Ribeiro
Universidade Estadual Paulista
ICT-UNESP
São José dos Campos, São Paulo

Prof. Dr. Rolando Plumer Pezzini
Universidade Estadual do Oeste do Paraná
Unioeste
Cascavel, Paraná

Profa. Dr. João Maurício Ferraz da Silva
Universidade Estadual Paulista
ICT-UNESP
São José dos Campos

São José dos Campos, 24 de fevereiro de 2025.

RESUMO

Santana C.S. Efeito de diferentes tratamentos de superfície na resistência ao cisalhamento entre uma resina de longa duração para impressão 3D e cimento resinoso [dissertação]. São José dos Campos (SP): Universidade Estadual Paulista (Unesp), Instituto de Ciência e Tecnologia; 2025.

O estudo *in vitro* tem como objetivo analisar a resistência de união entre uma resina híbrida para manufatura aditiva com cimento resinoso após diferentes tratamentos de superfície e envelhecimento térmico. Amostras em formato retangulares com tamanho 12 x 12 x 2 mm de uma resina hibrida (Varseo Smile Crown Plus – Bego, Wilcos do Brasil) foram modeladas no *software* Rhinoceros 7 (Robert McNeel & Associates) e confeccionadas usando a impressora 3D de "processamento digital de luz" (DLP) Varseo XS (Bego, Bremen, Germany). Diferentes tratamentos de superfície foram realizados nas amostras: nenhum tratamento; condicionamento com ácido fluorídrico e aplicação do silano com MDP; jateamento; jateamento seguido da aplicação de silano com MDP e um primer ácido cerâmico (Monobond Etch and prime). Após a finalização do tratamento superficial de todas as amostras, foram construídos cilindros (Ø = 0,8 mm e h = 2 mm) de cimento resinoso na superfície das resinas. A resistência adesiva de cada amostra foi analisada na máquina de ensaio universal com o teste de microcisalhamento. Os modos de falhas foram analisados por meio de um estereomicroscópio e foram classificadas como falhas adesivas, coesivas e mistas. A morfologia superficial de amostras de cada grupo foi avaliada em um microscópio eletrônico de varredura. Os dados foram coletados e analisados em *software* estatístico Minitab, os dados apresentaram normalidade e homoscedasticidade, foi realizado o teste ANOVA, seguido do pos-teste de Tukey (95%). Análise estatística comparando os tratamentos de superfície e ciclagem demostrou que os grupos JATCP, HFCP E JAT sem envelhecimento apresentaram maior resistência adesiva, os grupos M e CTRL envelhecidos foram excluídos da análise estatística, pois apresentaram 100% de falhas pré-teste.

Palavras-chave: Resistência ao Cisalhamento; Impressão Tridimensional; Resinas, Ciência dos Materiais.

ABSTRACT

Santana C.S. Effect of different surface treatments on the shear bond strength between a long-lasting resin for 3D printing and resin cement [dissertation]. São José dos Campos (SP): Universidade Estadual Paulista (Unesp), Instituto de Ciência e Tecnologia; 2025.

The in vitro study aims to analyze the bond strength between a hybrid resin for additive manufacturing and resin cement after different surface treatments and thermal aging. Rectangular samples measuring 12 x 12 x 2 mm of a hybrid resin (Varseo Smile Cown Plus – Bego, Wilcos do Brasil) were modeled in Rhinoceros 7 software (Robert McNeel & Associates) and manufactured using the Varseo XS "digital light processing" (DLP) 3D printer (Bego, Bremen, Germany). Different surface treatments were performed on the samples: no treatment, etching with hydrofluoric acid and application of silane with MDP, sandblasting, sandblasting followed by application of silane with MDP and a ceramic acid primer (Monobond Etch and Prime). After completing the surface treatment of all samples, resin cement cylinders (Ø = 0.8 mm and h = 2 mm) were constructed on the surface of the resins. The adhesive strength of each sample was analyzed in the universal testing machine with the microshear test. The failure modes were analyzed by means of a stereomicroscope and were classified as adhesive, cohesive and mixed failures. The surface morphology of samples from each group was evaluated in a scanning electron microscope. The data were collected and analyzed in Minitab statistical software, the data showed normality and homoscedasticity, the ANOVA test was performed, followed by Tukey's post-test (95%). Statistical analysis comparing surface treatments and cycling showed that the JATCP, HFCP and JAT groups without aging presented higher adhesive strength, the aged M and CTRL groups were excluded from the statistical analysis, as they presented 100% pre-test failures. The wettability performed with distilled water showed that the HFCP group presented a lower contact angle.

Keywords: Shear Strength; Three-Dimensional Printing; Resins, Materials Science.

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO 8

2 REVISÃO DE LITERATURA 11

2.1 Sistema CAD/CAM 11

2.2 Impressão 3D 13

2.3 Materiais Híbridos 16

2.4 Resinas Impressas 17

2.5 Adesão 19

2.6 Adesão em resinas impressas 22

3 PROPOSIÇÃO 23

Objetivos específicos 23

4 MATERIAL E MÉTODOS 24

4.1 Síntese da pesquisa 24

4.2 Estudo Piloto 25

4.2.1 Cálculo Amostral 28

4.3 Delineamento Experimental 28

4.3.1 Pré-processamento 29

4.3.2 Processamento e pós-processamento 29

4.4 Procedimentos Prévios 30

4.4.1 Preparo dos Espécimes 31

4.4.2 Procedimento de cimentação 32

4.5 Ensaio de resistência de união 33

4.5.1 Análise das Falhas 34

4.6. Caracterização das superfícies das amostras 34

4.6.1. Microscopia Eletrônica de Varredura 34

4.6 Análise Estatística 34

5 RESULTADO 35

5.1 Ensaio de Resistência Adesiva **35**

5.2 Análise de Falhas **41**

5.3 Caracterização das superfícies das amostras **42**

5.3.1 Microscopia Eletrônica de Varredura **42**

6 DISCUSSÃO **50**

7 CONCLUSÃO **55**

REFERÊNCIAS.....Erro! Indicador não definido.

7 CONCLUSÃO

Este estudo *in vitro* investigou diferentes condições de superficie para melhorar a adesão entre o cimento resinoso e uma resina nano híbrida para impressão tridimensional e concluiu que os tratamentos de superfície influenciam significativamente a resistência de união entre a resina Varseo Smile Crown Plus e o cimento resinoso autoadesivo Panavia F2.0. O tratamento com jateamento de óxido de alumínio associado ao silano contendo 10-MDP apresentou os melhores resultados de resistência adesiva imediata, enquanto a termociclagem reduziu significativamente a resistência adesiva em todos os grupos, destacando a importância de otimizar a interface adesiva para maior durabilidade clínica.

REFERÊNCIAS

ALAGEEL, O.; WAZIRIAN, B.; ALMUFLEH, B.; TAMIMI, F. Fabrication of dental restorations using digital technologies: techniques and materials. In: TAMIMI, F. (Ed.). *Digital Restorative Dentistry*. Springer, 2019.

ALAMMAR, A.; KOIS, J. C.; REVILLA-LEÓN, M.; ATT, W. Additive Manufacturing Technologies: Current Status and Future Perspectives. *Journal of Prosthodontics*, v. 31, supl. 1, p. 4-12, mar. 2022. doi: 10.1111/jopr.13477.

AL HAMAD, K. Q.; AL RASHDAN, R. B.; AL RASHDAN, B. A.; AL QURAN, F. A. Effect of CAD-CAM tool deterioration on the trueness of ceramic restorations. *Journal of Prosthetic Dentistry*, v. 127, n. 4, p. 635-644, abr. 2022. doi: 10.1016/j.prosdent.2020.09.035.

ALGHAZZAWI, Tariq F. Advancements in CAD/CAM technology: Options for practical implementation. *Journal of Prosthodontic Research*, v. 60, n. 2, p. 72-84, 2016.

AMARAL, Flavia LB et al. Assessment of in vitro methods used to promote adhesive interface degradation: a critical review. Journal of Esthetic and Restorative Dentistry, v. 19, n. 6, p. 340-353, 2007.

ANTONUCCI, J. M. et al. Chemistry of silanes: interfaces in dental polymers and composites. *J Res Natl Inst Stand Technol*, v. 110, p. 541-558, 2005.

ASLAM, Kashif; NADIM, Rizwan. A review on cad cam in dentistry. *JPDA*, v. 24, n. 03, p. 112, 2015.

BAROUDI, K.; IBRAHEEM, S. N. Assessment of Chair-side Computer-Aided Design and Computer-Aided Manufacturing Restorations: A Review of the Literature. *Journal of International Oral Health*, v. 7, n. 4, p. 96-104, abr. 2015.

BEYABANAKI, Elaheh et al. Evaluation of Microshear Bond Strength of Four Different CAD-CAM Polymer-Infiltrated Ceramic Materials after Thermocycling. Journal of Prosthodontics, v. 31, n. 7, p. 623-628, 2022.

BIRIS, Carmen et al. Trinia reinforced polymer as core for implants superstructure. *Materiale Plastice*, v. 54, n. 4, p. 762-767, 2017.

BRENTEL, Aline Scalone et al. Microtensile bond strength of a resin cement to feldspathic ceramic after different etching and silanization regimens in dry and aged conditions. *Dental Materials*, v. 23, n. 11, p. 1323-1331, 2007.

ÇAKMAK, G. et al. Effect of number of supports and build angle on the fabrication and internal fit accuracy of additively manufactured definitive resin-ceramic hybrid crowns. *Journal of Dentistry*, v. 134, p. 104548, jul. 2023. doi: 10.1016/j.jdent.2023.104548.

Calheiros-Lobo MJ, Carbas R, da Silva LFM, Pinho T. Impact of in vitro findings on clinical protocols for the adhesion of CAD-CAM blocks: A systematic integrative review and meta-analysis. J Prosthet Dent. 2024 Jun;131(6):1051-1070. doi: 10.1016/j.prosdent.2022.08.024. Epub 2022 Dec 19. PMID: 36543700.

CELIK, H. K. et al. The state of additive manufacturing in dental research - A systematic scoping review of 2012-2022. *Heliyon*, v. 9, n. 6, e17462, jun. 2023. doi: 10.1016/j.heliyon.2023.e17462.

DA SILVA, Eduardo M. et al. Stability of the bond between two resin cements and an yttria-stabilized zirconia ceramic after six months of aging in water. The Journal of prosthetic dentistry, v. 112, n. 3, p. 568-575, 2014.

DURET, F.; PRESTON, J. D. CAD/CAM imaging in dentistry. *Current Opinion in Dentistry*, v. 1, n. 2, p. 150-154, 1991.

El-Damanhoury HM, Gaintantzopoulou MD. Self-etching ceramic primer versus hydrofluoric acid etching: Etching efficacy and bonding performance. J Prosthodont Res. 2018 Jan;62(1):75-83. doi: 10.1016/j.jpor.2017.06.002. Epub 2017 Jun 23. PMID: 28651905.

Elsaka SE. Bond strength of novel CAD/CAM restorative materials to self-adhesive resin cement: the effect of surface treatments. J Adhes Dent. 2014 Dec;16(6):531-40. doi: 10.3290/j.jad.a33198. PMID: 25516881.

Emsermann I, Eggmann F, Krastl G, Weiger R, Amato J. Influence of Pretreatment Methods on the Adhesion of Composite and Polymer Infiltrated Ceramic CAD-CAM Blocks. J Adhes Dent. 2019;21(5):433-443. doi: 10.3290/j.jad.a43179. PMID: 31517315.

ETEMAD-SHAHIDI, Yasaman et al. Accuracy of 3-dimensionally printed full-arch dental models: a systematic review. *Journal of Clinical Medicine*, v. 9, n. 10, p. 3357, 2020.

FASBINDER, Dennis J. Clinical performance of chairside CAD/CAM restorations. *The Journal of the American Dental Association*, v. 137, p. 22S-31S, 2006.

FERRACANE, Jack L. Resin composite—state of the art. *Dental Materials*, v. 27, n. 1, p. 29-38, 2011.

FUKUEGAWA, D. et al. Chemical interaction of phosphoric acid ester with hydroxyapatite. *Journal of Dental Research*, v. 85, n. 10, p. 941-944, 2006.

GALE, M. S.; DARVELL, B. W. Thermal cycling procedures for laboratory testing of dental restorations. Journal of dentistry, v. 27, n. 2, p. 89-99, 1999.

GAJEWSKI, Vinícius E. S. et al. Monomers used in resin composites: degree of conversion, mechanical properties and water sorption/solubility. *Brazilian Dental Journal*, v. 23, p. 508-514, 2012.

GRAF, Tobias et al. Influence of pre-treatment and artificial aging on the retention of 3D-printed permanent composite crowns. Biomedicines, v. 10, n. 9, p. 2186, 2022.

GREIL, V. et al. Water sorption, water solubility, degree of conversion, elastic indentation modulus, edge chipping resistance and flexural strength of 3D-printed denture base resins. *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials*, v. 137, p. 105565, jan. 2023. doi: 10.1016/j.jmbbm.2022.105565.

HERNÁNDEZ-OVIES, Edith; FLORES-PRECIADO, Julio César. *Advanced Perspectives in Dentistry: Digital Workflow and 3D Printing*. 2023.

KAHLER, Bill; KOTOUSOV, Andrei; SWAIN, Michael V. On the design of dental resin-based composites: a micromechanical approach. *Acta Biomaterialia*, v. 4, n. 1, p. 165-172, 2008.

KANG, Y. J. et al. Effect of Adhesion Conditions on the Shear Bond Strength of 3D Printing Resins after Thermocycling Used for Definitive Prosthesis. *Polymers*, v. 15, n. 6, p. 1390, mar. 2023. doi: 10.3390/polym15061390.

KIOMARSI, Nazanin et al. Effect of thermocycling and surface treatment on repair bond strength of composite. Journal of clinical and experimental dentistry, v. 9, n. 8, p. e945, 2017.

KARAKURT, Ilbey; LIN, Liwei. 3D printing technologies: techniques, materials, and post-processing. *Current Opinion in Chemical Engineering*, v. 28, p. 134-143, 2020.

KESSLER, A.; HICKEL, R.; REYMUS, M. 3D printing in dentistry—State of the art. *Operative Dentistry*, v. 45, n. 1, p. 30-40, 2020.

KIM M, Lee J, Park C, Jo D, Yu B, Khalifah SA, Hayashi M, Kim RH. Evaluation of Shear Bond Strengths of 3D Printed Materials for Permanent Restorations with Different Surface Treatments. *Polymers*. 2024; 16(13):1838. https://doi.org/10.3390/polym16131838

KLAPDOHR, Simone; MOSZNER, Norbert. New inorganic components for dental filling composites. *Monatshefte für Chemie/Chemical Monthly*, v. 136, p. 21-45, 2005.

LIAW, C. Y.; GUVENDIREN, M. Current and emerging applications of 3D printing in medicine. *Biofabrication*, v. 9, n. 2, p. 024102, jun. 2017. doi: 10.1088/1758-5090/aa7279.

LIN, L. et al. 3D printing and digital processing techniques in dentistry: a review of literature. *Advanced Engineering Materials*, v. 21, n. 6, p. 1801013, 2019.

LIN, Yuan-Min. Digitalisation in dentistry: development and practices. In: *The Digitization of Business in China: Exploring the Transformation from Manufacturing to a Digital Service Hub*. p. 199-217, 2018.

LEE, Jung-Jin et al. Evaluation of shear bond strength between dual cure resin cement and zirconia ceramic after thermocycling treatment. The Journal of Advanced Prosthodontics, v. 7, n. 1, p. 1-7, 2015.

MIRMOHAMMADI, Hesam et al. Innovations in bonding to zirconia based ceramics: Part III. Phosphate monomer resin cements. dental materials, v. 26, n. 8, p. 786-792, 2010.

MAO, Zhen et al. Effect of surface treatment strategies on bond strength of additively and subtractively manufactured hybrid materials for permanent crowns. Clinical Oral Investigations, v. 28, n. 7, p. 1-12, 2024.

MIYAZAKI, T.; HOTTA, Y. CAD/CAM systems available for the fabrication of crown and bridge restorations. *Australian Dental Journal*, v. 56, Suppl. 1, p. 97-106, 2011.

MÖORMANN, Werner H. The evolution of the CEREC system. *The Journal of the American Dental Association*, v. 137, p. 7S-13S, 2006.

MU, Quanyi et al. Digital light processing 3D printing of conductive complex structures. *Additive Manufacturing*, v. 18, p. 74-83, 2017.

O'CONNOR, C.; GAVRIIL, D. Predictable bonding of adhesive indirect restorations: factors for success. *British Dental Journal*, v. 231, n. 5, p. 287-293, set. 2021. doi: 10.1038/s41415-021-3336-x.

OH, R. et al. Effects of washing solution temperature on the biocompatibility and mechanical properties of 3D-Printed dental resin material. *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials*, v. 143, p. 105906, jul. 2023. doi: 10.1016/j.jmbbm.2023.105906.

ÖZCAN, Mutlu et al. Effect of surface conditioning methods on the microtensile bond strength of resin composite to composite after aging conditions. Dental Materials, v. 23, n. 10, p. 1276-1282, 2007.

PAOLONE, Gaetano et al. Color stability of polymer-based composite CAD/CAM blocks: a systematic review. *Polymers*, v. 15, n. 2, p. 464

RINASTITI, Margareta et al. Effects of surface conditioning on repair bond strengths of non-aged and aged microhybrid, nanohybrid, and nanofilled composite resins. Clinical oral investigations, v. 15, p. 625-633, 2011.

Spitznagel FA, Vuck A, Gierthmühlen PC, Blatz MB, Horvath SD. Adhesive Bonding to Hybrid Materials: An Overview of Materials and Recommendations. Compend Contin Educ Dent. 2016 Oct;37(9):630-637. PMID: 27700131.