

**Isabela Sousa de Araújo**

***Resistência de união à cerâmica e avaliação de propriedades químico-mecânicas e ópticas de cimento resinoso fotoativado contaminado por agentes hemostáticos***

Dissertação apresentada à Faculdade de Odontologia da Universidade Federal de Uberlândia, para obtenção do Título de Mestre em Odontologia na Área de Clínica Odontológica Integrada

**Uberlândia, 2015**

**Isabela Sousa de Araújo**

***Resistência de união à cerâmica e avaliação de propriedades químico-mecânica e ópticas de cimento resinoso fotoativado contaminado por agentes hemostáticos***

Dissertação apresentada à Faculdade de Odontologia da Universidade Federal de Uberlândia, para obtenção do Título de Mestre em Odontologia na Área de Clínica Odontológica Integrada

Orientador: Prof. Dr. Célio Jesus do Prado

Coorientadora: Prof. Dra. Gisele Rodrigues da Silva

Coorientador: Prof. Dr. Luís Henrique Araújo Raposo

Banca Examinadora:

Prof. Dr. Célio Jesus do Prado

Prof. Dr. Paulo César de Freitas Santos Filho

Prof<sup>a</sup>. Dra. Iara Augusta Orsi

**Uberlândia, 2015**

Dados Internacionais de Catalogação na Publicação (CIP)  
Sistema de Bibliotecas da UFU, MG, Brasil.

- 
- A663r  
2015
- Araújo, Isabela Sousa de, 1990-  
Resistência de união à cerâmica e avaliação de propriedades  
químico-mecânicas e ópticas de cimento resinoso fotoativado  
contaminado por agentes hemostáticos / Isabela Sousa de Araújo. - 2015.  
60 f. : il.
- Orientador: Célio Jesus do Prado.  
Coorientador(a): Gisele Rodrigues da Silva.  
Coorientador: Luís Henrique Araújo Raposo.  
Dissertação (mestrado) - Universidade Federal de Uberlândia,  
Programa de Pós-Graduação em Odontologia.  
Inclui bibliografia.
1. Odontologia - Teses. 2. Cimentos dentários - Teses. 3. Materiais  
dentários - Teses. 4. Restauração (Odontologia) - Teses. I. Prado, Célio  
Jesus do. II. Silva, Gisele Rodrigues da, 1982-. III. Raposo, Luís  
Henrique Araújo, 1985-. IV. Universidade Federal de Uberlândia,  
Programa de Pós-Graduação em Odontologia. V. Título.

---

CDU: 616.314



Ata da defesa de DISSERTAÇÃO DE MESTRADO junto ao Programa de Pós-graduação em Odontologia, Faculdade de Odontologia da Universidade Federal de Uberlândia.

Defesa de: Dissertação de Mestrado Acadêmico nº268 - COPOD

Data: 11/02/2015

Discente: Isabela Sousa de Araújo, Matrícula: (11312ODO006)

Título do Trabalho: Resistência de união à cerâmica e avaliação das propriedades químico-mecânicas e ópticas de cimento resinoso fotoativado contaminado por agentes hemostáticos.

Área de concentração: Clínica Odontológica Integrada.

Linha de pesquisa: Propriedades Físicas e Biológicas dos Materiais

Projeto de Pesquisa de vinculação: Propriedades Físicas e Biológicas dos Materiais

As **nove** horas do dia **onze de fevereiro do ano de 2015** no Anfiteatro Bloco 4L, Anexo A, Sala 23, Campus Umuarama da Universidade Federal de Uberlândia, reuniu-se a Banca Examinadora, designada pelo Colegiado do Programa de Pós-graduação em janeiro 2015, assim composta: Professores Doutores: Paulo César Freitas Santos Filho (UFU); Iara Augusta Orsi (FORP/USP); e Célio Jesus do Prado (UFU) orientador(a) do(a) candidato(a) **Isabela Sousa de Araújo**.

Iniciando os trabalhos o(a) presidente da mesa Dr. Célio Jesus do Prado apresentou a Comissão Examinadora e o candidato(a), agradeceu a presença do público, e concedeu ao Discente a palavra para a exposição do seu trabalho. A duração da apresentação do Discente e o tempo de arguição e resposta foram conforme as normas do Programa.

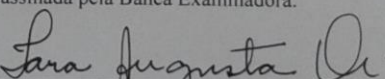
A seguir o senhor(a) presidente concedeu a palavra, pela ordem sucessivamente, aos(às) examinadores(a)s, que passaram a arguir o(a) candidato(a). Ultimada a arguição, que se desenvolveu dentro dos termos regimentais, a Banca, em sessão secreta, atribuiu os conceitos finais.

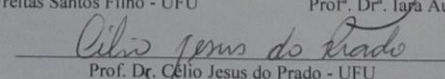
Em face do resultado obtido, a Banca Examinadora considerou o(a) candidato(a) A **aprovado(a)**.

Esta defesa de Dissertação de Mestrado Acadêmico é parte dos requisitos necessários à obtenção do título de Mestre. O competente diploma será expedido após cumprimento dos demais requisitos, conforme as normas do Programa, a legislação pertinente e a regulamentação interna da UFU.

Nada mais havendo a tratar foram encerrados os trabalhos às 11 horas e 40 minutos. Foi lavrada a presente ata que após lida e achada conforme foi assinada pela Banca Examinadora.

  
Prof. Dr. Paulo César Freitas Santos Filho - UFU

  
Prof.ª. Dr.ª. Iara Augusta Orsi - FORP/USP

  
Prof. Dr. Célio Jesus do Prado - UFU  
Orientador (a)

## **DEDICATÓRIA**

### **Á Deus,**

Por ter me abençoado para chegar até aqui com saúde e vontade. Obrigada Deus, por sentir sua presença tão perto de mim e por todos os dias renovar a minha fé.

### **Aos meus pais Luiz Henrique e Lane,**

Por terem me proporcionado a oportunidade de estudar, e por terem me ensinado a importância de estabelecer metas. Por torcerem pelo meu sucesso profissional, por acreditarem no meu potencial e por terem cuidado de mim com todo amor e carinho. Obrigada por terem me dado a alegria de viver, por terem me proporcionado a educação que hoje eu tenho, por fazerem dos meus sonhos os de vocês e por me fazer uma pessoa melhor a cada dia. Vocês são as pessoas mais especiais da minha vida e eu amo vocês eternamente.

### **A minha irmã Gabriela,**

Minha irmã e melhor amiga, pessoa iluminada e linda por dentro e por fora. É um privilégio viver ao seu lado. Obrigada por fazer da minha caminhada mais tranquila e feliz, agradeço por ter me ajudado a ser firme quando os momentos difíceis apareciam no meu trajeto. Posso dizer que grande parte do conhecimento que adquiri durante toda minha vida foi devido aos seus ensinamentos. Você é uma irmã extremamente presente em minha vida e eu a amo eternamente.

### **Ao meu amor Alysson,**

Por ser tão especial e fazer da minha caminhada mais feliz. Obrigada meu lindo por estar sempre ao meu lado, por me motivar todos os dias, e acreditar em meu potencial. Agradeço pelos frequentes momentos em que precisei me concentrar nos estudos e você esteve presente me apoiando e se orgulhando de mim. Obrigada por ter me motivado naqueles momentos em que a fraqueza e a insegurança tomaram conta de mim. Obrigada pelos conselhos que nunca falharam e obrigada por ser meu eterno confidente. Minha admiração por você é infinita, Te amo para sempre.

## **AGRADECIMENTOS**

### **Ao professor Célio Jesus do Prado,**

Agradeço por me acolher como sua orientada durante essa jornada. Obrigada por me receber de forma sempre muito educada e tranquila, e por ter me ajudado em tudo que precisei. Obrigada pelo grande aprendizado que me proporcionou na área de oclusão e prótese fixa, foi um momento único poder acompanhá-lo em sua prática clínica feita de maneira cuidadosa e criteriosa. Admiro muito o seu trabalho e competência. Obrigada por tudo professor.

### **A Professora Gisele Rodrigues da Silva,**

Pessoa a qual me identifiquei desde o primeiro dia em que a vi. Sou grata pela amizade e por ter me acolhido desde o 2º período de faculdade como aluna de Iniciação Científica e até nos dias de hoje como co-orientada de mestrado. Obrigada por acreditar em meu potencial desde o início e me ajudar a prosperar na pós – graduação. Agradeço infinitamente pela excelente co-orientação do meu mestrado, você é meu exemplo de dedicação e competência. O seu apoio e atenção foram os alicerces nessa jornada. Te agradeço por tudo, nunca esquecerei de tudo que me ensinou e me proporcionou, espero sempre ter você por perto em minha caminhada. Gosto muito de você

### **Ao professor Luís Henrique Araújo Raposo,**

Muito obrigada professor, pelo carinho e atenção. Pela disponibilidade na Co-orientação durante esse período do meu mestrado sempre com muita tranquilidade e atenção. Agradeço pela simplicidade e acessibilidade, pois mesmo com tantos compromissos sempre me recebeu com calma e paciência, compartilhando seus conhecimentos em todos os momentos e contribuindo para a minha formação. Obrigada por tudo.

### **Ao coordenador do programa de Pós graduação Carlos José Soares,**

Obrigada por ter contribuído para o desenvolvimento e aperfeiçoamento do meu trabalho. Agradeço por executar o seu trabalho de forma tão brilhante e dedicada. Admiro muito a sua competência.

**A minha amiga Rayssa Zanatta,**

Obrigada Rayssa por ter me recebido de forma tão especial em sua casa e por ter me ajudado durante esse período com seus conhecimentos e com toda sua dedicação. Adorei me aproximar de você.

**Ao professor Carlos Rocha Gomes Torres,**

Agradeço por ter aberto as portas para mim para o desenvolvimento da metodologia de cor e pela oportunidade de conhecer a Universidade estadual paulista “Julio de Mesquita Filho” e nela desenvolver parte do meu trabalho.

**A professora Francielle,**

Obrigada pela disponibilidade e simpatia ao me ajudar a executar a análise de falha bem como a análise química elementar em aparelho MEV-EDS.

**Ao Professor Reinaldo Ruggiero,**

Obrigada pela parceria ao desenvolver a discussão pautada na análise química dos compostos utilizados nesse estudo. Agradeço pela acessibilidade e pelo carinho em que fui recebida.

**Ao professor Sinésio Franco,**

Agradeço pela permissão para realizar parte da análise química elementar do meu trabalho em seu laboratório.

**Aos professores da FOUFU**

Agradeço a todos os professores mestres e doutores da Universidade Federal de Uberlândia da Faculdade de Odontologia, por contribuírem para o meu aprendizado e crescimento profissional e pessoal.

**Aos funcionários da UFU,**

Agradeço a todos os funcionários da UFU por trabalharem de forma dedicada e competente. O meu obrigada em especial à Daniela, Wilton, Graça, Brenda e Advaldo pelo forte compromisso ao trabalho de vocês, o qual fazem com tanto amor e dedicação.

**Aos meus amigos,**

Leandro Maruki, Renata Borges, Camila Rosato, Livia Zeola, Camila Lopes, Marcela Borges, Fernanda Pereira, Giselle Rodrigues, Luana Cardoso, Stella Braga, Rafael Resende por terem compartilhado comigo momentos felizes, momentos de aprendizado, e por terem me ajudado com carinho durante esses dois anos de mestrado com o meu trabalho de dissertação.

**Aos meus Sogros Carlos e Dilma, aos meus cunhados Gustavo e Fernando e as minhas cunhadas Larissa e Liziane,**

Obrigada por me sentir tão acolhida nessa família linda, estar ao lado de vocês foi fundamental durante todo esse período em que trilhei. Gosto muito de vocês.

**A universidade Federal de Uberlândia**

Instituição a qual me formei e tenho imenso orgulho. Obrigada por prezar pela ética e formação de alunos aptos a desenvolver o exercício da profissão.

**À FAPEMIG**

Obrigada pelo apoio financeiro por meio de bolsa de mestrado durante esse período de 2 anos.



## **EPÍGRAFE**

**“Busque a madureza do teu espírito e direciona os pensamentos para um objetivo alto e alcançável. Se contratempos surgirem, considera-os normais e segue em frente.”**

**Autor: Desconhecido**

## SUMÁRIO

LISTA DE ABREVIATURAS	9
RESUMO	12
ABSTRACT	14
1 INTRODUÇÃO E REFERENCIAL TEÓRICO	16
2 PROPOSIÇÃO	20
3 MATERIAL E MÉTODOS	22
4 RESULTADOS	40
5 DISCUSSÃO	48
6 CONCLUSÃO	53
7 REFERÊNCIAS	55

## **LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS**

GC – Grau de conversão (%)

mm – Unidade de comprimento (Milímetro)

cm -1 : Centímetros a menos 1

g – unidade de massa (grama)

Mpa – MegaPaschal

MEV – Microscopia Eletrônica de Varredura

N- unidade de força (Newton)

Mm/min – unidade de velocidade (Milímetro por minuto)

Mm2- unidade de área (milímetro quadrado)

s – unidade de tempo (segundos)

Min – unidade de tempo (minuto)

% - Porcentagem

μSBS – Resistência de união ao microcisalhimento

mW/cm<sup>2</sup> – unidade de densidade de energia (miliwatts por centímetro ao quadrado)

CT – Grupo Controle

HS – Grupo Hemostop (cimento contaminado com Hemostop)

VS – Grupo Viscostat (cimento contaminado com Viscostat)

VC – Grupo Viscostat Clear (cimento contaminado com Viscostat Clear)

PVC – Polivinil cloreto rígido

EDS – Espectroscopia de energia dispersiva

CIELab – Comissão internacional de l'Eclairage

$L^*$  - coordenada de Luminosidade (branco – preto)

$a^*$  - Coordenada de cromaticidade (representante do eixo de saturação entre o vermelho – verde)

$b^*$  - Coordenada de cromaticidade (representante do eixo de saturação entre o amarelo – azul)

$\Delta L$  – valor referente a variação do cor entre as cores branca e preta

$\Delta a$  - valor referente a variação do cor entre as cores vermelha e verde

$\Delta b$  - valor referente a variação do cor entre as cores amarelo e azul

$\Delta E$  - valor referente a soma da variação de todos os parâmetros ( $\Delta L$ ,  $\Delta a$  e  $\Delta b$ )

AD – falha adesiva

MCR – falha mista com predominância em cerâmica

MCM – falha mista com predominância em cimento

CCR – Falha coesiva em cerâmica

CCM – Falha coesiva em cimento

***RESUMO***

---

## RESUMO

O objetivo deste estudo foi avaliar o grau de conversão, estabilidade de cor, composição química e resistência de união de cimento resinoso fotoativado (Variolink Veneer, Ivoclar Vivadent) contaminados com três diferentes agentes hemostáticos (Hemostop, ViscoStat e ViscoStat clear). As amostras foram preparadas para o grupo controle (cimento resinoso não contaminado) e grupos experimentais (cimento resinoso contaminado por uma solução hemostática) de acordo com os grupos. Para o grau de conversão ( $n = 5$ ) e análise de cor ( $n = 10$ ), as amostras (3 mm de espessura e 2 mm de diâmetro) foram avaliadas usando um infravermelho com transformação de Fourier (FTIR) e espectrofotometria (analisado pelo sistema CIElab ( $L^* a^* b^*$ )), respectivamente. Para a análise química elementar ( $n = 1$ ), as amostras (2 mm de espessura e 6 mm de diâmetro) foram avaliadas por meio de espectroscopia de energia dispersiva por emissão de raio X (EDS). A resistência de união entre os grupos foi avaliada pelo teste de microcissalhamento ( $n = 20$ ) em substrato cerâmica reforçada por leucita (IPS Empress Cad LT A1), seguida de análise do modo de falha por microscopia eletrônica de varredura (MEV). Os valores médios, exceto para o modo de falha e avaliação química elementar, foram avaliados através do teste de variância ANOVA one-way para o grau de conversão e ANOVA com parcela subdividida para os testes de cor e resistência de união, seguidos pelo teste de Tukey. O grupo VS apresentou maior grau de conversão do cimento ( $P < 0.01$ ), a cor foi influenciada pela contaminação ( $P < 0.01$ ) assim como o envelhecimento ( $P < 0.01$ ) causando a instabilidade de cor de todos os grupos, uma vez que o grupo VC seguido pelo HS apresentaram maiores valores de  $\Delta E$  ( $P < 0.01$ ). A resistência de união foi alterada pela contaminação ( $P < 0.01$ ), o grupo CT apresentou maior resistência de união com predominância de falha AD. Na avaliação química, nos grupos VC e HS houve a presença de alumínio, cloro e cálcio além dos componentes presentes do cimento não contaminado. Já no grupo VS os elementos em destaque foram o ferro e o enxofre. Considerando as limitações desse estudo, concluiu-se que os agentes hemostáticos influenciam nas propriedades do cimento resinoso fotoativado negativamente, porém quando existir a necessidade de lançar mão de hemostáticos, convém utilizar o Hemostop, que

foi a solução que apresentou resultados mais próximos ao grupo controle nesse estudo.

**Palavras-chave:** Análise de cor, Cimento resinoso, Grau de conversão, Resistência adesiva, Agentes hemostáticos.

***ABSTRACT***

---

## ABSTRACT

The aim of this study was to evaluate the degree of conversion, color stability, chemical composition, and bond strength of a light-cure resin cement (Variolink Veneer, Ivoclar Vivadent) contaminated with three different hemostatic solutions ( Hemostop, Viscostat and Viscostat Clear). Specimens were prepared for the control (uncontaminated resin cement) and experimental groups (resin cement contaminated with one hemostatic solution) according to the tests. For the degree of conversion (n=5) and color analysis (n=10), specimens (3 mm thick and 2 mm in diameter) were evaluated using a Fourier infrared transform spectroscopy (FTIR) and spectrophotometer (analyzed in the CIElab system (L \* a \* b \*)) respectively. For the elemental chemical analysis (n=1), specimens (2 mm thick and 6 mm in diameter) were evaluated using x-ray energy dispersive spectroscopy (EDS). The bond strength of the groups was assessed by microshear test (n=20) in a leucite-reinforced glass ceramic substrate (IPS Empress Cad LT A1), followed by analysis of the failure mode using scanning electron microscopy (SEM). The mean values, except for the elemental chemical evaluation and failure mode, were evaluated using split plot ANOVA and Tukey post hoc analysis. Contamination with ViscoStat increased cement degree of conversion, the color was influenced by contamination and aging caused the instability of color all groups and the bond strength was negatively influenced by contaminants.

**Key-words:** Bond strength; Chemical elemental analysis; Color analysis; Degree of conversion; Hemostatic solutions; Light-cure resin cement.



## ***INTRODUÇÃO E REFERENCIAL TEÓRICO***

---

## 1. INTRODUÇÃO E REFERENCIAL TEÓRICO

O aumento da demanda por laminados cerâmicos, tem levado ao contínuo desenvolvimento e aperfeiçoamento dos materiais cerâmicos, devido principalmente ao bom desempenho das suas propriedades ópticas, que são resultado de uma boa interação entre a cor e espessura do laminado (Gurel G et al., 2007) e a cor do cimento de união em relação a cor da estrutura dentária, devido também as propriedades de translucidez, fenômeno natural que varia de acordo com o tipo de cerâmica e devido as excelentes propriedades estéticas (Conrad HJ et al., 2007 e Runnacles P et al., 2014). Sabe-se que para a fixação desses materiais cerâmicos é necessária a etapa clínica de cimentação, normalmente pela técnica adesiva utilizando cimentos resinosos (Saker S et al., 2014). A principal função do agente de cimentação é preencher o espaço da interface da restauração e impedir o deslocamento durante mastigação da mesma (Hill EE., 2007).

A indicação para o uso de cimentos fotopolimerizáveis baseia-se no conceito de que a luz emitida por aparelho fotopolimerizador passa facilmente através das restaurações indiretas, devido à sua translucidez e reduzida espessura (Runnacles P et al., 2014). Quando a polimerização é eficaz, a cimentação adesiva promove o aumento da resistência à fratura dos materiais cerâmicos por penetração de cimento sobre as irregularidades na superfície interna da restauração, levando a maior força de cisalhamento e menor propagação de trincas (Groten M et al., 1997) Ademais, cimentos resinosos fotoativados têm uma melhor estabilidade de cor em comparação com aqueles de presa química ou dupla (Janda R et al., 2004). Este fato é, provavelmente, relacionado com a ausência ou redução de ativadores químicos (amina) presentes no catalisador, o que pode causar mudanças de cor ao decorrer do tempo (Janda R et al., 2004 e Koishi Y et al., 2002). Por fim, tais cimentos resinosos são produzidos em grande variedade de tons que permitem ajustes na cor do procedimento proporcionando uma melhor estética (Koishi Y, et al. 2002).

O grau de conversão (GC) é a proporção da conversão das duplas cadeias de carbono ( $C=C$ ) em ligações simples de carbono ( $C-C$ ). Isso implica a conversão de monómeros em polímeros e é um índice para a extensão da

polimerização. Estudos indicam que o desempenho clínico de compósitos odontológicos pode ser afetado pelo GC (Prasanna N et al., 2007). Um grau insuficiente de conversão pode enfraquecer a resistência de união, diminuir as propriedades físico-mecânicas, liberar materiais tóxicos, como monômeros e iniciadores, e causar permeabilidade da interface de união dos materiais a base de resina (O'Brien WJ, 2008). Além disso, pode levar a alterações desfavoráveis, causando formação de cáries, ou descoloração do sistema adesivo, que são características importantes no que diz respeito aos parâmetros clínicos (Usümez S et al., 2005).

Normalmente restaurações indiretas, dentre elas *inlays*, *onlays*, facetas e coroas têm suas margens cervicais intencionalmente colocados no sulco gengival para atender a requisitos estéticos e funcionais (Kaneshima T et al., 2000). Procedimentos esses, muitas das vezes realizados com auxílio de fios afastadores, dessa forma, torna-se inviável a confecção de isolamento absoluto como meio de manutenção de um ambiente limpo e seco, permitindo assim que o procedimento se torne suscetível a contaminação. No entanto, sabe-se que a contaminação pela saliva, fluido crevicular gengival e pelo sangue durante os procedimentos de cimentação podem influenciar negativamente as propriedades adesivas de materiais a base de resina, diminuindo a sua resistência (Kaneshima T et al., 2000; Yoo HM et al., 2006; Chang SW et al., 2010; Zortuk M et al., 2010 e Kilic K et al., 2013). A fim de evitar esta situação, o afastamento gengival com a utilização de fios afastadores embebidos com diferentes agentes hemostáticos são utilizados para serem inseridos no sulco gengival com a finalidade de promover a hemostasia (Tarighi P et al., 2014).

As substâncias químicas utilizadas como agentes hemostáticos geralmente contém cloreto de alumínio, sulfato férrico ou epinefrina. A epinefrina é considerada um vasoconstritor, e entre as substâncias disponíveis para o estancamento de sangue e fluidos creviculares é a menos comumente utilizada em Odontologia, devido ao fato de aumentar a pressão arterial e os batimentos cardíacos dos pacientes. (Benson B W et al., 1986) Já o cloreto de alumínio e o sulfato férrico são considerados como adstringentes mais comumente utilizados na Odontologia, o primeiro atua precipitando as proteínas da mucosa tornando-a mecanicamente mais rígida e o segundo é

uma forma mais concentrada de adstringente capaz de provocar a coagulação superficial e local dos vasos sanguíneos. Ambos agentes são capazes de controlar a hemorragia dos capilares e arteríolas promovendo a hemostasia do meio (Tarighi P et al., 2014; Mohan M et al., 2011 e Polat N T et al., 2007). No entanto, alguns estudos indicam que os agentes hemostáticos podem permanecer na superfície do dente, provocando uma diminuição significativa na força de união dos materiais resinosos e sistemas adesivos em dentina. Além disso, estudos anteriores demonstraram que os agentes hemostáticos são soluções altamente ácidas, com pH variando de 0.7-3.0 (Kuphasuk W et al., 2007), logo a acidez das soluções apresentadas também podem contribuir para alterações na superfície da dentina (Land M F et al., 1996).

Dessa maneira parece oportuno investigar, o potencial de polimerização, as propriedades de cor, os constituintes químicos, bem como a resistência de união de cimento resinoso fotoativado contaminado com diferentes agentes hemostáticos.

O intuito do presente trabalho foi de aproximar os resultados in vitro à realidade clínica. Por fim alcançar um melhor protocolo no aumento da longevidade de cerâmicas odontológicas cimentadas e diminuir os sinais clínicos indesejáveis como alteração de cor e adesão ineficiente.

***PROPOSIÇÃO***

---

## **2. PROPOSIÇÃO**

Com base na importância da estabilidade de cor de restaurações indiretas, no potencial de polimerização dos cimentos resinosos fotoativado e na limitação encontrada da influência negativa da adesão de materiais resinosos em contato com substrato dentina contaminado com agentes hemostáticos, a proposta desse trabalho foi avaliar o grau de conversão, estabilidade de cor, a composição química elementar e resistência de união de cimento resinoso fotoativado contaminado por diferentes soluções hemostáticas contendo cloreto de alumínio ou sulfato férrico. A hipótese nula testada é que agentes hemostáticos não alteram as propriedades químico-mecânicas ou ópticas do cimento resinoso fotopolimerizável.

## ***MATERIAL E MÉTODO***

---

### **3. MATERIAL E MÉTODO**

#### **3.1. Delineamento experimental:**

1. Unidade experimental: Cimento resinoso fotoativado (Variolink Veneer)
2. Fatores em estudo: Agentes Hemostáticos (Hemostop; Viscostat, Viscostat Clear)
3. Variáveis de respostas: grau de conversão (%), análise de cor, análise química elementar (%), resistência de união (MPa), análise do padrão de falha.
4. Método de análise: grau de conversão por Espectroscopia infravermelha transformada de Fourier (FTIR), análise de cor por meio de Espectrofotometria utilizando sistema CieLAB, análise química por meio de espectroscopia por energia dispersiva pela emissão de raio-X (EDS), ensaio da resistência de união ao microcisalramento, e microscopia eletrônica de varredura.

#### **3.2. MATERIAIS UTILIZADOS**

Este trabalho foi desenvolvido pelo programa de pós-graduação em Odontologia da Faculdade de Odontologia da Universidade Federal de Uberlândia com o apoio do laboratório da engenharia química desta universidade, bem como com o laboratório de Dentística da Universidade de Odontologia de São José dos Campos (SP).

Os materiais utilizados neste estudo são apresentados na Tabela 1 e Figura 1. O grupo controle (CT) consistiu em amostras feitas com cimento resinoso fotoativado (Variolink Veneer, cor +1, Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein). Para os grupos experimentais, as amostras de cimento resinoso foram contaminadas com três diferentes soluções hemostáticas, duas delas contendo cloreto de alumínio, Viscostat Clear (VC) e Hemostop (HS), e uma contendo sulfato férrico, Viscostat (VS).



**Tabela 1** – Composição dos materiais utilizados

<b>Material</b>	<b>Produto</b>	<b>Cor</b>	<b>Composição</b>	<b>Fabricante</b>
Cimento resinoso fototivado	<b>Variolink veneer</b>	+1	Dimetacrilatos, dióxido de silício e trifluoreto de itérbio. conteúdos adicionais são catalisadores, estabilizadores e pigmentos	Ivoclar; Schaan, Liechtenstein, Germany
Cerâmica reforçada por leucita	<b>IPS Empress CAD LT A1</b>	A1	SiO <sub>2</sub> components adicionais: Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , K <sub>2</sub> O, Na <sub>2</sub> O, CaO, e outros óxidos e pigmentos	Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein
Agente de união	<b>Monobond Plus</b>	-	etanol, 3-trimetoxisililpropil metacrilato, éster de ácido fosfórico metacrilado	Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein
Ácido fluorídrico	<b>Condac Porcelana</b>	-	O ácido fluorídrico 10% água, espessante e corante	FGM, Joinville, SC, Brazil
Solução hemostática	<b>Hemostop</b>	-	Cloreto de alumínio, propileno glicol, hidroxiquinolina, álcool etílico, água	Dentsply, Petrópolis, RJ, Brazil
Solução hemostática	<b>Viscostat</b>	-	Sulfato férrico 20%	Ultradent ( South Jordan, UT) Ultradent
Solução hemostática	<b>Viscostat Clear</b>	-	Cloreto de alumínio a 25% em veículo viscoso e aquoso	Ultradent ( South Jordan, UT) Ultradent

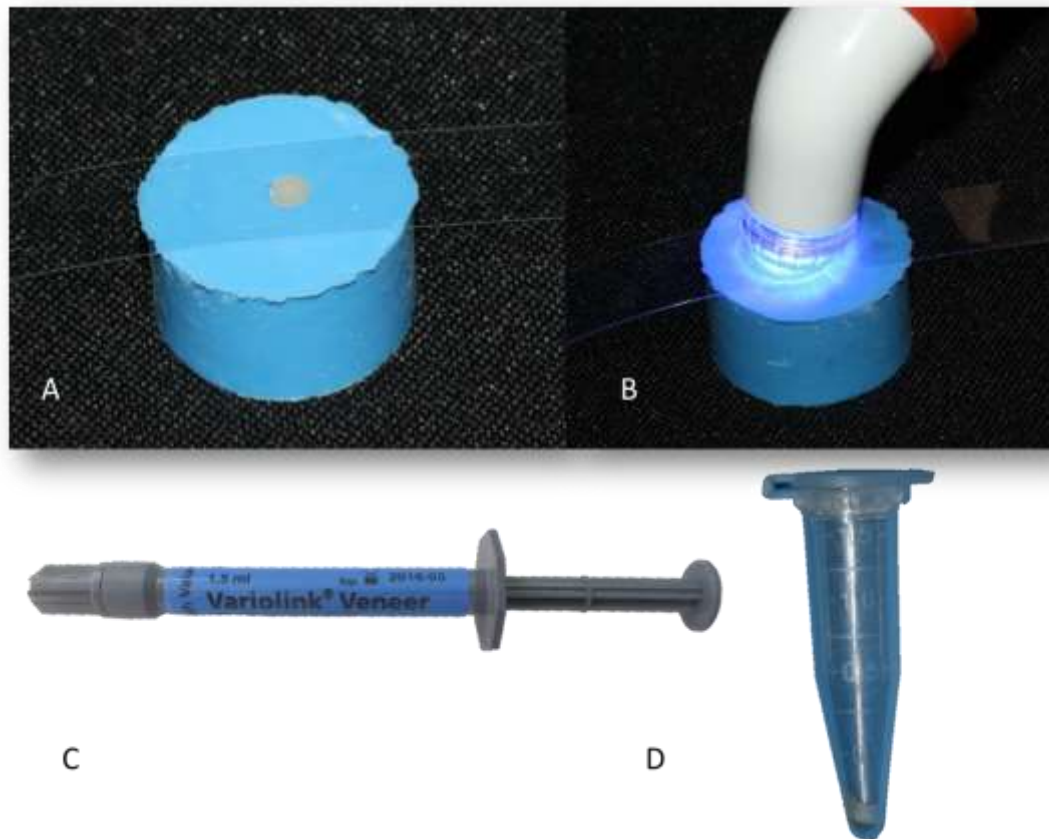


**Figura 1.** A- Cimento Resinoso Variolink Veneer + 1; B- Hemostático Viscostat; C- Hemostático Viscostat Clear; D- Hemostático Hemostop; E- bloco de cerâmica a base de leucita; F- Ácido Fluorídrico (10%); G- Agente Silano Monobond Plus

### **3.3. CONFEÇÃO DAS AMOSTRAS PARA AVALIAÇÃO DO GRAU DE CONVERSÃO, ESTABILIDADE DE COR E ANÁLISE QUÍMICA ELEMENTAR**

As amostras do grupo de CT foram feitas através da inserção do cimento resinoso fotoativado em um molde de silicone previamente confeccionado por meio de padrão pré existente de 3 mm de diâmetro e 2 mm de altura. A duplicação da amostra foi feita por meio de tubo de pvc e borracha de silicone. Após a obtenção da matriz com as respectivas dimensões da amostra pré existente, foi feita a inserção do cimento no orifício da matriz, uma fita de poliéster foi posicionada sobre o cimento, seguido por fotoativação com aparelho LED (Radii Cal, SDI, Victoria, Austrália) durante 40 segundos, com

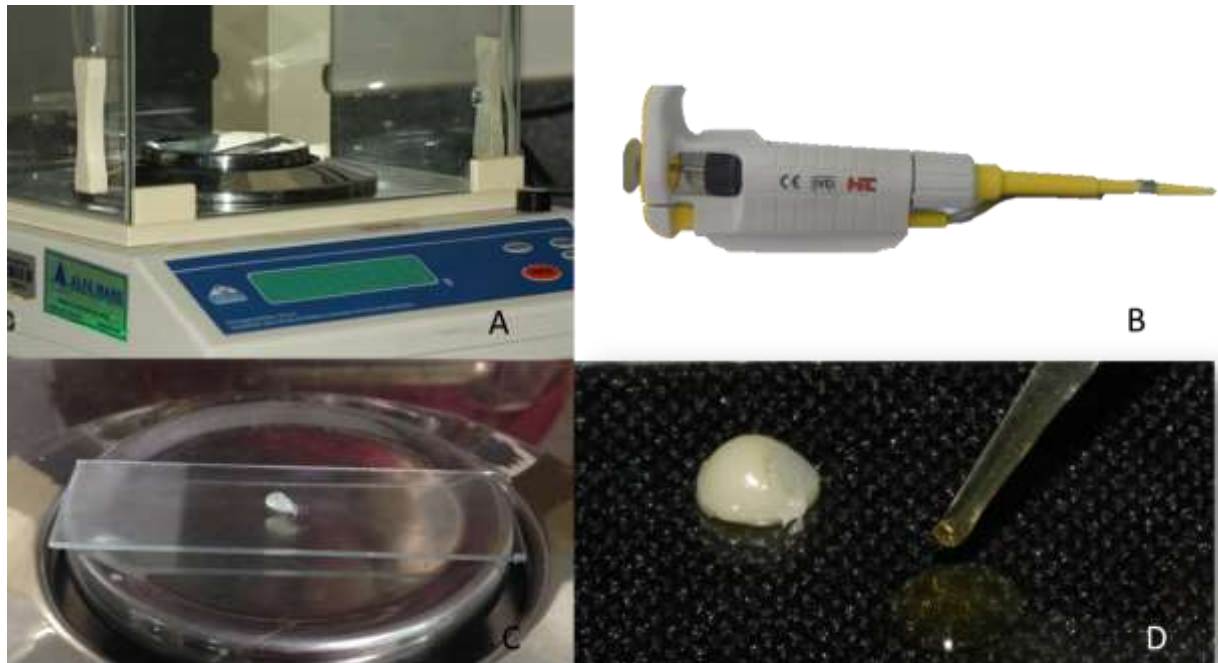
intensidade de luz de  $1000 \text{ mW/cm}^2$ , previamente mensurada em radiômetro (Curing Radiometer, model 100, Kerr Corporation, Orange, EUA). As amostras, com dimensões de 2 mm de altura e 3 mm de diâmetro foram armazenadas a seco em *eppendorf* para serem submetidas a análise do grau de conversão, enquanto as de cor foram armazenadas em saliva artificial também em *eppendorf* (Figura 2).



**Figura 2.** A – Fita de poliéster sobre cimento resinoso inserido na matriz de silicone; B- Fotoativação com aparelho de luz LED; C- cimento resinoso fotoativado (VariolinkVeneer +1); D- Amostra armazenada em eppendorf

Para os grupos experimentais (contaminados), foi utilizada uma balança de precisão e uma pipetra milimetrada. As amostras foram preparadas por meio da mistura de 10% em peso de solução contaminante em 100% em peso de cimento resinoso, em uma média aproximada de 0,0775 g de cimento contaminado com 5  $\mu\text{L}$  de solução, quantidade essa determinada pelos autores da pesquisa. A mistura aconteceu com espátula de manipulação sobre lâmina

de vidro durante 5 segundos (Figura 3). Posteriormente, o cimento contaminado foi colocado no molde de silicone e fotoativado seguindo o mesmo protocolo do grupo CT.



**Figura 3.** A – Balança de Precisão; B- Pipeta Milimetrada; C- Cimento resinoso sobre lâmina de vidro; D- Contaminação com a solução em 10% para o cimento previamente pesado.

As amostras para a análise química elementar tiverem dimensões de 2 mm de altura e 6 mm de diâmetro. (Figura 4)

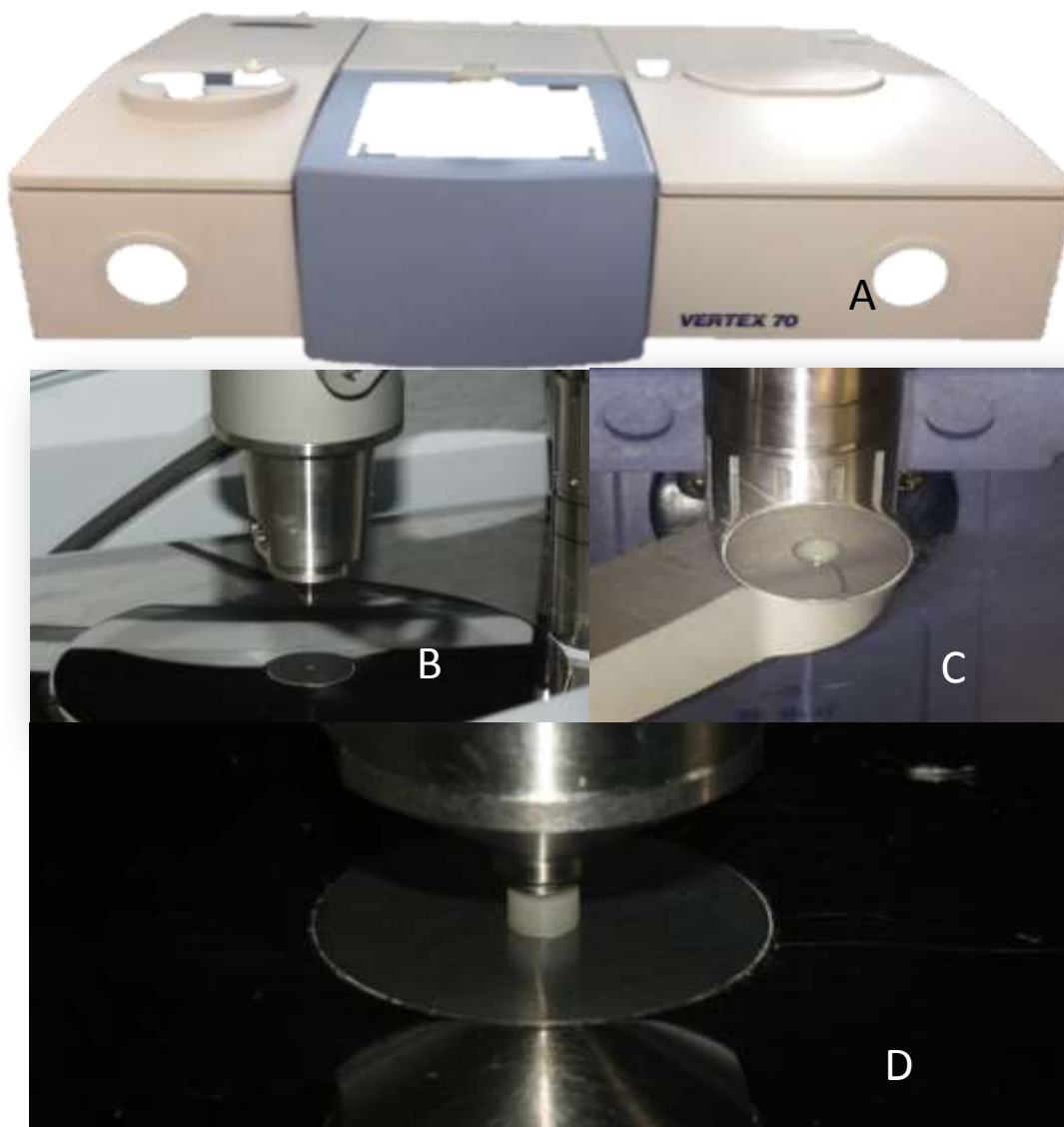


**Figura 4:** Amostra da metodologia da Análise Química Elementar

### 3.4. MENSURAÇÃO DO GRAU DE CONVERSÃO

Inicialmente, uma porção de cimento não polimerizado de cada grupo foi inserido sobre o cristal do espectrômetro infravermelho transformado de Fourier (FTIR) (Bruker vértice 70, Bruker Co., Ettlingen, Alemanha) para a mensuração do monômero (n=5). (Figura 5). Essa leitura é considerada controle, pois fornecia os valores das áreas correspondentes às bandas dos anéis aromáticos e alifáticos antes da polimerização do material em estudo. As cadeias alifáticas de carbono (C=C) correspondem à intensidade do pico de absorbância localizado na banda  $1638\text{ cm}^{-1}$  de cada espectro, enquanto a banda  $1608\text{ cm}^{-1}$  corresponde à cadeia aromática de carbono (da Silva et al., 2008). A análise da segunda banda é considerada inerente à composição do material, utilizada como um controle interno para calcular a percentagem de ligações duplas de carbono remanescente após a polimerização (Ferracane J L et al., 1984). Posteriormente, a análise das amostras fotoativadas foi feita 24 h após a fotoativação (Figura 5). Os espectros foram obtidos com o software OPUS (versão 6.5, Bruker) acoplado no microcomputador espectrómetro. Este software foi utilizado com uma resolução de  $4\text{ cm}^{-1}$  e os espectros recolhidos no intervalo de  $1665\text{-}1580\text{ cm}^{-1}$ . Neste estudo, para o cálculo do grau de conversão (%), o pico de absorção das ligações C=O ( $1716\text{ cm}^{-1}$ ), foi usado como referência interna, não foram identificados quaisquer picos aromáticos (Vrochari A D et al., 2009). De acordo com Gajewski et al., em 2012, compostos que contenham uretano, como o cimento resinoso fotopolimerizável ensaiado nesse estudo devem ser analisados em suas ligações C=O referente a banda  $1.716\text{ cm}^{-1}$ . No entanto o grau de conversão foi avaliado pela seguinte fórmula:

$$\text{GC}(\%) = 100 - \frac{\text{Abs. C} = \text{C}(1.638\text{cm}^{-1})/\text{Abs. C} = \text{O}(1.715\text{cm}^{-1}) \text{ polímero}}{\text{Abs. C} = \text{C}(1.638\text{cm}^{-1})/\text{Abs. C} = \text{O}(1.715\text{cm}^{-1}) \text{ monômero}} \times 100$$



**Figura 5.** A- Espectroscópio FTIR (Vertex 70); B- Cristal do FTIR; C- leitura do cimento não fotoativado (monômero); D- Leitura do cimento polimerizado (polímero).

### 1.1. ESTABILIDADE DE COR

Para a análise da estabilidade de cor ( $n=10$ ), as amostras foram lixadas com lixas de carbetto de silício (granulação de #1200 e #2400, Norton, Campinas, SP, Brasil) por 30 segundos e posteriormente foram imersas em cuba ultrassônica com água deionizada por 10 minutos (Ultrasonic Cleaner, Odontobras, Ribeirão Preto, SP, Brasil) e armazenadas em saliva artificial. A análise de cor foi realizada 24 horas após a preparação de amostras, em seguida, as amostras foram armazenadas em saliva artificial e analisadas



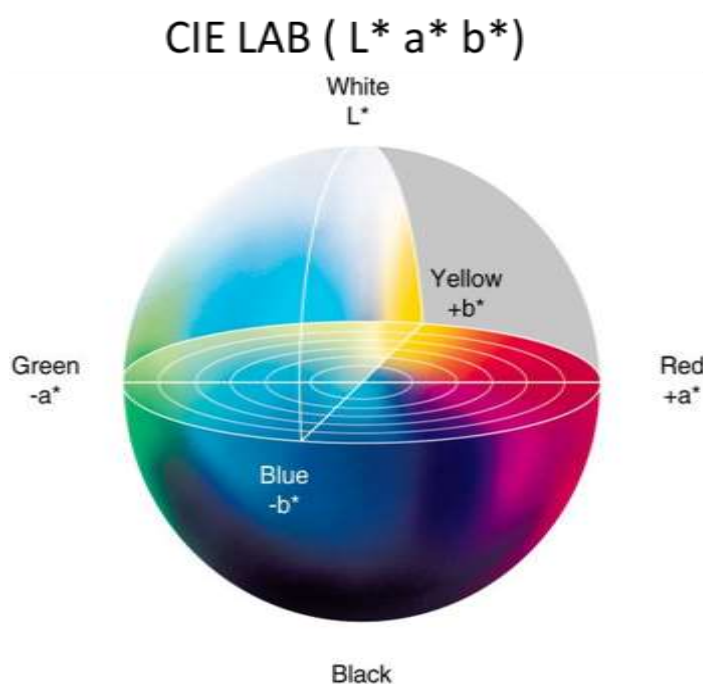
novamente depois dos períodos de 1 mês e 6 meses. As leituras avaliadas após as 24 horas foram utilizadas como base (Baseline) para a análise da variação de cor após o armazenamento das amostras. As coordenadas de cor foram avaliadas em condições padronizadas utilizando um espectrofotômetro de reflectância (CM-2600d, Konica Minolta, Osaka, Japão). O dispositivo foi adaptado para utilizar uma fonte de luz D65 com 100% reflexão especular ultravioleta incluída. O ângulo de observação foi fixado em 2 graus, e o dispositivo foi ajustado para uma pequena área de leitura, com uma área total de 3 mm<sup>2</sup>. (Figura 6)



**Figura 6.** A- Polimento das amostras em lixas de carbeto de silício; B- amostras imersas em ultrassom; C- Espectrofotômetro (CM-2600d, Konica Minolta, Osaka, Japão); D- Amostra sendo inserida em Espectrofotômetro.

O espectrofotômetro foi ajustado para realizar três leituras consecutivas, sendo o valor final dado pela média entre elas. Os resultados das leituras de cor foram quantificados pelas coordenadas de  $L^*$ ,  $a^*$ ,  $b^*$  estabelecidas pela Comissão Internacional l'Eclariage (CIE) (Figura 7). O eixo  $L^*$  representa o

grau de luminosidade no interior de uma amostra e varia de 0 (preto) a 100 (branco). O plano  $a^*$  representa o grau de saturação entre as cores verde / vermelho, e o plano  $b^*$  representa o grau de saturação entre as cores azul/ amarelo (Caneppele T M et al., 2013 e Borges A et al., 2014).



**Figura 7:** esquema de cores do sistema CIE Lab

$L^*$  indica a luminosidade onde a média varia de 0 (preto) para 100 (branco) e  $a^*$  e  $b^*$  correspondem ao matiz, sendo  $a^*$  representante da saturação no eixo vermelho-verde e  $b^*$  no eixo azul-amarelo.

A mensuração da alteração de cor após o envelhecimento das amostras foi dado pelos valores da variação ( $\Delta$ ) de  $L^*$  ( $\Delta L$ ),  $a^*$  ( $\Delta a$ ), e  $b^*$  ( $\Delta b$ ). A alteração total de cor ( $\Delta E$ ) foi calculada de acordo com a seguinte fórmula: (Borges A et al., 2014 e Dietschi D et al., 2006)

$$\Delta E = (\Delta L^2 + \Delta a^2 + \Delta b^2)^{1/2}$$

## 1.2. MENSURAÇÃO DA AVALIAÇÃO QUÍMICA ELEMENTAR

As amostras de cada grupo ( $n=1$ ), após 24h da confecção, foram posicionadas em stubs metálicos através de uma fita de carbono dupla face e



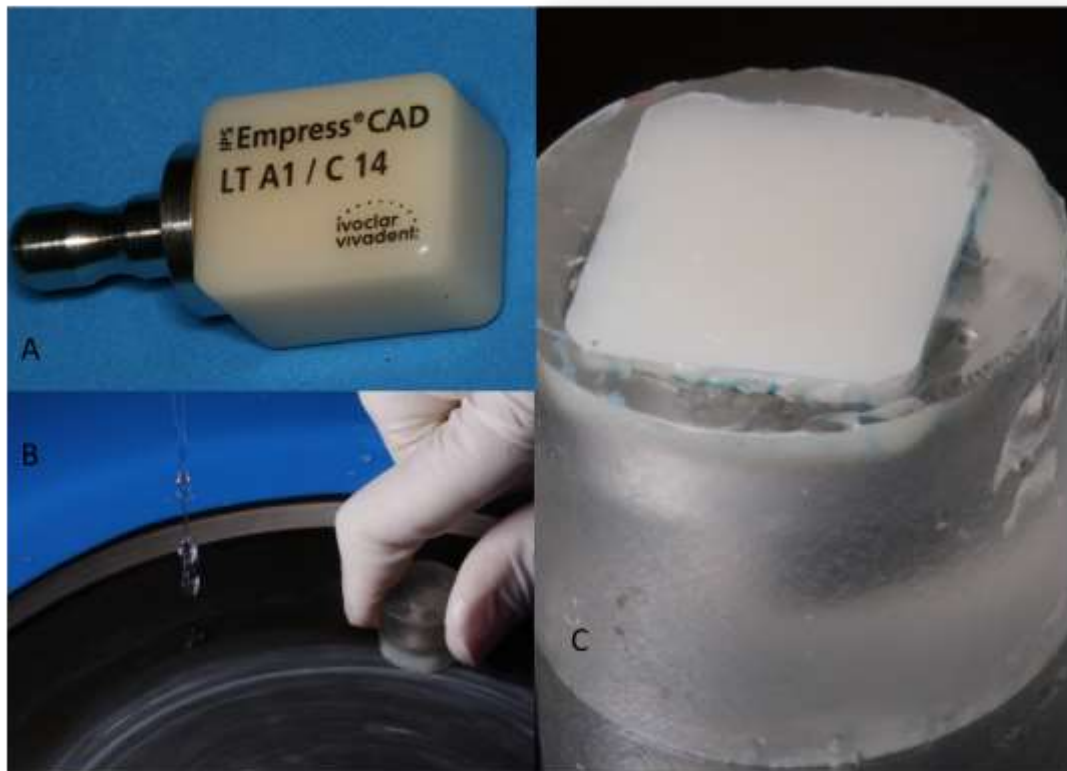
posteriormente foram recobertas em ouro em equipamento metalizador (IN SCD050, Leica, Wetzlar, Alemanha) e submetidas a avaliação química elementar realizada por espectroscopia de energia dispersiva por emissão de raios-x (EDS - Oxford), em equipamento acoplado a um microscópio eletrônico de varredura (EVO MA 10, Carl Zeiss, Jena, Oberkochen). Essa técnica, avalia os elementos químicos constituintes das amostras por meio da emissão de elétrons em forma de raios-X. Em programa INCA era feita a avaliação qualitativa e semi-quantitativa dos elementos químicos constituintes das amostras de cimento avaliando as mudanças químicas ocorridas devido à contaminação com os agentes hemostáticos. (figura 8).



**Figura 8.** A- Amostra fixada em stub metálico; B- Metalizador responsável pelo recobrimento em ouro das amostras; C- Amostras recobertas em Ouro; D: Equipamento EDS acoplado ao MEV.

### 1.3. RESISTÊNCIA DE UNIÃO AO MICROCISALHAMENTO

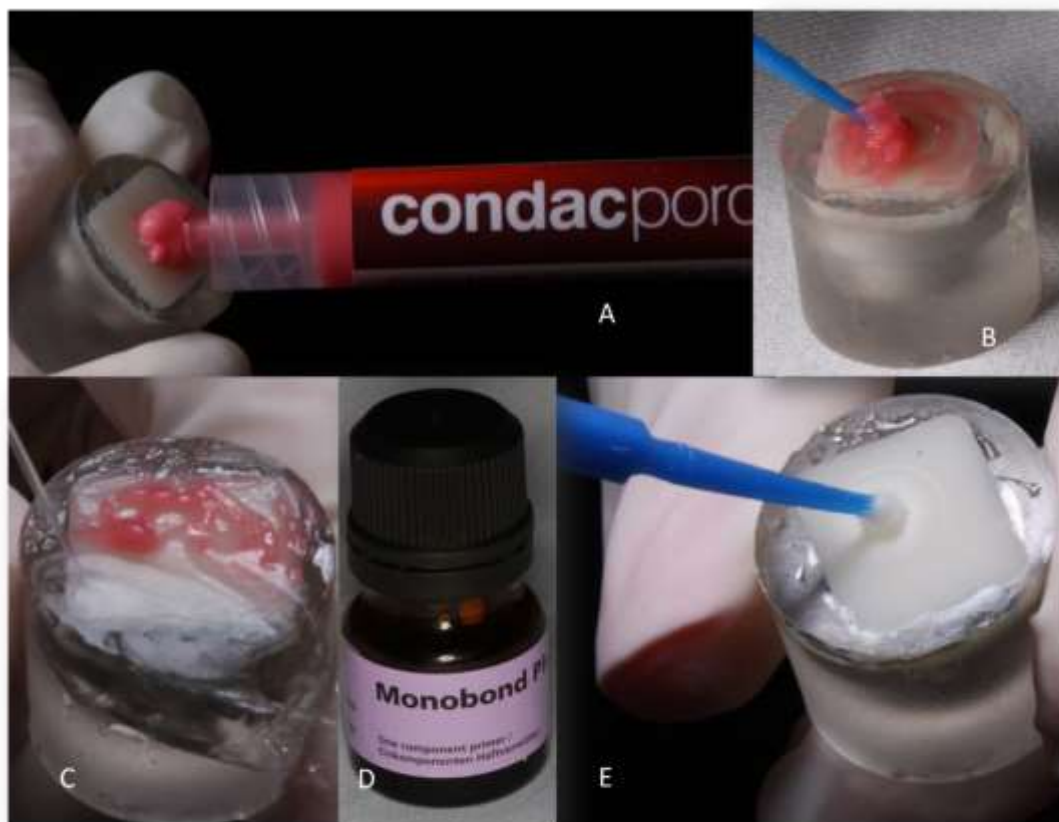
Quarenta blocos de cerâmica reforçada por leucita (IPS Empress CAD LT A1, Ivoclar Vivadent) foram utilizados como substrato para o teste de microcissalhamento ( $\mu$ SBS), sendo utilizados dez blocos por grupo. Os blocos, após terem sua base metálica removida, foram incluídos em cilindros de PVC com resina de poliestireno (Aerojet, Santo Amaro, SP, Brasil). Após a inclusão, as superfícies das cerâmicas foram abrasonadas com lixas de carbeto de silício (# 600, 800, 1200, Norton, Campinas, SP, Brasil) durante 20 s para padronização (Figura 9).



**Figura 9.** A- Bloco IPS Empress CAD LT A1; B- Bloco incluído em resina de poliestireno sendo lixado com lixas de carbeto de silício; C- bloco após polimento da superfície.

As superfícies dos blocos cerâmicos foram tratadas com ácido hidrófluorídrico a 10% (Condac Porcelana, FGM, Joinville, PR, Brasil), durante 60 s, limpos com spray de água filtrada por 1 min e secos com jato de ar livre

de óleo. Posteriormente, foi aplicado sobre a superfície da cerâmica silano pré-hidrolisado (Monobond S, Ivoclar Vivadent) por 20 s (Figura 10).

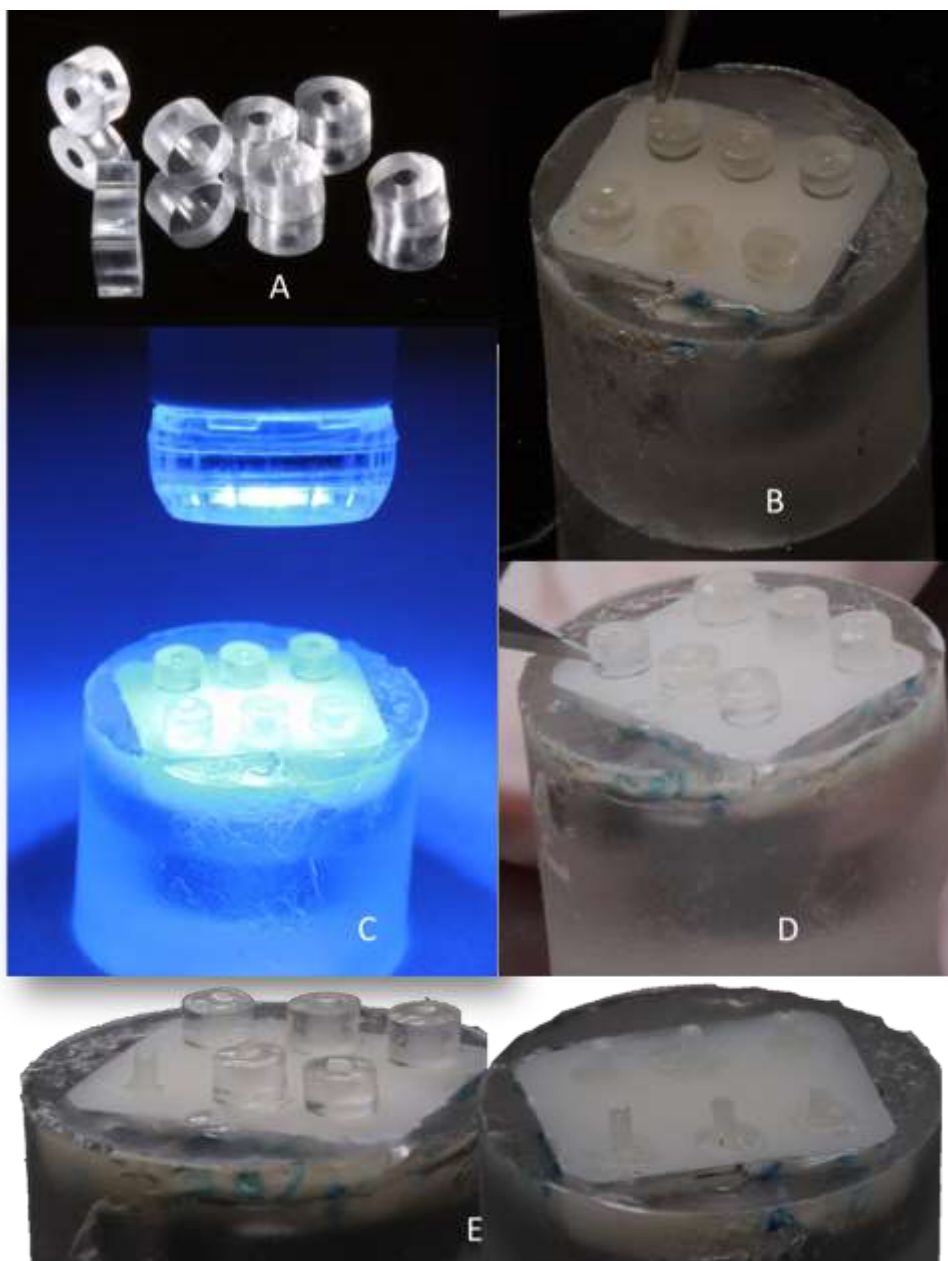


**Figura 10.** A- Condicionamento com ácido fluorídrico a 10%; B- Condicionamento de toda a superfície durante 1 minuto; C- Lavagem durante 1 minuto; D- silano pré-hidrolisado; E- aplicação do agente de união durante 20 segundos

Para a inserção do cimento na superfície da cerâmica, foi utilizado molde de micro tubo denominado tygon (TYG-030, Small Parts Inc., Miami Lakes, FL), com diâmetro interno e altura de 0,75 e 1,5 mm, respectivamente.

Seis espécimes foram confeccionados sobre a superfície de cada bloco com espaçamento de 3 mm entre espécimes (Raposo et al., 2012), em seguida a amostra foi polimerizada por 40 segundos com aparelho LED (Radii Plus, SDI, Austrália) com intensidade de luz de  $1000 \text{ mW/cm}^2$ , previamente mensurada em radiômetro (Curing Radiometer, model 100, Kerr Corporation, Orange, EUA). Para os grupos contaminados o protocolo foi o mesmo, pois a

contaminação foi realizada da mesma forma como nas metodologias anteriores, previamente a inserção dos espécimes na superfície. Após a fotoativação, o tubo tygon que envolvia o espécime foi removido com lâmina de bisturi e em seguida, as amostras foram armazenados em saliva em umidade relativa (Shimada Y et al., 2002) (figura 11). Os espécimes foram selecionados de maneira randomizada para serem submetidos ao teste de microcisalhamento, dois espécimes foram selecionados para o teste imediato (24 horas), dois foram testados após 1 mês de armazenamento em saliva artificial e por fim os últimos dois espécimes foram testados após 6 meses de armazenamento em saliva artificial com umidade relativa.



**Figura 11.** A- Tygon (TYG-030, Small Parts Inc., Miami Lakes, FL); B- inserção do cimento no orifício do tygon com sonda exploradora; C- fotoativação (40 segundos); D- Remoção do tygon com lâmina de bisturi nº 11; E- Amostra concluída após remoção de Tygon.

#### **1.4. MENSURAÇÃO DA RESISTÊNCIA DE UNIÃO AO MICROCISALHAMENTO ( $\mu$ SBS)**

Para o teste de  $\mu$ SBS, um dispositivo metálico próprio do equipamento foi acoplado à máquina de ensaios mecânicos (OM100, Odeme Dental Research, Pinhais, PR, Brasil) e o cilindro de resina de poliestireno contendo o bloco de cerâmica foi colocado sobre o dispositivo. Um dispositivo em forma de placa metálica com 3 projeções foi confeccionado a fim de ser adaptado no equipamento para a execução mais fidedigna do teste, de modo que os espécimes de cimento resinoso ficassem alinhados à direção de aplicação da força (Raposo et al., 2012). Um fio ortodôntico para amarelo de 0,2 milímetros de diâmetro (NiCr, Morelli, Sorocaba, SP, Brasil) foi selecionado para envolver os espécimes e a projeção metálica da placa confeccionada para realizar o teste de microcissalhamento. O equipamento foi ajustado sob velocidade de 0,7 mm/min. A resistência de união de cada amostra (MPa) foi calculada usando a seguinte fórmula:

$$R=F/A$$

onde, F é a força necessária para ruptura (N), e A é a área adesiva dos espécimes (mm<sup>2</sup>). (Figura 12)



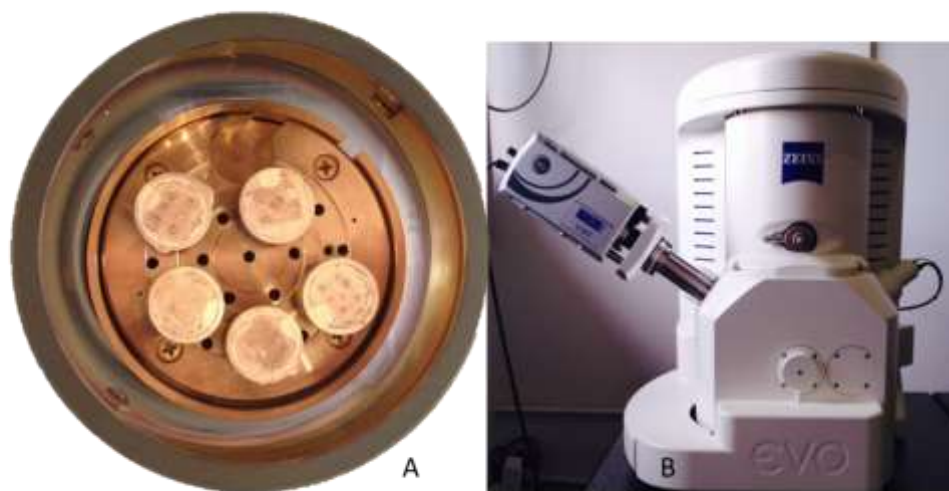


**Figura 12.** A- Máquina de ensaio da resistência de união à microtração/microcisalhamento (OM100, Odeme Dental Research); B – Bloco de cerâmica posicionado em equipamento e submetido a força de microcisalhamento por meio de fio ortodôntico para amarelo de 0.2 mm de espessura (NiCr, Morelli).

### 1.1. ANÁLISE DO PADRÃO DE FALHA

As superfícies fraturadas resultantes do teste  $\mu$ SBS foram examinadas por microscopia eletrônica de varredura (EVO MA 10 - Carl Zeiss, Jena,

Oberkochen). Inicialmente foi feito o recobrimento em ouro dos blocos de cerâmica em metalizadora (IN SCD050, Leica, Wetzlar, Alemanha) e em seguida os mesmos foram submetidos à análise do padrão de falha em equipamento MEV (Figura 13). Os modos de falha foram divididos em cinco tipos: 1) falha adesiva; 2) falha mista com prevalência em cerâmica; 3) falha mista com prevalência em cimento; 4) falta coesiva em cerâmica; e 5) falha coesiva em cimento.



**Figura 13.** A- Amostras recobertas em ouro; B- Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV).

## **ANÁLISE ESTATÍSTICA**

Após detectada distribuição normal dos dados para os testes de grau de conversão, estabilidade de cor e resistência de união pelo teste Anderson Darling, os dados foram submetidos a análise de variância ANOVA one-way para o grau de conversão, ANOVA de medidas repetidas para os dados de cor e ANOVA two-way para a análise de resistência de União. Em seguida foi aplicado o teste Tukey ( $p < 0,05$ ) para comparar as diferenças entre os grupos, uma vez que houve diferença estatística entre os mesmos. A avaliação química elementar e a análise do padrão de falha foram avaliadas por meio de análise qualitativa.

## ***RESULTADOS***

---



## 2. RESULTADOS

### 2.1. Grau de conversão (%)

Os resultados para o grau de conversão estão apresentados na Tabela 2.

Verificou-se uma diferença significativa entre os grupos ( $P=0,0002$ ). O grupo VS apresentou maior grau de conversão. Não foram observadas diferenças significativas entre os outros grupos experimentais e o grupo controle.

**Tabela 2.** Média do Grau de conversão (%) e desvio padrão ( $\pm$ ) dos grupos testados

Grupos	Médias
HS	56,6642 $\pm$ 4,87 b
VC	57,3396 $\pm$ 1,86 b
CT	59,5300 $\pm$ 3,42 b
VS	65,4738 $\pm$ 1,51 a

*\* Médias seguidas de mesma letra não diferem estatisticamente por meio do teste de comparações múltiplas de Tukey, ao nível nominal de significância de 0,05.*

### 2.2. Análise de cor

Os dados das avaliações de cor dos parâmetros  $L^*$ ,  $a^*$  e  $b^*$  são apresentados na figura 14, assim como os resultados dos  $\Delta L$ ,  $\Delta a$ ,  $\Delta b$ . Foram observadas diferenças significativas para o fator contaminação, tempo e entre a interação desses dois fatores para os valores de  $L^*$ ,  $a^*$  e  $b^*$  ( $p < 0,01$ ), assim como para os valores  $\Delta L$ ,  $\Delta a$  e  $\Delta b$  ( $p < 0,01$ ).

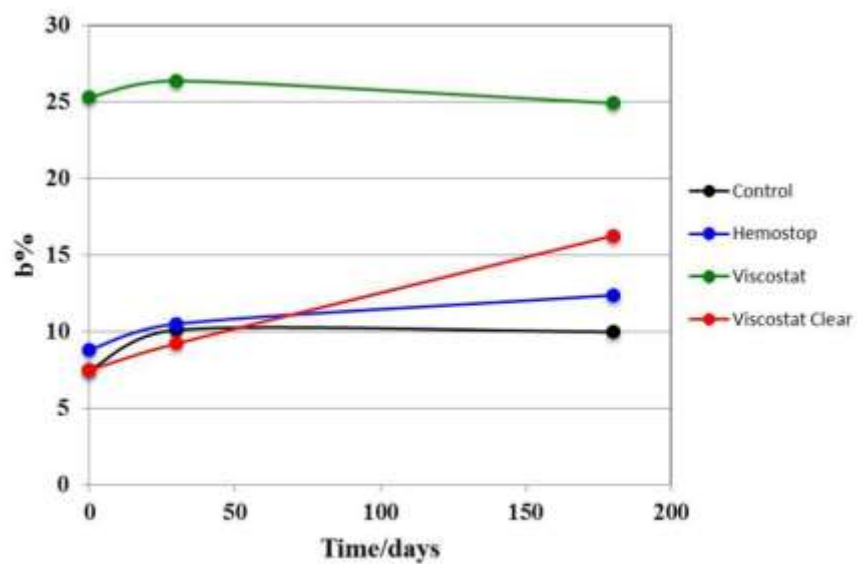
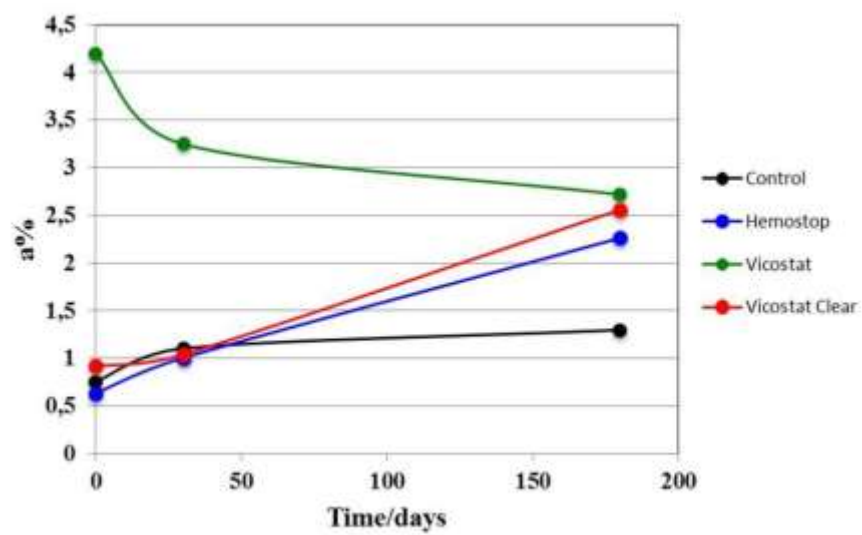
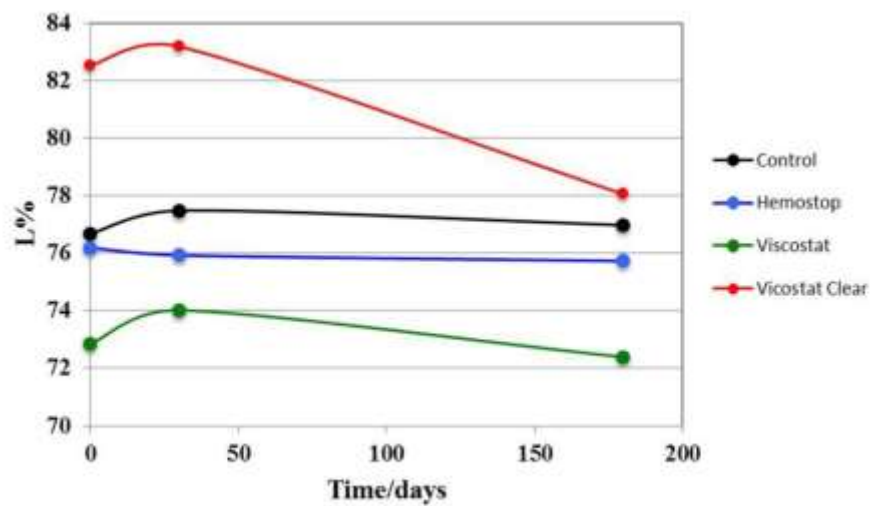
Em relação a coordenada  $L^*$ , representante do eixo de saturação entre as cores branca ( $\uparrow$ ) e preta ( $\downarrow$ ), na avaliação feita após 24 h da confecção das amostras, o grupo VC (82.521) apresentou maiores valores de  $L^*$ , enquanto o

grupo VS (72.847) apresentou menores valores, os grupos HS (76.187) e CT (76.674) apresentaram valores similares. Após 1 mês de armazenamento, os grupos CT (77.478), VC (83.176) e VS (74.015) apresentaram um aumento dos valores de  $L^*$ , enquanto o grupo HS (75.927) apresentou uma ligeira diminuição dos valores de  $L^*$ . Após 6 meses de armazenamento das amostras em saliva artificial, todos os grupos CT (76.975), HS (75.726), VC (78.051) e VS (72.390) apresentaram diminuição dos valores de  $L^*$ .

No parâmetro  $a^*$ , representante do eixo de saturação entre as cores vermelha ( $\uparrow$ ) e verde ( $\downarrow$ ), na análise de 24 h, o grupo VS (4.193) apresentou maiores valores de  $a^*$ , enquanto os grupos CT (0.756), VC (0.921) e HS (0.636) apresentaram valores similares. Na avaliação feita após 1 mês, houve aumento dos valores de  $a^*$  para os grupos CT (1.105), HS (1.006) e VC (1.041), e diminuição no grupo VS (3.248). Após 6 meses, os grupos CT (1.298), HS (2.263) e VC (2.147) tiveram seus valores aumentados, enquanto o grupo VS (2.719) apresentou uma diminuição do valor de  $a^*$ .

No parâmetro  $b^*$ , representante do eixo de saturação das cores amarela ( $\uparrow$ ) e azul ( $\downarrow$ ), na análise de 24 h, o grupo VS (25.327) apresentou maiores valores, seguido pelo grupo HS (8.813), os grupos CT (7.475) e VC (7.483) apresentaram resultados similares. Após 1 mês em armazenamento, todos os grupos, CT (10.116), HS (10.509), VC (9.225) e VS (26.394) apresentaram um ligeiro aumento dos valores de  $b^*$ . Após 6 meses os grupos CT (9.989) e VS (24.945) apresentaram uma ligeira diminuição dos valores de  $b^*$  enquanto os grupos VC (16.271) e HS (12.388) apresentaram aumento nos valores de  $b^*$ .

Os resultados da variação de cor representados pelos  $\Delta L$ ,  $\Delta a$  e  $\Delta b$  mostraram que o grupo VC apresentou maior variação de cor para o  $\Delta L$  e  $\Delta b$ , enquanto o grupo VS apresentou maior variação de cor para a análise do  $\Delta a$  após armazenamento em saliva artificial durante 6 meses.



**Figura 14** – Valores de  $L^*$ ,  $a^*$  e  $b^*$  para todos os tempos avaliados (0–24 h; 30–1 mês; 180–6 meses)  $L^*$  : Luminosidade (branco – preto);  $a^*$  : eixo de saturação (Vermelho – Verde);  $b^*$  : eixo de saturação (Amarelo – azul)

Os valores de  $\Delta E$ , são apresentados na tabela 3. O grupo VC seguido pelo grupo HS foram os grupos que apresentaram maior variação de cor durante o período de 6 meses de maneira geral.

**Tabela 3** – Médias e desvio padrão para os valores de  $\Delta E$

Grupos	Tempo				<i>Média</i>	
	1 mês		6 meses		<i>Agrupada</i>	
CT	2,94 ± 0,97	Aa	3,34 ± 1,17	Aa	3,14 ± 1,07	a
VS	3,55 ± 1,82	Aa	3,51 ± 2,13	Aa	3,53 ± 1,92	a
HS	1,90 ± 0,68	Aa	5,40 ± 2,35	Bb	3,65 ± 2,47	a
VC	2,00 ± 0,55	Aa	10,03 ± 1,18	Bc	6,01 ± 4,22	b
<i>Media Agrupada</i>	2,60 ± 1,28	A	5,57 ± 3,23	B		

*Médias seguidas de mesma letra (maiúscula na linha e minúscula na coluna) não diferem estatisticamente por meio do teste de comparações múltiplas Tukey, ao nível nominal de significância de 0,05.*

### 2.3. Análise Química Elementar (EDS)

A Tabela 4 mostra os resultados da análise química elementar realizadas a partir de cada grupo. Os elementos carbono (C), nitrogênio (N), oxigênio (O) e silício (Si) foram detectados em todos os grupos. Para as amostras de cimento resinoso contaminadas com Hemostop e Viscostat Clear. A presença de outros elementos, tais como o cloro (Cl), alumínio (Al) e cálcio (Ca) também foi detectadas nesses grupos. Já no grupo contaminado com Viscostat, a presença de ferro (Fe) e enxofre (S) também foi verificada.

Tabela 4 – Elementos químicos presente em cada Grupo

Grups	Chemical Elements (%)									
	C	N	O	Si	Al	Cl	Ca	Fe	S	Total
CT	34.95	25.90	12.99	26.16	-	-	-	-	-	100.00
HS	33.69	2.22	21.22	38.40	1.10	2.21	1.16	-	-	100.00
VS	47.48	20.82	3.17	26.16	-	-	-	0.29	2.07	100.00
VC	32.57	11.98	11.15	40.57	1.93	1.27	0.49	-	-	100.00

C: Carbono, N: Nitrogênio, O: Oxigênio, Si: Silício, Al: Alumínio, Cl: Cloro, Ca: Cálcio, Fe: Ferro, S: Enxofre

## 2.4. Resistência de união ao microcissalhamento

Os valores das médias e desvio padrão da resistência de união de todos os grupos testados bem como o tempo de armazenamento são apresentados na Tabela 5. Foram verificadas diferenças significativas entre os grupos ( $p = 0,00$ ) para o fator de cimento, mas não foram observadas diferenças significativas para o fator tempo ( $p = 0,1049$ ) e nem para a interação entre o cimento e o fator tempo ( $p = 0,2771$ ). O grupo CT apresentou maior resistência de união em todos os tempos testados (24 horas, 1 mês e 6 meses). Na análise feita 1 mês após confecção das amostras, o grupo CT apresentou maiores valores seguido do grupo Hemostop que se apresentou diferente estatisticamente dos demais grupos. A média agrupada dos grupos mostrou uma resistência de união superior para o grupo CT, seguido pelo grupo HS, que foi similar ao grupo VS que por sua vez, foi similar ao grupo VC.

**Tabela 5** - Médias e desvio padrão dos valores de resistência de união em todos os tempos avaliados.

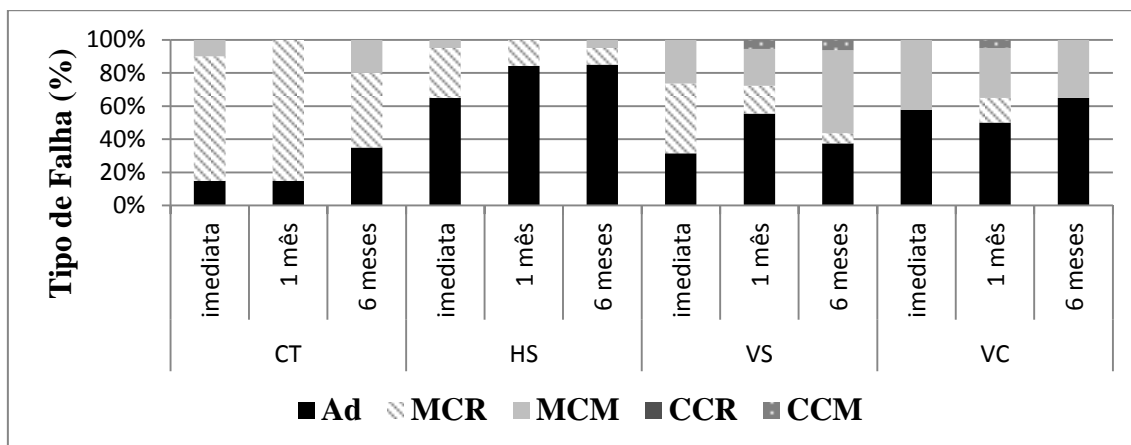
Grupos	Tempo						Média	
	24h	1mês		6meses			Agrupada	
VC	11,2 ± 2,7	bA	8,9 ± 4,6	cA	9,3 ± 3,4	bA	9,8 ± 3,7	c
VS	13,0 ± 2,9	bA	11,2 ± 3,5	bcA	10,8 ± 3,1	bA	12,2 ± 3,4	bc
HS	14,2 ± 4,1	bA	13,7 ± 4,1	bA	11,1 ± 3,9	bA	12,5 ± 4,1	b
CT	24,0 ± 3,1	aA	26,1 ± 3,6	aA	24,2 ± 3,6	aA	24,7 ± 3,5	a
Média Agrupada	15,6 ± 5,9	A	15,0 ± 7,8	A	13,8 ± 7,0	A		

\* Médias seguidas de mesma letra (maiúscula na linha e minúscula na coluna) não diferem estatisticamente por meio do teste de comparações múltiplas

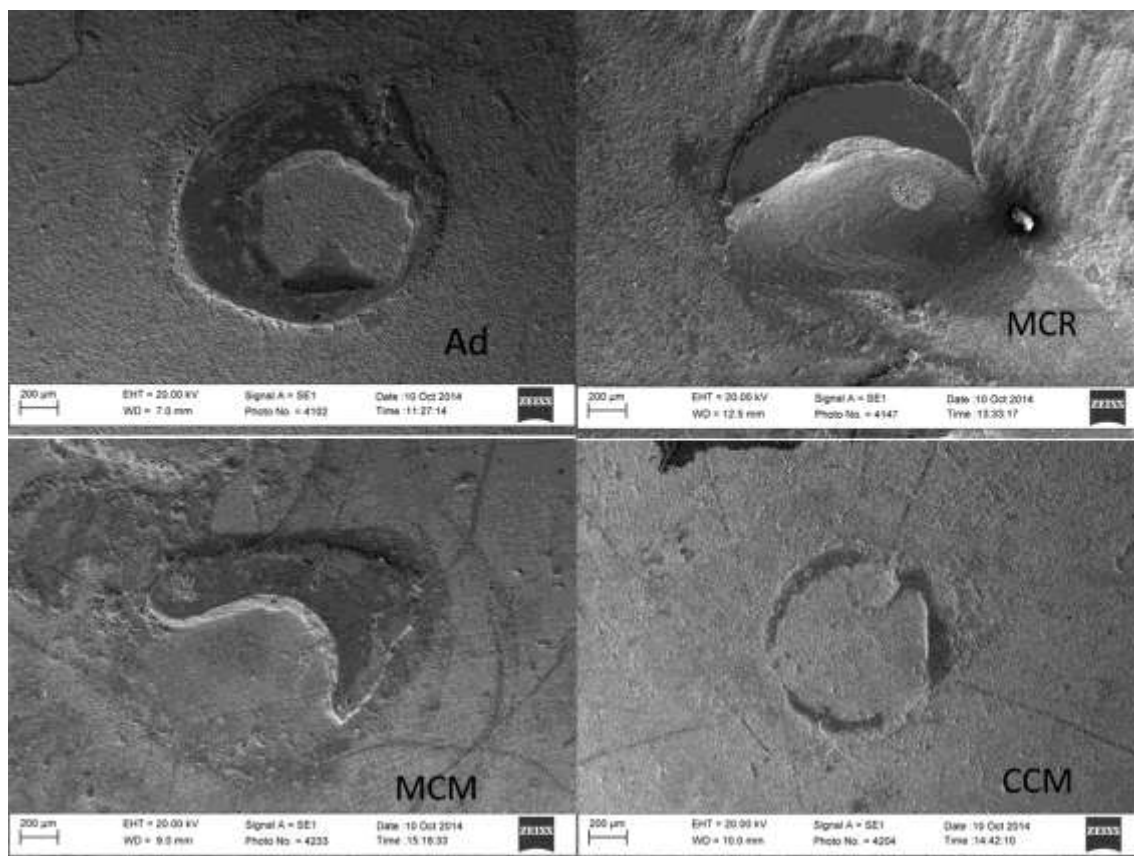
Tukey, ao nível nominal de significância de 0,05.

## 2.5. Padrão de Falha

A distribuição do modo de falha (%) observada nas amostras após o teste de  $\mu$ SBS está disposta na figura 14 e as imagens ilustrativas de cada modo de falha estão na figura 15.



**Figura 14.** AD- falha adesiva; MCR- falha mista com prevalência em cerâmica; MCM falha mista com prevalência em cimento; CCR- falha coesiva em cerâmica; CCM falha coesiva em cimento.



**Figura 15.** *Ad- falha adesiva; MCR- falha mista com prevalência em cerâmica; MCM falha mista com prevalência em cimento; CCM falha coesiva em cimento.*

A prevalência de falhas mistas em cerâmica (MCR) foi observada para o grupo CT. O grupo HS apresentou prevalência de falha adesiva (AD), enquanto os grupos VS e VC apresentaram falhas adesivas (AD) e falhas mistas em cimento (MCM), com prevalência da última na análise feita após armazenamento em saliva artificial por 6 meses.

## ***DISCUSSÃO***

---



### 3. DISCUSSÃO

A hipótese nula testada neste estudo foi rejeitada, uma vez que o grau de conversão, a estabilidade de cor, a análise química elementar e a resistência de união ao teste de microcisalhamento do cimento resinoso fotoativado foram influenciados pela contaminação com as soluções hemostáticas contendo cloreto de alumínio ou sulfato férrico.

No presente estudo, o grau de conversão foi medido após 24 horas de preparação de amostras, uma vez que a polimerização de materiais resinosos pode aumentar ao longo do tempo, com valores mais elevados sendo alcançados após 24 horas (Furuse A Y et al., 2011 e Yan Y et al., 2010). Os resultados mostraram valores significativos mais elevados de grau de conversão para o grupo VS comparado com os demais grupos, este fato pode ser explicado provavelmente pela menor quantidade de oxigênio presente nesse grupo, dado esse demonstrado na avaliação química elementar (EDS) (Tabela 4). Durante a polimerização, o oxigênio reage rapidamente com os radicais livres e a sua presença diminui a reação de polimerização. Isto, provavelmente, aconteceu minimamente nesse grupo, dessa forma o mecanismo de polimerização para esse grupo foi mais eficaz. Além disso, os dados da avaliação química mostraram um aumento significativo na percentagem de oxigênio para o grupo HS, que apresentou menor grau de conversão. Novamente, este fato pode ser explicado pelo mesmo mecanismo, os radicais livres podem ter reagido com o oxigênio, afetando o processo de polimerização de forma negativa (Brauchli L et al., 2010) .

Embora a contaminação com agentes hemostáticos em substrato dentinário nos estudos avaliados (Bernades Kde O et al., 2014 e Kuphasuk W et al., 2007), tenha sido feita por meio da contaminação direta na dentina, nesse estudo a contaminação para o teste de resistência de união em substrato cerâmica foi feita por meio da contaminação de agentes hemostáticos no cimento resinoso, uma vez que na prática odontológica a contaminação por esses agentes acontece no cimento resinoso e não na superfície da cerâmica, já que a peça é levada até a boca com o cimento em seu interior.

Em relação à resistência de união, sabe-se que as soluções hemostáticas podem interferir na resistência de união das estruturas dentárias (Bernades Kde O et al., 2014 e Kuphasuk W et al., 2007). Logo, a avaliação

dos efeitos de tais substâncias na resistência de união de cimentos resinosos em substratos cerâmicos se torna muito importante, pois a adesão entre o substrato cerâmica, o cimento resinoso e a estrutura dentária é crucial para garantir longevidade e sobrevivência do procedimento restaurador (Simon J F et al., 2011 e de Castro H L et al., 2012).

Para o teste resistência de união ao microcisalhamento, um espaço de 3,0 mm entre os espécimes sobre a superfície da cerâmica foi estabelecido, uma vez que é uma distância considerada segura para evitar o stress durante a força de cisalhamento de um espécime sobre outro espécime hígido (Raposo L H et al., 2012). Além disso, a força de tração foi alinhada a cada um dos espécimes para favorecer a melhor execução do teste. A contaminação do cimento resinoso fotoativado com diferentes agentes hemostáticos influenciou a resistência de união ao substrato cerâmico reforçado por leucita, com o melhor desempenho sendo apresentado pelo grupo CT, que apresentou maiores valores de resistência de união. Estes resultados podem ser explicados pela melhor aderência do cimento não contaminado no substrato cerâmico. Imazato et al, em 2003, afirmou que um ligeiro aumento na viscosidade de materiais à base de resina pode causar uma diminuição na resistência de união. Neste estudo embora o grupo VS tenha apresentado um maior grau de conversão em comparação com os demais grupos, na resistência de união ao microcisalhamento este grupo apresentou baixos valores, assim como o grupo VC que também apresentou valores inferiores de resistência. Tal fato pode ser devido à viscosidade aumentada das substâncias contaminantes, já que ambos os agentes hemostáticos utilizados nesses grupos apresentam-se em forma de gel, com aspecto viscoso.

A distribuição do modo de falha mostrou prevalência de falhas adesivas ou mistas, com prevalência de falhas mistas em cerâmicas no grupo CT, provavelmente devido a forte adesão entre a interface adesiva (Armstrong S et al., 2010), e com prevalência de falhas adesivas nos grupos contaminados, seguidas por falhas mistas com predominância em cimento de acordo com o aumento do tempo de armazenamento em saliva artificial. Fato esse pode ser explicado pela influência negativa ao longo do tempo dos agentes hemostáticos no corpo do cimento resinoso. No entanto, as variações na força de união podem ser refletidas por uma série de fatores, tais como meio de

armazenamento de amostras, teste utilizado para a análise da resistência de união e os diferentes conteúdos dos materiais. Outros testes laboratoriais e ensaios clínicos são, portanto, necessários para confirmar os dados obtidos neste estudo in vitro sobre a influência da contaminação dos cimentos com agentes hemostáticos.

A estabilidade de cor de materiais restauradores tem importância crítica para os requisitos estéticos exigidos pela sociedade contemporânea. O processo de envelhecimento foi usado para examinar as mudanças nas características físicas de cor dos materiais testados ao longo do tempo (Noie F et al., 1995). Com relação aos valores  $L^*$  (Figura 14), que é a coordenada responsável pela luminosidade entre a cor branca e preta, o grupo VC apresentou valores mais elevados de  $L^*$  na análise imediata (em direção a cor branca), enquanto o grupo VS apresentou valores mais baixos (referente ao escurecimento das amostras). Estes resultados já eram esperados, uma vez que as amostras do primeiro grupo apresentaram-se visualmente mais claras do que as amostras dos demais grupos, enquanto o grupo VS visualmente se apresentou mais amarelo, provavelmente devido à presença do elemento (Fe). O tempo de armazenamento de 6 meses favoreceu o escurecimento dos espécimes de todos os grupos avaliados, com diminuição dos valores de  $L^*$ . A análise da coordenada  $a^*$  (Figura 14) mostrou que o grupo VS apresentou maiores valores de  $a^*$  (em direção a cor vermelha), no entanto, depois de 6 meses de armazenamento, a alta saturação apresentada por esse grupo foi reduzida. A análise da coordenada  $b^*$  (Figura 14) mostrou que o grupo VS era o grupo mais escuro, com o aspecto de cor amarela enquanto o grupo VC e CT se apresentaram acromáticos inicialmente. O tempo de armazenamento favoreceu ao aumento da saturação em direção ao amarelo de todos os grupos testados. O grupo VC apresentou maior instabilidade de luminosidade e cromaticidade (altos valores de  $\Delta L$ ,  $\Delta a$  e  $\Delta b$ ), o HS também apresentou instabilidade de luminosidade (valores altos de  $\Delta L$ ) e o VS apresentou variação de cromaticidade (altos valores de  $\Delta A$ ). A análise de variação total de todos os parâmetros representado pelo  $\Delta E$  revelou que o grupo VC seguido pelo HS apresentou maior instabilidade de cor, pois apresentaram maiores valores de  $\Delta E$ . Esse resultado pode ser explicado devido ao maior potencial de oxidação

apresentada pelo alumínio, uma vez que em ambos os grupos a contaminação foi feita com agentes contendo cloreto de alumínio. O alumínio possui valor baixo de  $\Delta G$ , o que de fato o torna suscetível à oxidação facilmente (Ellingham H.J.T., 1944), além disso, essas substâncias contêm hidroxiquinoleína, que em contato com oxigênio e com a luz forma quinonas, provocando o escurecimento do material.

Segundo Ruyter et al., em 1987, valores de  $\Delta E$  menores que 3,3 são considerados aceitáveis para compósitos odontológicos, enquanto resultados acima desse valor são perceptíveis ao olho humano. Nesse estudo, após seis meses de armazenamento em saliva artificial, todos os grupos exceto o CT, considerado um caso limítrofe, apresentaram valores de  $\Delta E$  maiores do que 3.3, ou seja, a alteração de cor foi perceptível a nível do olho humano. No entanto, ainda há controvérsia na literatura sobre o valor do limiar de  $\Delta E$  determinado como visível, que muitas vezes são interpretados de forma diferente (Stober T et al., 2001).

Restaurações dentárias são compostas de cores complexas com variada translucidez, portanto, alteração de cor considerada clinicamente aceitável também pode variar em relação às observações in vitro. Como este estudo avaliou apenas um tipo de cimento resinoso, mais estudos avaliando diferentes cimentos bem como diferentes materiais cerâmicos contaminados com agentes hemostáticos devem ser realizados.

## ***CONCLUSÃO***

---

#### **4. CONCLUSÕES:**

Baseado nos resultados desse estudo in vitro as seguintes conclusões podem ser descritas:

1. A contaminação por agentes hemostáticos alterou resistência de união, grau de conversão e a estabilidade de cor do cimento resinoso fotoativado.
2. O Grupo VS apresentou maior grau de conversão quando comparado com os demais grupos.
3. A estabilidade de cor do cimento fotoativado foi influenciada pela contaminação e pelo tempo de armazenamento, uma vez que o grupo VC seguido pelo HS apresentaram maiores valores de  $\Delta E$ .
4. O grupo controle apresentou maior resistência de união em comparação com os grupos contaminados e o tempo de armazenamento em saliva artificial de 1 mês e 6 meses não influenciou os resultados.

## ***REFERÊNCIAS***

---

## 5. REFERÊNCIAS

1. Armstrong S, Geraldeli S, Maia R, Raposo LH, Soares CJ, Yamagawa J. Adhesion to tooth structure: a critical review of 'micro' bond strength test methods. **Den Materials**. 2010; 26(2): 50-62.
2. Benson BW, Bomberg TJ, Hatch RA, Hoffman W., Jr. Tissue displacement methods in fixed prosthodontics. **J Prosthet Dent**. 1986; 55: 175–81.
3. Bernades Kde O, Hilgert LA, Ribeiro AP, Garcia FC, Pereira PN. The influence of hemostatic agents on dentin and enamel surfaces and dental bonding: a systematic review. **J Am Dent Assoc**. 2014; 145(11): 1120-8.
4. Borges A, Zanatta R, Barros A, Silva L, Pucci C, Torres C. Effect of Hydrogen Peroxide Concentration on Enamel Color and Microhardness. **Oper Dent**. 2014; 39(6): 000-000.
5. Brauchli L, Eichenberger M, Steineck M, Wichelhaus A. Influence of decontamination procedures on shear forces after contamination with blood or saliva. **Am J Orthod Dentofacial Orthoped**. 2010; 138(4): 435-41.
6. Caneppele TM, Borges AB, Torres CR. Effects of dental bleaching on the color, translucency and fluorescence properties of enamel and dentin. **Eur J Esthet Dent**. 2013; 8(2): 200-212.
7. Chang SW, Cho BH, Lim RY, Kyung SH, Park DS, Oh TS, Yoo HM. Effects of blood contamination on microtensile bond strength to dentin of three self-etch adhesives. **Oper Dent**. 2010; 35(3): 330-336.

\*De acordo com a Norma da FOUFU, baseado nas Normas de Vancouver. Abreviaturas dos periódicos com conformidade com Medline (Pubmed).



8. Conrad HJ, Seong WJ, Pesun IJ. Current ceramic materials and systems with clinical recommendations: A systematic review. **J Prosthet Dent.** 2007; 98(5): 389–404.
9. da Silva EM, Poskus LT, Guimarães JG, de Araújo Lima Barcellos A, Fellows CE. Influence of light polymerization modes on degree of conversion and crosslink density of dental composites. **J Mater Sci Mater Med.** 2008;19(3): 1027-32.
10. de Castro HL, Passos SP, Zogheib LV & Bona AD. Effect of cement shade and light-curing unit on bond strength of a ceramic cemented to dentin. **Journal Adhes Dent.** 2012; 14(2):155–60.
11. Dietschi D, Rossier S, Krejci I. In vitro colorimetric evaluation of the efficacy of various bleaching methods and products. **Quintessence International.** 2006; 37(7): 515-526.
12. Ellingham H.J.T. "Transactions and Communications". **J. Soc. Chem. Ind.** 1944; 63(5): 125.
13. Ferracane JL, Greener EH. Fourier transform infrared analysis of degree of polymerization in unfilled resins--methods comparison. **J Dent Res.** 1984; 63(8): 1093-5.
14. Furuse AY, Mondelli J, Watts DC. Network structures of Bis-GMA/TEGDMA resins differ in DC, shrinkage-strain, hardness and optical properties as a function of reducing agent. **Dent Mater.** 2011; 27(5): 497-506.
15. Groten M, Pröbster L. The influence of different cementation modes on the fracture resistance of feldspathic ceramic crowns. **Int J Prosthodontics.** 1997; 10(2): 169-177.

16. Gajewski VE, Pfeifer CS, Fróes-Salgado NR, Boaro LC, Braga RR (2012) Monomers used in resin composites: degree of conversion, mechanical properties and water sorption/solubility. **Braz Dent J.** 2012; 23(5): 508-14.
17. Gurel G. Porcelain laminate veneers: minimal tooth preparation by design. **Dent Clin of North Am.** 2007; 51(2): 419–31.
18. Hill EE. Dental cements for definitive luting: a review and practical clinical considerations. **Dent Clin North Am.** 2007; 51: 643–58.
19. Janda R, Roulet JF, Kaminsky M, Steffin G & Latta M. Color stability of resin matrix restorative materials as a function of the method of light activation. **Eur J Oral Sci.** 2004; 112(3): 280–5.
20. Kaneshima T, Yatani H, Kasai T, Watanabe EK, Yamashita A. The influence of blood contamination on bond strengths between dentin and an adhesive resin cement. **Oper Dent.** 2000; 25(3): 195-201.
21. Kilic K, Arslan S, Demetoglu GA, Zararsiz G, Kesim B. Do blood contamination and hemostatic agents affect microtensile bond strength of dual cured resin cement to dentin? **J Appl Oral Sci.** 2013; 21(1): 85-91.
22. Koishi Y, Tanoue N, Atsuta M, Matsumura H. Influence of visible-light exposure on colour stability of current dual-curable luting composites. **J Oral Rehabil.** 2002; 29(4): 387-393.
23. Kuphasuk W, Harnirattisai C, Senawongse P, Tagami J. Bond strengths of two adhesive systems to dentin contaminated with a hemostatic agent. **Oper Dent.** 2007; 32(4): 399–405.
24. Land MF, Couri CC, Johnston WM. Smear layer instability caused by hemostatic agents. **J Prosthet Dent.** 1996; 76(5): 477-482.

25. Mohan M, Gupta A, Shenoy V, Parolia A. Pharmacological agents in dentistry: A review. **Br J Pharm Res**. 2011;1:66–87.
26. Noie F, O’Keefe KL, Powers JM. Color stability of resin cements after accelerated aging. **Int J Prosthodontics**. 1995; 8(1): 51–55.
27. O’Brien WJ. Dental materials and their selection. **Quintessence Publishing**. Chicago. 2008.
28. Polat NT, Ozdemir AK, Turgut M. Effects of gingival retraction materials on gingival blood flow. **Int J Prosthodontics**. 2007; 20(1): 57-62.
29. Prasanna N, Pallavi Reddy Y, Kavitha S, Lakshmi Narayanan L. Degree of conversion and residual stress of preheated and room-temperature composites. **Indian J Dent Res**. 2007; 18(4): 173–176.
30. Raposo LH, Dantas LC, Xavier TA, Pereira AG, Versluis A, Soares CJ, Sinhoreti MA, Correr-sobrinho L. Specimen positioning effect on microshear test: Non-linear finite element analysis. **Dent Mater** . 2012; 28(Supplement 1): 15-16.
31. Runnacles P, Correr GM, Baratto Filho F, Gonzaga CC, Furuse AY. Degree of conversion of a resin cement light-cured through ceramic veneers of different thicknesses and types. **Braz Dent J**. 2014; 25(1): 38-42.
32. Saker S, Alnazzawi A, Ozcan M. Adhesive strength of self-adhesive resins to lithium disilicate ceramic and dentin: effect of dentin chelating agents. **Odontology**. 2014.
33. Shimada Y, Yamaguchi S, Tagami J. Micro-shear bond strength of dual-cured resin cement to glass ceramics. **Dent Mater**. 2002; 18(5): 380-8.

34. Simon JF, de Rijk WG, Hill J, Hill N. Tensile bond strength of ceramic crowns to dentin using resin cements. **Int J Comput Dent.** 2011; 14(4): 309–19.
35. Stober T, Gilde H, Lenz P. Color stability of highly filled composite resin materials for facings. **Dent Mater.** 2001; 17(1): 87–94.
36. Tarighi P & Khoroushi M. A review on common chemical hemostatic agents in restorative dentistry. **Dent Res J.** 2014; 11(4): 423-8.
37. Usümez S, Büyükyılmaz T, Karaman AI, Gündüz B. Degree of conversion of two lingual retainer adhesives cured with different light sources. **Eur J of Orthod.** 2005; **27(2)**: 173–179.
38. Vrochari AD, Eliades G, Hellwig E & Wrbas KT. Curing efficiency of four self-etching, self-adhesive resin cements. **Dent Mater.** 2009; 25(9): 1104-1108.
39. Yan Y, Kim Y, Kim K & Kwon T. Changes in degree of conversion and microhardness of dental resin cements. **Operative Dentistry.** 2010; 35(2): 203-210.
40. Yoo HM & Pereira PN. Effect of blood contamination with 1-step self-etching adhesives on microtensile bond strength to dentin. **Oper Dent.** 2006; 31(6): 660-665.
41. Zortuk M, Kilic K, Gurbulak AG, Kesim B, Uctasli S. Tensile bond strength of a lithium-disilicate pressed glass ceramic to dentin of different surface treatments. **Dent Mater.** 2010; 29(4): 418-24.

## ***Anexo***

---

## **6. CARTA À IMPRENSA**

A definição de um indivíduo saudável, não se refere apenas à ausência de doença, é a completa integração de um bem estar físico, emocional e social. E dentre os aspectos que pode contribuir com o bem estar, está a autoimagem do indivíduo, a qual pode ter repercussão na sua auto estima. Portanto ter conhecimento sobre a estética facial e estética do sorriso é de suma importância para os profissionais da odontologia, uma vez que para um sorriso ser considerado estético ele necessita ser harmônico. Devido a esse padrão estético, a busca pela correção das imperfeições do sorriso é cada vez frequente, e uns dos tratamentos mais procurados são aqueles em que são utilizados materiais cerâmicos como material reabilitador. Para a utilização desses materiais, é necessária uma etapa clínica de cimentação, utilizando cimentos resinosos, sendo o cimento fotoativado o mais indicado para cimentação de cerâmicas. Normalmente ao se confeccionar esses tipos de restaurações de forma geral, as mesmas têm suas margens cervicais intencionalmente colocadas no sulco gengival, que de fato pode provocar sangramento dessa região comprometendo o procedimento restaurador. Portanto fios afastadores embebidos com agentes hemostáticos são utilizados a fim de proporcionar hemostasia do meio. Porém, tem sido relatado que tais agentes em contato com a dentina podem diminuir a adesão de materiais resinosos. Portanto, esse estudo avaliou a influência das propriedades químico-mecânicas e ópticas (cor) e resistência de união ao substrato cerâmica de cimento resinoso fotoativado contaminado com 3 tipos de agentes hemostáticos (Hemostop, Viscostat e Viscostat Clear). Os resultados mostraram que o grupo contaminado com Viscostat apesar de ter apresentado um maior potencial de polimerização, alterou a cor do cimento de forma significativa. O grupo do cimento não contaminado apresentou melhores resultados de resistência a fratura do cimento e todos as soluções alteraram a cor do cimento a nível de percepção do olho humano. Porém dos grupos contaminados, o grupo que mais se assemelhou com o grupo controle foi o grupo contaminado pelo agente Hemostop. Logo seria a solução mais indicada para o uso na clínica odontológica após esse estudo.