



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

PEDRO JACY SANTOS DIAMANTINO

**INFLUÊNCIA DA POLIDOPAMINA NA RESISTÊNCIA DE
UNIÃO ADESIVA ENTRE O POLI-ÉTER-CETONA-CETONA
(PEKK) E OS COMPÓSITOS DE REVESTIMENTO
ESTÉTICO**

PEDRO JACY SANTOS DIAMANTINO

**INFLUÊNCIA DA POLIDOPAMINA NA RESISTÊNCIA DE UNIÃO
ADESIVA ENTRE O POLI-ÉTER-CETONA-CETONA (PEKK) E OS
COMPÓSITOS DE REVESTIMENTO ESTÉTICO**

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

Área: Prótese Dentária. Linha de pesquisa: Desenvolvimento de Materiais e Novas Técnicas em Odontologia.

.

Orientador: Prof. Dr. Guilherme de Siqueira Ferreira Anzaloni Saavedra

Coorientador: Profa. Dra. Thais Marques Simek Vega Gonçalves

São José dos Campos

2021

Instituto de Ciência e Tecnologia [internet]. Normalização de tese e dissertação [acesso em 2021]. 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).

Diamantino, Pedro Jacy Santos

Influência da polidopamina na resistência de união adesiva entre o poli-éter-cetona-cetona (PEKK) e os compósitos de revestimento estético / Pedro Jacy Santos Diamantino. - São José dos Campos : [s.n.], 2021.

46 f. : il.

Tese (Doutorado em Odontologia Restauradora) - Pós-Graduação em Odontologia Restauradora - Universidade Estadual Paulista (Unesp), Instituto de Ciência e Tecnologia, São José dos Campos, 2021.

Orientador: Guilherme de Siqueira Ferreira Anzaloni Saavedra

Coorientador: Thais Marques Simek Vega Gonçalves

1. Adesivos. 2. Polímeros. 3. Resinas compostas. 4. Resistência ao cisalhamento. I. Saavedra, Guilherme de Siqueira Ferreira Anzaloni, orient. II. Gonçalves, Thais Marques Simek Vega, coorient. III. Universidade Estadual Paulista (Unesp), Instituto de Ciência e Tecnologia, São José dos Campos. IV. Universidade Estadual Paulista 'Júlio de Mesquita Filho' - Unesp. V. Universidade Estadual Paulista (Unesp). VI. Título.

BANCA EXAMINADORA

Prof. Dr. Guilherme de Siqueira Ferreira Anzaloni Saavedra (Orientador)

Universidade Estadual Paulista (Unesp)

Instituto de Ciência e Tecnologia

Campus de São José dos Campos

Prof. Dr. Diogo Miguel da Costa Cabecinha Pacheco Viegas

Universidade de Lisboa

Faculdade de Medicina Dentária

Campus Lisboa

Prof. Dra. Nayara Fernanda Barchetta

Universidade de Taubaté

Instituto de Ensino Superior

Campus de Taubaté

Prof. Dr. Alexandre Luiz Souto Borges

Universidade Estadual Paulista (Unesp)

Instituto de Ciência e Tecnologia

Campus de São José dos Campos

Profa. Dra. Renata Marques de Melo Marinho

Universidade Estadual Paulista (Unesp)

Instituto de Ciência e Tecnologia

Campus de São José dos Campos

São José dos Campos, 26 de outubro de 2021.

DEDICATÓRIA

Dedico este trabalho ao meu orientador e mentor, Professor Doutor Guilherme de Siqueira Ferreira Anzaloni Saavedra, como forma de agradecimento pela mudança proporcionada na minha vida profissional e, conseqüentemente, pessoal. Espero ser um multiplicador das coisas que me ensinou.

AGRADECIMENTOS

Em primeiro lugar, agradeço a Deus e à Nossa Senhora. São Eles que conduzem meus passos e permitem que eu passe pelos obstáculos para atingir meus objetivos. Nada acontece sem as bênçãos divinas e peço todos os dias para que “seja feita a Vossa vontade”.

Agradeço aos meus pais, Wagner e Carla, grandes incentivadores e facilitadores durante toda a minha formação (pessoal e profissional). Com todo amor e carinho, cuidam de mim e sempre apontam o melhor caminho. Nunca é demais dizer que tudo que conquisto na vida tem uma grande parcela da criação que recebi.

Agradeço minha irmã, Ana Luísa, uma “menina” especial, com um coração gigante e que me ensina muita coisa. A missão dos meus pais de colocar uma pessoa no mundo para ser minha amiga pela vida inteira foi cumprida. Agradeço também meu cunhado, Renan, uma pessoa do bem e que fica feliz com a felicidade dos outros.

Agradeço minha namorada, Mariana, pelo apoio incondicional em todos os momentos dessa jornada, muitas vezes “colocando a mão na massa”, me incentivando e me amparando nos momentos desafiadores. Muito bom ter você comigo em mais uma etapa importante da minha vida. Aproveito para agradecer minha sogra, Márcia, que se preocupa comigo como se eu fosse um filho.

Agradeço ao meu orientador, Professor Guilherme Saavedra, por ter me acolhido tão bem como orientado e como amigo, dividindo momentos profissionais e pessoais. O senhor (e todos que me cercam) sabem da minha admiração e respeito.

Agradeço também minha coorientadora, Professora Thaís Gonçalves, por todo suporte durante a pesquisa. Estendo meus agradecimentos à Professora Analucia Philippi e à minha amiga Laís Duarte.

Agradeço aos meus avós, Celino, Manoela e Stella e ao meu saudoso avô “Tekka”, um grande amigo que nos deixou muito cedo. Mesmo ausente fisicamente, não deixa de olhar por mim e está comemorando “lá em cima” agora. Vocês são a base de tudo.

Agradeço aos meus tios, Alexandre, Edna, Viviane e Thiago, sempre por perto com “ouvidos de pais” e “conselhos de amigos”. Vocês sabem a importância que têm em minha vida. Estendo também meus agradecimentos à minha prima Letícia.

Agradeço meus grandes amigos, aqueles que contamos nos dedos de uma mão, Vini, Gus e Rafa, pessoas que posso contar nos momentos bons e nas dificuldades. Um “muito obrigado” também ao meu “irmão” Nicolas, um cara excepcional e uma inspiração profissional. Além de estar sempre por perto, trouxe uma grande amiga, minha querida Lelé. Estaremos sempre juntos!

Agradeço minha amiga e “dupla”, Isabela Tanaka, por ter dividido inúmeros momentos comigo durante esta jornada. Ter alguém no ambiente profissional que torne as coisas mais leves é um grande estímulo para que consigamos seguir em frente.

Agradeço meu padrinho “Carlinhos”, um amigo que sempre me coloca nas orações e que sempre está pronto para dar o suporte necessário em qualquer circunstância.

Agradeço a todos os meus colegas de pós-graduação, em especial ao grupo coordenado pelo Professor Guilherme. Não citarei nomes para não ser injusto com ninguém.

Agradeço a todos os professores que tive até aqui, pois certamente influenciaram na minha escolha de seguir a vida acadêmica. Um agradecimento especial aos membros da banca (Professor Alexandre, Professora Renata, Professora Nayara e Professor Diogo) pelo aceite e por representarem tantos outros “exemplos” que tenho no meio.

Agradeço à Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES) pela concessão da Bolsa de Doutorado no período de 01/02/2020 a 01/02/2021.

Por fim, e não menos importante, agradeço a todos os funcionários do Instituto de Ciência e Tecnologia de São José dos Campos, dos controladores de acesso que nos recebem à diretoria que se empenha para que tudo funcione da melhor maneira possível.

SUMÁRIO

RESUMO	9
ABSTRACT	10
1 INTRODUÇÃO	11
2 REVISÃO DE LITERATURA	15
3 PROPOSIÇÃO	21
4 MATERIAL E MÉTODOS.....	22
4.1 Primeira etapa	22
4.1.1 Delineamento experimental.....	22
4.1.2 Preparo dos espécimes	22
4.1.3 Pré-tratamentos de superfície	24
4.1.4 Sistemas adesivos.....	25
4.1.5 Compósitos de revestimento.....	27
4.1.6 Análise de resistência ao cisalhamento.....	29
4.1.7 Análise de falhas	30
4.1.8 Análise estatística	31
4.2 Segunda etapa	31
4.2.1 Delineamento experimental.....	31
4.2.2 Preparo dos espécimes	32
4.2.3 Pré-tratamentos de superfície	32
4.2.4 Aplicação experimental da polidopamina.....	32
4.2.5 Compósitos de revestimento.....	33
4.2.6 Análise de resistência ao cisalhamento.....	34
4.2.7 Análise de falhas	34
4.2.8 Análise estatística	34
5 RESULTADO	35

5.1 Primeira etapa	35
5.2 Segunda etapa	36
6 DISCUSSÃO	38
7 CONCLUSÃO	41
REFERÊNCIAS	42

Diamantino PJS. Influência da polidopamina na resistência de união adesiva entre o poli-éter-cetona-cetona (PEKK) e os compósitos de revestimento estético [tese]. São José dos Campos (SP): Universidade Estadual Paulista (Unesp), Instituto de Ciência e Tecnologia; 2021.

RESUMO

O objetivo do presente estudo foi analisar o efeito da polidopamina como agente de união do compósito de revestimento estético ao poli-éter-cetona-cetona (PEKK). Foi realizado um estudo *in vitro*, randomizado, cuja variável dependente foi a resistência de união ao cisalhamento. Cento e oito amostras de PEKK foram confeccionadas em forma de cilindro (1 cm de diâmetro). A superfície foi então polida e os corpos de prova foram limpos em banho ultrassônico. A rugosidade inicial média foi padronizada em 0,20 μm . Foram considerados: 1) pré-tratamento mecânico: com e sem abrasão a ar com Al_2O_3 ; 2) sistema adesivo: pekk bond, polidopamina (2 mg/ml) e sem aplicação de adesivo; 3) cor do compósito de revestimento: cor de dente e cor de gengiva. O teste de cisalhamento foi realizado em máquina de ensaio universal, com velocidade constante e tensão crescente. Os dados analisados por ANOVA fatorial (com post-hoc de Sidak) usando o software SPSS ($\alpha = 0,05$). Houve diferença estatística entre os sistemas adesivos dentro dos grupos de pré-tratamento, com maiores resultados para o grupo que recebeu a aplicação do pekk bond ($P < 0,0001$), enquanto os menores valores foram relacionados à aplicação da polidopamina ($P < 0,0001$). Além disso, o tempo de imersão ($P=0,979$) e as diferentes concentrações utilizadas de polidopamina ($P=0,678$) não influenciaram na resistência de união dos compósitos de revestimento estético à superfície do PEKK. Não houve diferença estatística entre os sistemas adesivos na comparação “intergrupos” para o fator pré-tratamento nos espécimes de cor de dente. Para os espécimes de cor de gengiva, o jateamento aumentou significativamente a resistência adesiva dos grupos “polidopamina” (14,69 para 22,42 MPa) ($P = 0,017$) e sem adesivo (32,76 para 42,76 Mpa) ($P = 0,002$). Por fim, a análise estatística mostrou que melhor desempenho do compósito com cor de gengiva, exceto no grupo em que a polidopamina foi aplicada nos espécimes sem nenhum pré-tratamento ($P = 0,28$). Concluiu-se que a aplicação da polidopamina não melhora a interface adesiva, independente da concentração e do tempo de aplicação sobre os polímeros.

Palavras-chave: Adesivos. Polímeros. Resinas compostas. Resistência ao cisalhamento.

Diamantino PJS. Influence of polydopamine on the bond strength between poly-ether-ketone-ketone (PEKK) and aesthetic coating composites [thesis]. São José dos Campos (SP): São Paulo State University (Unesp), Institute of Science and Technology; 2021.

ABSTRACT

The aim of the present study was to analyze the effect of polydopamine as a bonding agent for the esthetic coating composite to poly-ether-ketone-ketone (PEKK). An in vitro, randomized study was carried out, whose dependent variable was the shear bond strength. One hundred and eight PEKK samples were made in a cylinder shape (1 cm in diameter). Then the surface was polished and the specimens were cleaned in an ultrasonic bath. The initial mean roughness was standardized at 0.20 μm . Were considered: 1) mechanical pretreatment: with and without air abrasion with Al_2O_3 ; 2) adhesive system: pekk bond, polydopamine (2 mg/ml) and without application of adhesive; 3) Composite coating color: tooth color and gum color. The shear test was performed in a universal testing machine, with a constant speed and increasing tension. Data was analyzed by factorial ANOVA (with Sidak post-hoc) using SPSS software ($\alpha = 0.05$). There was a statistical difference between the adhesive systems within the pre-treatment groups, with greater results for the group that received the application of pekk bond - ($P < 0,0001$), while the lowest values were related to the application of polydopamine ($P < 0,0001$). Furthermore, the immersion time ($P=0.979$) and the different concentrations used of polydopamine ($P=0.678$) did not influence the bond strength of the esthetic coating composites to the PEKK surface. There was no statistical difference between adhesive systems in the “intergroup” comparison for the pre-treatment factor in the tooth-colored specimens. For specimens with gingiva color, sandblasting significantly increased the bond strength of the groups “polydopamine” (14.69 to 22.42 MPa) ($P = 0.017$) and without adhesive (32.76 to 42.76 MPa) ($P = 0.002$). Finally, the statistical analysis showed better performance of the composite with gingiva color, except in the group in which polydopamine was applied to specimens without any pretreatment ($P = 0.28$). It was concluded that the application of polydopamine does not improve the adhesive interface, regardless of concentration and application time on the polymers.

Keywords: Adhesives. Composite resins. Polymers. Shear strenght.

1 INTRODUÇÃO

Os Polímeros de Alta Performance (PAP) são estruturas termoplásticas semicristalinas formadas por moléculas aromáticas de benzeno conectadas por grupos funcionais éter ou cetona, resultando em diferentes combinações de poli-aril-éter-cetonas - PAEKs (Stawarczyk et al., 2013; Fuhrmann et al., 2014; Ates et al., 2018). O poli-éter-éter-cetona (PEEK) e o poli-éter-cetona-cetona (PEKK) representam os principais membros da família dos PAPs, com aplicações odontológicas (Stawarczyk et al., 2013).

Esses materiais são biocompatíveis, apresentando excelente isolamento térmico e elétrico, além de propriedades mecânicas interessantes, como a resistência ao calor e à ação de solventes (Stawarczyk et al., 2014; Zhou et al., 2014). Em acréscimo, os PAPs têm boa estabilidade dimensional e resistência ao desgaste e à fadiga, tornando-se um material interessante para a confecção de próteses dentárias, principalmente como substitutos de componentes metálicos (Stawarczyk et al., 2014; Zhou et al., 2014). Os PAPs possuem menor radiolucência quando comparados aos metais, o que lhe proporciona menor interferência de artefatos em exames de imagem, principalmente nos casos de tomografia computadorizada (Stawarczyk et al., 2014).

Desta forma, os PAPs são amplamente utilizados na produção de componentes protéticos e estruturas de próteses parciais removíveis (Tannous et al., 2012) e fixas (Ates et al., 2018), podendo ser até mesmo aplicados na confecção de implantes dentários (Koutouzis et al., 2011; Najeeb et al., 2016). Outra vantagem relaciona-se ao modo de confecção das estruturas, utilizadas basicamente de duas formas: por meio de prensagem térmica (por exemplo: BioHPP, Bredent, GE) ou por meio de fresagem em sistemas computadorizados (por exemplo: Juvora Dental Disc, Juvora, UK) (Rosentritt et al., 2015).

Apesar do crescente interesse no potencial dos PAPs, esses materiais apresentam características particulares como a baixa translucidez e a alta opacidade com cor que varia desde o cinza até o branco-pérola (Stawarczyk et al., 2013). Essa peculiaridade pode prejudicar sobremaneira a aparência estética final da prótese (Stawarczyk et al., 2014). Por esta razão, a confecção de restaurações monolíticas em PAP estão contraindicadas, sendo necessário o recobrimento com um material de revestimento em busca de um resultado estético satisfatório (Stawarczyk et al., 2013; Zhou et al., 2014).

Durante o recobrimento estético do PAP, a união entre as superfícies é bastante importante para a longevidade da prótese em boca (Zhou et al., 2014). Entretanto, tanto o PEEK quanto o PEKK apresentam superfícies inertes, com baixa absorção de água, baixa energia livre de superfície e alta resistência à modificação (Zhou et al., 2014; Schmidlin et al., 2010). Logo, o processo de união a esses materiais ainda é bastante desafiador e diferentes protocolos de adesão têm sido propostos (Zhou et al., 2014; Schmidlin et al., 2010). Além disso, algumas falhas adesivas já foram relatadas na literatura e, por esta razão, diversos profissionais relutam em utilizar tal material, principalmente em regiões com alta demanda estética (Stawarczyk et al., 2015).

Em relação às estruturas protéticas, as propriedades superficiais dos PAPs tornaram-se foco de diversas pesquisas com o objetivo de melhorar a adesividade da superfície aos materiais de recobrimento estético (Stawarczyk et al., 2014; Zhou et al., 2014; Rosentritt et al., 2015; Schmidlin et al., 2010). De forma geral, os tratamentos podem ser divididos em dois grandes grupos: os tratamentos mecânicos, que incluem a abrasão com partículas de sílica ou óxido de alumínio, aplicação de laser ou plasma e a asperização da superfície com brocas; e os tratamentos químicos, que englobam a aplicação de ácido sulfúrico (H₂SO₄), solução “piranha” (ácido sulfúrico - H₂SO₄ - e peróxido de hidrogênio - H₂O₂) ou o condicionamento com primers adesivos, dentre os

quais destacam-se o Visio.link (Bredent, GE), o PEEK Bond (AnaxDent, USA), o Heliobond (Ivoclar Vivadent, LC) e o Luxatemp Glaze & Bond (DMG, GE) (Stawarczyk et al., 2013; Najeeb et al., 2016; Silthampitag et al., 2016).

Na literatura, não há um consenso sobre o protocolo de tratamento de superfície mais eficiente, porém, autores relatam que a influência dos tratamentos superficiais pode estar relacionada ao aumento do número de grupos funcionais resultantes no tratamento químico (Schmidlin et al., 2010). O tratamento mecânico, por sua vez, visa aumentar a rugosidade superficial do material, criando uma camada livre de contaminantes orgânicos que pode favorecer o intertravamento micromecânico das superfícies adesivas (Silthampitag et al., 2016). Em relação ao ácido sulfúrico, estudos mostram que quando aplicado à superfície do PEEK, esse ácido é capaz de criar uma superfície altamente porosa e permeável, proporcionando uma melhor adesão mecânica, mas sem a formação de tags resinosos (Schmidlin et al., 2010). O tratamento com plasma, por outro lado, eleva a molhabilidade do PEEK, formando uma nova camada superficial mais reativa, podendo ser uma alternativa para garantir maior resistência de união entre o PEEK e os materiais resinosos (Stawarczyk et al., 2013; Çulhaoğlu et al., 2017).

Em acréscimo, Caglar et al. (2018) afirmam que a abrasão com partículas de óxido de alumínio fornece um pré-tratamento superior da superfície quando comparado à aplicação do laser, pois esse último não alterou a força de união do cimento resinoso ao PEEK. Segundo Stawarczyk et al. (2014), melhores resultados de adesão só podem ser alcançados quando são utilizados adesivos associados ao tratamento de superfície. Ainda, uma revisão sistemática (Gama et al., 2020) recentemente publicada sobre o tema revelou não haver consenso sobre o melhor tratamento de superfície e ressaltou a necessidade de mais estudos, com metodologia padronizada, avaliando o comportamento dessa interface adesiva em longo prazo.

O conhecimento sobre o potencial adesivo e as limitações de cada um dos tratamentos, no campo da Odontologia, é de crucial importância. Além disso, do ponto de vista clínico, o uso de soluções cáusticas como o ácido sulfúrico e a solução “piranha” para o tratamento de estruturas de PAPs pode ser perigoso e, portanto, deve ser evitado ou restringido na prática clínica e laboratorial (Rocha et al., 2016).

Embora esses resultados sejam promissores, pontos divergentes são ainda comuns, e poucos estudos são encontrados em relação ao PEKK. Por isso, torna-se evidente a necessidade da criação de um protocolo seguro para o tratamento superficial de polímeros de alta performance, em especial em relação ao poli-éter-cetona-cetona (PEKK) e, para que isso seja possível, novas alternativas devem ser consideradas.

Ainda, materiais adesivos pouco aplicados na Odontologia podem ser promissores, como é o caso da polidopamina. Esse derivado da eumelanina é produzido a partir da oxidação da dopamina e outras catecolaminas, contendo um catecol e uma amina como grupos funcionais, sendo responsável pela forte adesão dos mexilhões em diferentes tipos de substratos em ambientes úmidos (Lee et al., 2011). Verificou-se que a polidopamina aumenta a hidrofiliabilidade e a biocompatibilidade do polietileno, silicone e vidro. Em Odontologia, um estudo preliminar (Chen et al., 2015) mostrou aumento da resistência de união de pinos de fibra de vidro após tratamento superficial com a polidopamina em comparação aos grupos controle sem tratamento ou submetidos ao condicionamento com H_2O_2 . Apesar desse resultado ser bastante promissor, não há na literatura relatos no uso da polidopamina como tratamento superficial de PAPs, o que reforça a importância de investigá-la para esta aplicação.

2 REVISÃO DE LITERATURA

Os Polímeros de Alta Performance (PAPs), assim como inúmeros materiais, são estudados com o objetivo de beneficiar a prática clínica e laboratorial. Neste sentido, conhecer a composição torna-se importante para indicar de forma correta e atingir resultados previsíveis. Sabe-se que os PAPs possuem estrutura semicristalina e termoplástica com moléculas aromáticas de benzeno e grupos funcionais (éter ou cetona), como mostram os estudos de Stawarczyk et al. (2013), Fuhrmann et al. (2014) e Ates et al. (2018).

Propriedades interessantes como biocompatibilidade, excelente isolamento térmico e elétrico, resistência ao calor e à ação de solventes, além de boas características mecânicas, conforme relatado em estudos anteriores (Stawarczyk et al., 2014; Zhou et al., 2014) reforçam o crescente espaço ocupado por esses polímeros na Odontologia.

Estudos como o de Goncu et al. (2011) e Stawarczyk et al. (2012) destacam a utilização de materiais resinosos de alta densidade para sistemas CAD/CAM como uma alternativa às vitrocerâmicas, como mostram Çulhaoğlu et al. (2017). Neste cenário, os Polímeros de Alta Performance, como é o caso do PEKK, merecem atenção.

Com o objetivo de investigar uma possível influência do tratamento superficial na rugosidade, molhabilidade e resistência ao cisalhamento do poli-éter-éter-cetona à resina composta, Çulhaoğlu et al. (2017) utilizaram 5 tipos de tratamento (jateamento com sílica, acetona, ácido sulfúrico, óxido de alumínio e aplicação de laser) e um grupo controle (sem tratamento) para tal avaliação. Os testes foram realizados em discos de PEEK (10 mm de diâmetro e 4 mm de espessura) e todos os espécimes foram envelhecidos (10.000 ciclos; 5° e 55°). Os resultados de rugosidade superficial apresentaram maiores valores para a

superfície tratada com laser, seguido do tratamento com óxido de alumínio; os outros grupos não mostraram diferenças significativas entre si. O grupo “jateamento com sílica” apresentou maior molhabilidade, com menores valores para o grupo que recebeu a aplicação do laser. Quanto ao teste mecânico (cisalhamento), a maior resistência foi encontrada no grupo condicionado com ácido sulfúrico, com os menores valores para o grupo controle (não tratado) e por aquele tratado com acetona. Como conclusão, os autores afirmam que todos os tratamentos podem ser aplicados, já que apresentaram valores acima de 10 MPa (valor considerado aceitável).

O composto poli-éter-éter-cetona também é utilizado na confecção de infraestruturas de próteses fixas. Por isso, Stawarczyk et al. (2014), considerando a escassez de relatos na literatura a respeito da durabilidade da união entre esse polímero e as resinas compostas de cobertura, realizou um estudo com o objetivo de analisar o efeito de tratamentos químicos nesta resistência de união com ênfase em dois parâmetros: energia livre de superfície e rugosidade superficial. Os autores utilizaram 750 amostras de PEEK (7 x 7 x 4 mm), divididas em 3 grupos (n=250), de acordo com o pré-tratamento: ácido sulfúrico (60 segundos), solução “piranha” (30 segundos) e controle (sem pré-tratamento). Depois do pré-tratamento, 10 amostras de cada grupo foram utilizadas para análise superficial (energia livre e rugosidade) e os resultados mostraram maiores valores para ambos os parâmetros nos espécimes do grupo “ácido sulfúrico”. As outras 240 amostras foram subdivididas (n=80) de acordo com o condicionamento utilizado: Visio.link, PEKK Bond e controle (sem condicionamento). Dois tipos de resina de cobertura foram utilizados (Sinfony e VITA VM LC) para finalização dos espécimes (n=40). Dois tipos de envelhecimento foram utilizados (água destilada: 37° por 24h e 37° por 60 dias). A resistência de união foi mensurada e os dados analisados estatisticamente, mostrando resultados superiores para os grupos condicionados com Visio.link e

PEKK Bond (em relação ao grupo controle), independentemente do pré-tratamento utilizado (ácido sulfúrico ou solução “piranha”). Quanto à resina de cobertura, maiores valores de resistência foram encontrados para o grupo “Sinfony”. Desta forma, os autores concluíram que a etapa de condicionamento é fundamental para a obtenção de uma união adesiva satisfatória.

Ainda no âmbito desta aplicação, Stawarczyk et al. (2015), visando investigar a influência de diferentes tipos de pré-tratamento e sistemas adesivos na carga para fratura do PEEK, realizaram um estudo in vitro utilizando 480 infraestruturas de próteses fixas fresadas neste material. Todas as amostras foram jateadas com pó de alumina (50 µm) e, posteriormente, divididas em 4 grupos, de acordo com o pré-tratamento: plasma, ácido sulfúrico, solução “piranha” e ausência de pré-tratamento (controle). Cada um dos grupos foi novamente dividido de acordo com o condicionamento realizado: Visio.link, Ambarino P60, Signum PEEK Bond e um grupo sem condicionamento. Dois tipos de material de cobertura foram empregados: Signum Ceramis (resina composta indireta de vidro cerâmico, especialmente indicada para restaurações livres de metal) e Signum Composite (resina composta indireta indicada para recobrimento de infraestruturas metálicas). Posteriormente, as amostras foram envelhecidas termicamente e passaram pelo teste mecânico, no qual uma ponta esférica aplicou uma força contínua no centro da superfície oclusal do pântico até a falha. Os valores de carga para fratura foram registrados e analisados estatisticamente. Os melhores resultados foram obtidos para o grupo sem pré-tratamento e condicionado com Visio.link, enquanto o uso de solução “piranha” e Visio.link apresentou os menores valores de carga para fratura, ambos para a resina de cobertura Signum Composite. Os grupos que utilizaram Signum Ceramis como material de cobertura apresentaram, de maneira geral, resultados inferiores. Um ponto interessante do estudo foi a ausência de fraturas nas infraestruturas de PEEK após os testes mecânicos.

Stawarczyk et al. (2017) realizaram um estudo com o objetivo de avaliar a resistência de união sob tração do PEEK depois de diferentes pré-tratamentos e métodos de condicionamento. Para isto, 400 amostras do polímero foram divididas em 5 grandes grupos, de acordo com o pré-tratamento realizado: 50 μm Al_2O_3 (0.05 MPa), 50 μm Al_2O_3 (0.35 MPa), 110 μm Al_2O_3 (0.05 MPa), 110 μm Al_2O_3 (0.35 MPa) e Rocatec 110 μm (0.28 MPa). Uma etapa subsequente (condicionamento) subdividiu as amostras em outros 4 grupos: a) Visio.link (VL), Monobond Plus/Heliobond (MH); (c) Scotchbond Universal (SU) e Dialog Bonding Fluid (DB). Posteriormente, cilindros de resina composta foram cimentados às superfícies de cada grupo e todos os espécimes foram envelhecidos para simular as condições bucais. Após análises estatísticas, os autores concluíram que o tamanho das partículas na etapa de pré-tratamento não afetou na resistência de união do PEEK à resina composta. Por outro lado, o aumento da pressão nesta etapa beneficiou a adesão, bem como o tipo de adesivo utilizado. Clinicamente, o estudo aponta que melhores resultados foram obtidos com 0.35 MPa de pressão durante a abrasão (pré-tratamento) e condicionamento com Visio.link.

Um estudo *in vitro*, conduzido por Caglar et al. (2018), também investigou o efeito de diversos pré-tratamentos e sistemas adesivos na resistência de união utilizando amostras de poli-éter-éter-cetona (PEEK). No entanto, ao invés de resinas compostas de cobertura, os autores empregaram um cimento resinoso. Para tal avaliação, 360 espécimes de PEEK foram divididos em 4 grupos com pré-tratamentos distintos: jateamento, sílica, laser e controle (sem pré-tratamento). Após esta etapa, a rugosidade superficial foi mensurada e os espécimes foram analisados em microscopia eletrônica de varredura para avaliações da topografia. Os valores de rugosidade superficial foram maiores para o grupo “jateamento”; os outros grupos não apresentaram diferenças estatísticas entre si.

Para aferição da resistência adesiva, os grupos foram subdivididos (n=30) a partir do parâmetro “condicionamento” em: Visio.link, PEKK Bond e controle (sem aplicação de adesivos). O cimento resinoso foi aplicado em todos os espécimes e as amostras foram envelhecidas por 5000 ciclos (5° e 55°) antes do teste. Os resultados apontaram maior resistência de união para o grupo “jateamento + Visio.link”; os grupos que receberam algum tipo de condicionamento apresentaram resultados superiores em relação aos utilizados como “controle”. Por fim, o uso do Visio.link, neste estudo, mostrou ser mais benéfico para a união PEEK - cimento resinoso.

Após observação dos resultados, os autores concluíram que o tratamento com sílica, o jateamento e a utilização de adesivos aumentam a confiabilidade da união entre o poli-éter-éter-cetona e o cimento, enquanto o laser não mostrou ser efetivo neste caso.

Chen et al. (2015), também no sentido de investigar a influência dos tratamentos superficiais na resistência adesiva, utilizaram a polidopamina - promissora, porém pouco estudada até o momento - em pinos de fibra de vidro com o objetivo de verificar a influência deste polímero na adesão. Neste estudo, os autores prepararam o conduto de 40 dentes humanos extraídos (com tratamento endodôntico) para cimentação dos pinos de fibra de vidro. Os preparos foram padronizados em 9 milímetros de comprimento com a broca oferecida pelo fabricante e seguindo as todas recomendações.

Os espécimes foram aleatoriamente divididos em quatro grupos (n=10) de acordo com o tratamento aplicado nos pinos: controle negativo, condicionado com polidopamina, condicionado com peróxido de hidrogênio, condicionado com polidopamina após tratamento com peróxido de hidrogênio. Os testes de microtração foram conduzidos em uma máquina de ensaio universal e os resultados mostraram melhor desempenho adesivo da polidopamina em relação ao peróxido de hidrogênio.

Yi et al. (2016) também utilizaram a polidopamina para melhorar a união adesiva entre pinos de fibra de vidro utilizados em restaurações odontológicas e a matriz resinosa de compósitos fotopolimerizáveis. Além da polidopamina (PDA), os autores utilizaram o polimetilmetacrilato (PMMA) e ainda a combinação entre ambos (PMMA/PDA). O objetivo deste estudo, portanto, foi aumentar a adesão interfacial entre o pino de fibra de vidro e a matriz resinosa. O revestimento de PMMA ou PDA foi realizado embebendo as fibras em solução de PMMA + acetona ou solução aquosa de PDA. As fibras de vidro do grupo PMMA/PDA foram obtidas por imersão adicional das fibras revestidas com PDA em solução PMMA + acetona. Um grupo composto por fibras não modificadas foi utilizado como base de comparação.

Os espécimes finalizados foram testados e, em comparação com o grupo controle negativo, todas as fibras de vidro modificadas mostraram resultados superiores na resistência à flexão, com destaque para o grupo PMMA/PDA, o que reforça o potencial da polidopamina em tratamentos superficiais com o objetivo de melhorar a resistência de união.

3 PROPOSIÇÃO

Este estudo objetivou analisar a influência do pré-tratamento de superfície, do agente de união (com ênfase na aplicação experimental da polidopamina) e da cor do material de cobertura na resistência de união adesiva entre o poli-éter-cetona-cetona (PEKK) e os compósitos de revestimento estético. As hipóteses foram:

H_0 : A aplicação da polidopamina não afetaria a resistência de união entre os compósitos de revestimento e a superfície do PEKK;

H_1 : A aplicação da polidopamina afetaria a resistência de união entre os compósitos de revestimento e a superfície do PEKK.

4 MATERIAL E MÉTODOS

4.1 Primeira etapa

4.1.1 Delineamento experimental

Foi realizado um estudo in vitro, randomizado, cuja variável dependente foi a resistência de união ao cisalhamento. Foram considerados os seguintes fatores de estudo: 1) pré-tratamento: abrasão a ar com partículas de Al_2O_3 (100 μm); 2) sistemas adesivos: pekk bond (Anaxblend, EUA); aplicação experimental da polidopamina; 3) compósitos de revestimento (cor de dente e gengiva). Como controle negativo, os compósitos foram aplicados diretamente sobre a superfície do PEKK sem nenhum tratamento prévio.

4.1.2 Preparo dos espécimes

Nesta pesquisa, foram confeccionados corpos de prova (n=108) de PEKK em formato cilíndrico com 1 cm diâmetro, desenhados com o auxílio do software DentalCAD (Exocad, Darmstadt, Alemanha) e fresados a partir de discos poliméricos (PEKK, PEKKTON Ivory Millable Disc, AnaxDent, EUA).

Para facilitar o polimento e a padronização da rugosidade superficial, cada bloco foi incluído em um cilindro de PVC (20x25 mm) com resina acrílica incolor - TDV Dental Ltda., Pomerode, Santa Catarina, Brasil (Figura 1).

Figura 1 - Corpo de prova (PEKK) incluído em cilindro de PVC preenchido com resina acrílica incolor



Fonte: Elaborado pelo autor.

A superfície de cada corpo de prova foi polida em politriz metalográfica (Ecomet 250 Grinder Polisher, Buehler, Illinois, EUA), com sequência de lixas d'água padronizadas (400, 600 e 1200), por 10 minutos por lixa (Rajaganesh et al., 2016; Gonçalves et al., 2018), conforme mostrado na figura 2.

Os corpos de prova foram limpos em cuba ultrassônica (CD-4820, Kondentech, São Carlos, Brasil) por 10 minutos e, em seguida, secos com papel absorvente.

Figura 2 - Espécime durante o polimento



Fonte: Imagem cedida por Hilton Riquieri.

Posteriormente, a rugosidade de superfície foi mensurada em três pontos distintos de cada amostra com o auxílio de um rugosímetro digital (Surftest SJ-210, Mitutoyo Sul Americana Ltda., São Paulo, Brasil) - Figura 3. Para evitar a interferência da rugosidade no desempenho adesivo, todos os blocos incluídos apresentaram rugosidade média menor ou igual a $0,20\ \mu\text{m}$.

Figura 3 – Rugosímetro digital utilizado no estudo



Fonte: Elaborado pelo autor.

4.1.3 Pré-tratamentos de superfície

Foi realizado um estudo piloto para a definição do tamanho da amostra considerando três fatores de estudo (material, adesivo, compósito), além do grupo controle. Os dados foram analisados com auxílio do software G Power (versão 3.0.10, 2008, Universidade de Kiel, Alemanha). De acordo com o teste t bicaudal, uma amostra de 30 espécimes por grupo foi considerada suficiente para detectar uma diferença de 3,36 MPa na resistência adesiva ao cisalhamento (desvio padrão de 5,5 MPa, potência de 80% e nível de significância de 5%).

Este número foi aumentado em 20% para compensar eventuais perdas, resultando em um total de 36 espécimes por condição experimental.

Os blocos foram aleatoriamente distribuídos (randomizados) nos grupos experimentais conforme o pré-tratamento de superfície aplicado:

- Jateamento com óxido de alumínio ($100\ \mu\text{m}$): as amostras foram jateadas - com movimento de zigue-zague - por 20 segundos, pressão de 60 Psi, distância de 10 cm e ângulo de 90° em relação à superfície, padronizados por um dispositivo plástico (Visuttiwattanakorn et al., 2017) - Figura 4;
- Grupo controle negativo: sem pré-tratamento de superfície.

Figura 4 - Jateamento com óxido de alumínio (distância padronizada pelo dispositivo plástico)



Legenda: a) Jateamento com óxido de alumínio; b) Padronização dos parâmetros utilizados.
Fonte: Elaborado pelo autor.

4.1.4 Sistemas adesivos

Após cada pré-tratamento, a superfície do PEKK foi tratada com uma das seguintes alternativas:

- Aplicação do pekk bond (AnaxDent, EUA) - controle positivo;
- Grupo controle negativo: sem aplicação de adesivo;
- Aplicação experimental da polidopamina (2 mg/ml - 14 horas).

No primeiro grupo, uma fina camada do sistema adesivo (pekk bond) foi aplicada com pincel “microbrush” na superfície do bloco, de maneira ativa, por 20 segundos, conforme recomendado pelo fabricante. Após a evaporação do excesso de solvente, o agente adesivo foi fotopolimerizado por 20 segundos (800 mW/cm^2) com o auxílio de um aparelho fotopolimerizador por LED (Bluephase N, Ivoclar Vivadent, LC).

Para o grupo da polidopamina, uma película fina foi produzida, conforme preconizado por Chen et al. (2015). Para tanto, cloridrato de dopamina (Sigma-Aldrich, St. Louis, Missouri, EUA) - Figura 5A - a uma concentração de 2 mg/ml foi dissolvido em uma solução tampão (10 mM) TRIS-HCl (Sigma-Aldrich, St. Louis, Missouri, EUA) - Figura 5B - com pH 8,5. Os espécimes foram submersos na solução de dopamina imediatamente após a preparação por um período de 14 horas.

Figura 5 - Produtos utilizados na produção da polidopamina



Legenda: a) Cloridrato de dopamina; b) TRIS-HCl.
Fonte: Elaborado pelo autor.

Para evitar a deposição de nanopartículas de polidopamina formadas na solução durante o processo de revestimento, todas as amostras foram agitadas em um agitador magnético (Chen et al., 2015) - Figura 6.

Figura 6 - Amostras posicionadas sobre o agitador magnético (Fisatom 752A, Fisatom Equipamentos Científicos Ltda., São Paulo, Brasil)



Fonte: Elaborado pelo autor.

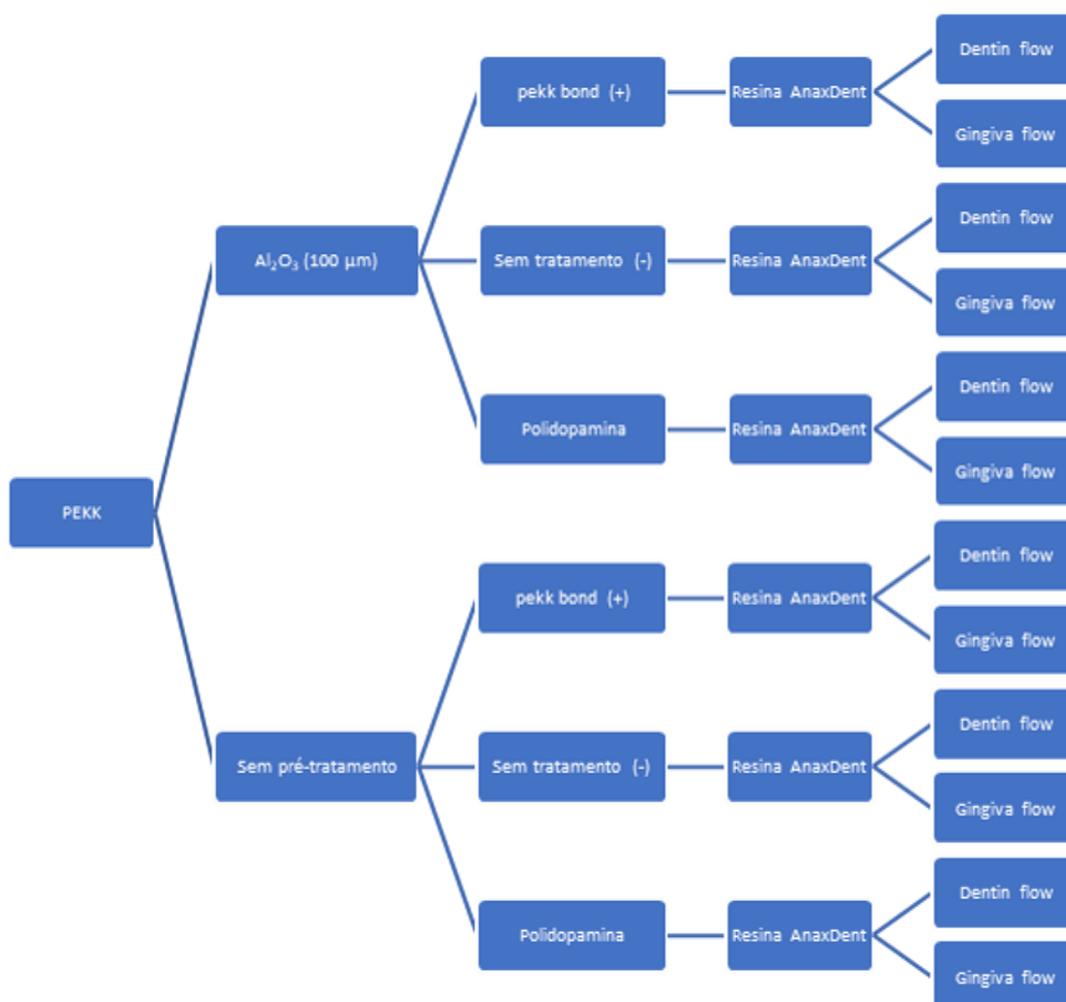
4.1.5 Compósitos de revestimento

Após a aplicação do sistema adesivo, um compósito de revestimento foi fixado à superfície do bloco. Para isso, tubos cilíndricos (2 milímetros de diâmetro e 1,5 milímetros de altura) impressos foram utilizados para conter o material (Gonçalves et al., 2018).

Os compósitos de revestimento testados foram aplicados diretamente no interior dos cilindros com o próprio aplicador da resina. Foram testados dois compósitos fotopolimerizáveis (AnaxDent), de viscosidade fluida e de duas cores diferentes (dente e gengiva).

Uma vez finalizada a inserção do compósito, o espécime foi fotopolimerizado por 40 segundos (800 mW/cm^2) com o auxílio de um aparelho fotopolimerizador por LED (Bluephase N, Ivoclar Vivadent, LC). Quatro amostras cilíndricas foram fixadas à superfície de cada corpo de prova, totalizando 432 amostras ($n=36$). O fluxograma abaixo ilustra a sequência proposta para cada grupo (Figura 7).

Figura 7 - Fluxograma com os tratamentos de superfície que foram aplicados na superfície do PEKK na primeira etapa do estudo



Fonte: Elaborado pelo autor.

4.1.6 Análise de resistência ao cisalhamento

Uma máquina de teste universal (EMIC DL-1000, Emic, São José dos Pinhais, Paraná, Brasil) foi utilizada para medir a força de união ao cisalhamento (SBS) de cada espécime (Figura 8).

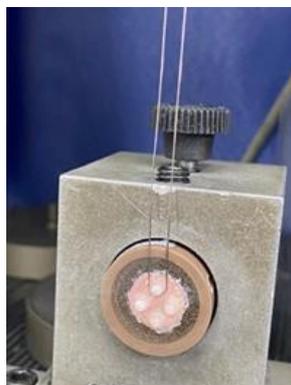
Figura 8 - Máquina de teste universal utilizada no estudo



Fonte: Elaborado pelo autor.

As amostras foram armazenadas em água destilada (temperatura ambiente) por 24 horas antes dos ensaios. Durante o teste, um fio de aço inoxidável (espessura de 0,40 mm), fixado à célula de carga, foi mantido em contato com a parte inferior dos cilindros, o mais próximo possível da interface adesiva (Figura 9) (Otani et al., 2015). Os espécimes foram tracionados, com tensão crescente e velocidade constante (0,5 mm/min) até a ruptura. O valor de tensão máxima foi registrado em quilograma-força (Kgf). A força necessária para produzir a falha foi então dividida pela área colada do cilindro (CR), com os valores resultantes expressos em megapascal (MPa).

Figura 9 - Corpo de prova durante o teste de microcisalhamento

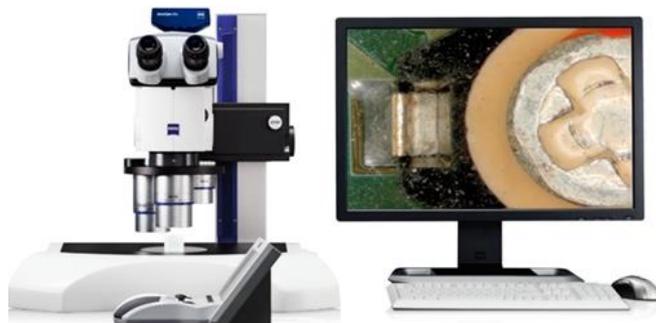


Fonte: Elaborado pelo autor.

4.1.7 Análise de falhas

Cada superfície fraturada foi avaliada visualmente em estereomicroscópio (Discovery V20, Zeiss, Jena, Alemanha) com ampliação de 400 vezes (Figura 10). Apenas os espécimes que apresentaram falhas adesivas foram considerados para análise (Otani et al., 2015).

Figura 10 - Estereomicroscópio utilizado no estudo



Fonte: Elaborado pelo autor.

4.1.8 Análise estatística

Os dados foram analisados estatisticamente através do software SPSS (versão 20, IBM SPSS, Armonk, EUA). A normalidade da distribuição dos dados foi avaliada com o teste de Kolmogorov-Smirnov e, uma vez observada distribuição normal, os dados foram avaliados com ANOVA fatorial e post-hoc de Sidak para comparações múltiplas e interações de fatores ($\alpha = 0,05$).

4.2 Segunda etapa

4.2.1 Delineamento experimental

Foi realizado um estudo in vitro, randomizado, cuja variável dependente foi a resistência de união ao cisalhamento, e o grupo com melhor resultado entre os que receberam a aplicação experimental da polidopamina (PEKK - Jateamento com óxido de alumínio (100 μm) - Polidopamina - Resina AnaxDent - Gingiva flow) foi utilizado como referência para novos testes com diferentes concentrações e tempos de aplicação da polidopamina.

Foram considerados os seguintes fatores de estudo: 1) pré-tratamento: abrasão a ar com partículas de óxido de alumínio - Al_2O_3 - (100 μm); 2) sistema adesivo: aplicação experimental da polidopamina em diferentes tempos (7 e 14 horas) e concentrações (1, 2 e 4 mg/ml); 3) compósito de revestimento (cor de gengiva).

4.2.2 Preparo dos espécimes

O preparo dos espécimes seguiu os passos descritos no tópico 4.1.2.

4.2.3 Pré-tratamentos de superfície

Os blocos receberam o seguinte pré-tratamento de superfície:

- Jateamento com óxido de alumínio (100 μm): a superfície dos substratos foi jateada por 20 segundos, com pressão de 60 Psi e distância de 10 centímetros, padronizada por um dispositivo plástico (Visuttiwattanakorn et al., 2017).

4.2.4 Aplicação experimental da polidopamina

Após cada pré-tratamento, para completar a divisão dos grupos, os espécimes receberam uma fina película adesiva através da dissolução de cloridrato de dopamina (Sigma-Aldrich, St. Louis, Missouri, EUA) - diferentes concentrações (1, 2 e 4 mg/ml) - em uma solução tampão TRIS-HCl 10 mM (Sigma-Aldrich, St. Louis, Missouri, EUA) com pH 8,5. Os espécimes foram submersos na solução de dopamina imediatamente após a preparação por diferentes períodos (7 e 14 horas). Para evitar a deposição de nanopartículas de polidopamina formadas na solução durante o processo de revestimento, todas as amostras foram agitadas em um agitador magnético (Chen et al., 2015).

O fluxograma abaixo ilustra a sequência proposta para cada grupo (Figura 11).

Figura 11 - Fluxograma com os tratamentos de superfície que foram aplicados na superfície do PEKK na segunda etapa do estudo



Fonte: Elaborado pelo autor.

4.2.5 Compósitos de revestimento

A inserção dos compósitos de revestimento seguiu os passos descritos no tópico 4.1.5.

4.2.6 Análise de resistência ao cisalhamento

A análise de resistência ao cisalhamento seguiu os passos descritos no tópico 4.1.6.

4.2.7 Análise de falhas

A análise de falhas seguiu os passos descritos no tópico 4.1.7.

4.2.8 Análise estatística

A análise estatística seguiu os passos descritos no tópico 4.1.8.

5 RESULTADO

5.1 Primeira etapa

Os resultados obtidos na primeira etapa do estudo, em MPa, bem como as interações observadas, estão expressos no quadro abaixo (Quadro 1).

Quadro 1 - Resultados obtidos após análise estatística (valores em MPa)

			Média	Desvio Padrão	Diferenças Significativas
Cor de Dente	Sem jateamento	Sem Adesivo	24,05	10,41	Aa
		pekk bond	44,88	11,24	Bb
		Polidopamina	11,26	3,22	Cc*
	Óxido de Alumínio	Sem Adesivo	20,38	8,35	Aa
		pekk bond	45,28	12,29	Bb
		Polidopamina	12,21	3,96	Cc
Cor de Gengiva	Sem jateamento	Sem Adesivo	32,76	11,46	Dd
		pekk bond	90,10	26,42	Ef
		Polidopamina	14,69	6,09	Fg*
	Óxido de Alumínio	Sem Adesivo	42,76	14,27	De
		pekk bond	84,29	25,10	Ef
		Polidopamina	22,42	6,99	Fh

Fonte: Elaborado pelo autor.

Conforme mostrado no quadro acima (pelas letras maiúsculas), houve diferença estatística entre os sistemas adesivos dentro dos grupos de pré-tratamento, e esse comportamento foi observado em ambos os compósitos (cor de dente e cor de gengiva).

A maior resistência adesiva foi observada no grupo pekk bond (controle positivo) ($P < 0,0001$), enquanto os menores valores foram relacionados à aplicação da polidopamina ($P < 0,0001$).

Em relação ao pré-tratamento, não houve diferença (letras minúsculas) entre os sistemas adesivos na comparação “intergrupos” para os espécimes de cor de dente. Entretanto, para os espécimes de cor de gengiva, o jateamento aumentou significativamente a resistência adesiva dos grupos tratados com polidopamina (14,69 para 22,42 MPa) ($P = 0,017$) e sem adesivo (32,76 para 42,76 Mpa) ($P = 0,002$).

Por fim (indicado pelo asterisco), a análise referente à cor do compósito mostrou que os compósitos de cor de gengiva apresentam maior resistência adesiva, exceto no grupo em que a polidopamina foi aplicada nos espécimes sem nenhum pré-tratamento ($P = 0,28$).

5.2 Segunda etapa

Uma vez observada distribuição normal, os dados foram avaliados com ANOVA fatorial. As médias e os respectivos valores de desvio-padrão (em MPa) para os resultados obtidos na segunda etapa do estudo, com a aplicação de polidopamina sobre os espécimes em diferentes tempos e concentrações, estão expressos no quadro abaixo (Quadro 2). A última coluna (da esquerda para a direita) indica possíveis diferenças estatísticas entre os grupos.

Quadro 2 - Resultados obtidos após análise estatística (valores em MPa)

Tempo	Concentração	Média	Desvio Padrão	Diferenças Significativas
7 horas	1 mg/ml	21,0	9,1	Aa
	2 mg/ml	24,0	11,9	Aa
	4 mg/ml	22,9	6,7	Aa
14 horas	1 mg/ml	22,1	8,0	Aa
	2 mg/ml	22,4	7,0	Aa
	4 mg/ml	22,1	5,5	Aa

Fonte: Elaborado pelo autor.

A análise estatística, portanto, mostrou que o tempo de imersão das amostras na solução de polidopamina não influenciou na resistência de união dos compósitos de revestimento estético à superfície do poli-éter-cetona-cetona ($P=0,979$).

De maneira semelhante, as diferentes concentrações utilizadas (1 mg/ml, 2 mg/ml e 4 mg/ml) apresentaram-se estatisticamente iguais como tratamento adesivo, sem alterar os resultados no teste de microcisalhamento ($P=0,678$).

Por fim, não foi detectada interação entre os fatores avaliados ($P=0,731$), ou seja, o efeito do tempo de aplicação independe da concentração que está sendo aplicada e, da mesma forma, o efeito da concentração independe do tempo de aplicação.

6 DISCUSSÃO

Este estudo avaliou, através de duas etapas experimentais, a influência do pré-tratamento de superfície, do tratamento adesivo e da cor do compósito de revestimento na resistência de união adesiva entre o poli-éter-cetona-cetona (PEKK) e os compósitos de revestimento estético. O objetivo principal foi verificar o comportamento da interface adesiva nos espécimes que receberam a aplicação experimental da polidopamina.

Os resultados da primeira etapa mostraram que o uso desta substância - concentração de 2 mg/ml e tempo de deposição de 14 horas (Chen et al., 2015) - não aumentou a resistência ao cisalhamento entre o PEKK e os compósitos de revestimento estético, rejeitando a hipótese alternativa.

A utilização da polidopamina como agente de união ainda é escassa na literatura científica, e os estudos prévios (Chen et al., 2015; Yi et al., 2016) apontam para sua aplicação no tratamento de pinos de fibra para confecção de retentores intra-radiculares. No presente estudo, este polímero foi aplicado sobre a superfície do PEKK, procedimento ainda não relatado em artigos científicos.

Ainda em relação ao tratamento adesivo, os resultados mostraram diferença estatística em todas as condições experimentais, independentemente do pré-tratamento e da cor do compósito de revestimento, com os melhores resultados para o grupo controle positivo (pekk bond), o que corrobora com o estudo de Gama et al. (2020).

Quanto ao pré-tratamento de superfície, os efeitos observados foram diferentes de acordo com a cor do compósito de revestimento aplicado, o que pode estar intimamente ligado à composição do material. Para os espécimes cor de dente, não houve diferença estatística entre os sistemas adesivos que receberam jateamento prévio e aqueles que não receberam.

Por outro lado, o óxido de alumínio aumentou a resistência de união adesiva nos espécimes cor de gengiva, o que está de acordo com o estudo de Lee et al. (2017), no qual a adesão do PEKK aos compósitos resinosos foi maior nos grupos previamente tratados.

Reafirmando os achados do presente estudo, um estudo *in vitro*, conduzido por Caglar et al. (2018), também investigou o efeito de diversos pré-tratamentos e sistemas adesivos na resistência de união utilizando amostras de poli-éter-éter-cetona (PEEK). Os autores mensuraram a rugosidade superficial e os espécimes foram analisados em microscopia eletrônica de varredura para avaliações da topografia. Os valores de rugosidade superficial foram maiores para o grupo “jateamento”; os outros grupos não apresentaram diferenças estatísticas entre si.

Com o objetivo de estabelecer possíveis condições para o uso da polidopamina como agente de união, diferentes concentrações e tempos de deposição foram utilizados na segunda etapa do estudo. Nesta fase, o jateamento com óxido de alumínio (100 μm) e o compósito de revestimento com cor de gengiva - melhores desempenhos na primeira etapa - foram utilizados em todas as condições experimentais para padronizar os testes de modo que a variação ocorresse apenas no sistema adesivo.

Os resultados mostraram que o tempo de imersão ($P=0,979$) e as diferentes concentrações utilizadas de polidopamina ($P=0,678$) não influenciaram na resistência de união dos compósitos de revestimento estético à superfície do PEKK, fatores que poderiam melhorar esta interface através do aumento da espessura deste material e criar uma superfície mais reativa, como foi observado por Chen et al. (2015).

Consequentemente, também não foi notada interação entre os fatores tempo e concentração de polidopamina que resultaram em diferenças estatísticas entre os grupos.

É importante ressaltar que, por se tratar de um estudo *in vitro*, algumas limitações são inerentes ao processo, como a ausência de fatores presentes no meio bucal (saliva, temperatura e pH, por exemplo). O envelhecimento das amostras para verificar o comportamento da interface ao longo do tempo parece não ser viável, já que os resultados dos testes realizados logo após o preparo dos espécimes não foram satisfatórios. Desta forma, a tendência seria de redução dos valores médios da resistência de união ao cisalhamento.

Em contrapartida, apesar de não ter sido observado melhora na interface adesiva dos espécimes tratados com polidopamina, trata-se de um estudo pioneiro e, portanto, inovador, que elucidou a dificuldade de utilização deste polímero como agente de união entre o poli-éter-cetona-cetona (PEKK) e compósitos de revestimento estético, mesmo em ambiente laboratorial. Isto evidencia uma dificuldade ainda maior de aplicação clínica, porém, como os estudos neste âmbito são escassos, compreender o comportamento de cada tipo de tratamento é de fundamental importância para a comunidade científica e, conseqüentemente, para o clínico e o técnico em prótese dentária, que recorrem constantemente à literatura.

Considerando todos os aspectos descritos e, principalmente, a baixa disponibilidade de protocolos para tratamentos adesivos na superfície dos polímeros de alta performance (PAPs), estudos futuros devem ser realizados com novos parâmetros e novas propostas de tratamento.

7 CONCLUSÃO

De acordo com os resultados obtidos e tendo ciência das limitações de um estudo in vitro, é possível concluir que:

1. O jateamento com óxido de alumínio colabora para o aumento da resistência de união adesiva entre o poli-éter-cetona-cetona e compósitos de revestimento estético;
2. A aplicação da polidopamina como agente de união não melhora a interface adesiva, independente da concentração da solução e do tempo de aplicação sobre os polímeros;
3. A cor dos compósitos influencia na sua resistência adesiva quando aplicados sobre o poli-éter-cetona-cetona, com melhor desempenho para os que simulam a gengiva.

REFERÊNCIAS*

- Alonso-Coello P, Carrasco-Labra A, Brignardello-Petersen R, Neumann I, Akl EA, Vernooij RW, et al. Systematic reviews suffer from major limitations in reporting absolute effects. *J Clin Epidemiol*. 2015 Nov 8; (15):00505-3. doi: 10.1016/j.jclinepi.2015.11.002. pii: S0895-4356. PubMed PMID: 26560992.
- Ates SM, Caglar I, Yesil Duymus Z. The effect of different surface pretreatments on the bond strength of veneering resin to polyetheretherketone. *J Adhes Sci Technol*. 2018;32(20):2220–31.
- Birch K, Dove ES, Chiappetta M, Gürsoy UK. Biobanks in oral health: promises and implications of post-neoliberal science and innovation. *OMICS*. 2016;20(1):36-41. doi:10.1089/omi.2015.0123.
- Busato AL, Hernandez PA, Candido MS, Porto CL, Reichert LA, Macedo RP, et al. *Dentística: novos princípios restauradores*. São Paulo: Artes Médicas; 2004.
- Caglar I, Ates SM, Yesil Duymus Z. An in vitro evaluation of the effect of various adhesives and surface treatments on bond strength of resin cement to polyetheretherketone. *J Prosthodont*. 2019;28(1):e342-e349. doi:10.1111/jopr.12791.
- Chen Q, Wei XY, Yi M, Bai YY, Cai Q, Wang XZ. Effect on the bond strengths of glass fiber posts functionalized with polydopamine after etching with hydrogen peroxide. *Dent Mater J*. 2015;34(6):740-5. doi: 10.4012/dmj.2014-259. PMID: 26632222.
- Coelho MB. *Expressão dos genes ALP e BSP frente aos extratos de UDMA, BisGMA, óleo de copaíba e polímero da mamona sobre fibroblastos da polpa dental [dissertação]*. São José dos Campos (SP): Universidade Estadual Paulista (Unesp), Instituto de Ciência e Tecnologia; 2013.

* Baseado em: International Committee of Medical Journal Editors Uniform Requirements for Manuscripts Submitted to Biomedical journals: Sample References [Internet]. Bethesda: US NLM; c2003 [atualizado 04 nov 2015; acesso em 29 set 2021]. U.S. National Library of Medicine; [about 6 p.]. Disponível em: http://www.nlm.nih.gov/bsd/uniform_requirements.html

Çulhaoğlu AK, Özkır SE, Şahin V, Yılmaz B, Kılıçarslan MA. Effect of various treatment modalities on surface characteristics and shear bond strengths of polyetheretherketone-based core materials. *J Prosthodont*. 2020;29(2):136-41. doi:10.1111/jopr.12702.

Fuhrmann G, Steiner M, Freitag-Wolf S, Kern M. Resin bonding to three types of polyaryletherketones (PAEKs)-durability and influence of surface conditioning. *Dent Mater*. 2014;30(3):357-63. doi:10.1016/j.dental.2013.12.008.

Gama LT, Duque TM, Özcan M, Philippi AG, Mezzomo LAM, Gonçalves TMSV. Adhesion to high-performance polymers applied in dentistry: a systematic review. *Dent Mater*. 2020 Apr;36(4):e93-e108. doi:10.1016/j.dental.2020.01.002. Epub 2020 Feb 5. PMID: 32035670.

Gonçalves TMSV, Teixeira KN, de Oliveira JMD, Gama LT, Bortolini S, Philippi AG. Surface treatments to improve the repair of acrylic and bis-acryl provisional materials. *Am J Dent*. 2018;31(4):199-204.

Guzzo SC, Finkler M, Reibnitz Júnior C, Reibnitz MT. Ortodontia preventiva e interceptativa na rede de atenção básica do SUS: perspectiva dos cirurgiões-dentistas da Prefeitura Municipal de Florianópolis, Brasil. *Cien Saude Colet*. 2014 Feb;19(2):449-60.

Jentzen W, Richter M, Nagarajah J, Poeppel TD, Brandau W, Dawes C, et al. Chewing-gum stimulation did not reduce the absorbed dose to salivary glands during radioiodine treatment of thyroid cancer as inferred from pre-therapy (124)I PET/CT imaging. *EJNMMI Phys*. 2014 Dec;1(1):100. doi:10.1186/s40658-014-0100-1.

Keul C, Liebermann A, Schmidlin PR, Roos M, Sener B, Stawarczyk B. Influence of PEEK surface modification on surface properties and bond strength to veneering resin composites. *J Adhes Dent*. 2014;16(4):383-92. doi:10.3290/j.jad.a32570.

Koutouzis T, Richardson J, Lundgren T. Comparative soft and hard tissue responses to titanium and polymer healing abutments. *J Oral Implantol*. 2011;37 Spec No:174-182. doi:10.1563/AAID-JOI-D-09-00102.1.

Lan R, Tzortzis S, Desfosses Y, Signoli M, Tardivo D. [Study of remains and dental wastes of a First World War German rest camp]. *Odontostomatol Trop*. 2014 Dec;37(148):13-24. French.

Lee KS, Shin MS, Lee JY, Ryu JJ, Shin SW. Shear bond strength of composite resin to high performance polymer PEKK according to surface treatments and bonding materials. *J Adv Prosthodont*. 2017;9(5):350-7. doi:10.4047/jap.2017.9.5.350.

Lee KS, Shin MS, Lee JY, Ryu JJ, Shin SW. Shear bond strength of composite resin to high performance polymer PEKK according to surface treatments and bonding materials. *J Adv Prosthodont*. 2017 Oct;9(5):350-7. doi: 10.4047/jap.2017.9.5.350. Epub 2017 Oct 16. PMID: 29142642; PMCID: PMC5673611.

Najeeb S, Zafar MS, Khurshid Z, Siddiqui F. Applications of polyetheretherketone (PEEK) in oral implantology and prosthodontics. *J Prosthodont Res*. 2016;60(1):12-9. doi:10.1016/j.jprior.2015.10.001.

Otani A, Amaral M, May LG, Cesar PF, Valandro LF. A critical evaluation of bond strength tests for the assessment of bonding to Y-TZP. *Dent Mater*. 2015;31(6):648-56. doi:10.1016/j.dental.2015.03.002.

Rajaganesh N, Sabarinathan S, Azhagarasan NS, Shankar C, Krishnakumar J, Swathi S. Comparative evaluation of shear bond strength of two different chairside soft liners to heat processed acrylic denture base resin: an in vitro study. *J Pharm Bioallied Sci*. 2016;8(Suppl 1):S154-S159. doi:10.4103/0975-7406.191948.

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;27(6):693-9. doi:10.1590/0103-6440201600796.

Rosentritt M, Preis V, Behr M, Sereno N, Kolbeck C. Shear bond strength between veneering composite and PEEK after different surface modifications. *Clin Oral Investig*. 2015;19(3):739-44. doi:10.1007/s00784-014-1294-2.

Schmidlin PR, Stawarczyk B, Wieland M, Attin T, Hämmerle CH, Fischer J. Effect of different surface pre-treatments and luting materials on shear bond strength to PEEK. *Dent Mater*. 2010;26(6):553-9. doi:10.1016/j.dental.2010.02.003.

Silthampitag P, Chaijareenont P, Tattakorn K, Banjongprasert C, Takahashi H, Arksornnukit M. Effect of surface pretreatments on resin composite bonding to PEEK. *Dent Mater J*. 2016;35(4):668-74. doi:10.4012/dmj.2015-349.

Stawarczyk B, Thrun H, Eichberger M, Roos M, Edelhoff D, Schweiger J, et al. Effect of different surface pretreatments and adhesives on the load-bearing capacity of veneered 3-unit PEEK FDPs. *J Prosthet Dent*. 2015 Nov;114(5):666-73. doi: 10.1016/j.prosdent.2015.06.006. Epub 2015 Sep 4. PMID: 26344191.

Stawarczyk B, Bähr N, Beuer F, Wimmer T, Eichberger M, Gernet W, et al. Influence of plasma pretreatment on shear bond strength of self-adhesive resin cements to polyetheretherketone. *Clin Oral Investig*. 2014 Jan;18(1):163-70. doi: 10.1007/s00784-013-0966-7. Epub 2013 Mar 17. PMID: 23504226.

Stawarczyk B, Jordan P, Schmidlin PR, Roos M, Eichberger M, Gernet W, et al. PEEK surface treatment effects on tensile bond strength to veneering resins. *J Prosthet Dent*. 2014 Nov;112(5):1278-88. doi: 10.1016/j.prosdent.2014.05.014. Epub 2014 Jun 24. PMID: 24969411.

Stawarczyk B, Keul C, Beuer F, Roos M, Schmidlin PR. Tensile bond strength of veneering resins to PEEK: impact of different adhesives. *Dent Mater J*. 2013;32(3):441-8. doi:10.4012/dmj.2013-011.

Stawarczyk B, Beuer F, Wimmer T, Jahn D, Sener B, Roos M, et al. Polyetheretherketone-a suitable material for fixed dental prostheses? *J Biomed Mater Res B Appl Biomater*. 2013 Oct;101(7):1209-16. doi: 10.1002/jbm.b.32932. Epub 2013 Apr 6. PMID: 23564476.

Tannous F, Steiner M, Shahin R, Kern M. Retentive forces and fatigue resistance of thermoplastic resin clasps. *Dent Mater*. 2012;28(3):273-278. doi:10.1016/j.dental.2011.10.016.

Visuttiwattanakorn P, Suputtamongkol K, Angkoonsit D, Kaewthong S, Charoonanan P. Microtensile bond strength of repaired indirect resin composite. *J Adv Prosthodont*. 2017;9(1):38-44. doi:10.4047/jap.2017.9.1.38.

Yi M, Sun H, Zhang H, Deng X, Cai Q, Yang X. Flexible fiber-reinforced composites with improved interfacial adhesion by mussel-inspired polydopamine and poly(methyl methacrylate) coating. *Mater Sci Eng C Mater Biol Appl*. 2016 Jan 1;58:742-9. doi: 10.1016/j.msec.2015.09.026. Epub 2015 Sep 11. PMID: 26478367.

Zhou L, Qian Y, Zhu Y, Liu H, Gan K, Guo J. The effect of different surface treatments on the bond strength of PEEK composite materials. *Dent Mater.* 2014;30(8):e209-e215. doi:10.1016/j.dental.2014.03.011