

UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO SUL  
FACULDADE DE ODONTOLOGIA  
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ODONTOLOGIA  
MESTRADO EM ODONTOLOGIA  
ÁREA DE CONCENTRAÇÃO CLÍNICA ODONTOLÓGICA - MATERIAIS DENTÁRIOS

FREDERICO PINOTTI ROVEDA

**INFLUÊNCIA DO SILICATO DE NIÓBIO COMO PARTÍCULA DE CARGA NA  
CIMENTAÇÃO DE LÂMINAS CERÂMICAS SOBRE ESMALTE DENTÁRIO**

PORTO ALEGRE

2021

UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO SUL  
FACULDADE DE ODONTOLOGIA  
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ODONTOLOGIA  
MESTRADO EM ODONTOLOGIA  
ÁREA DE CONCENTRAÇÃO CLÍNICA ODONTOLÓGICA - MATERIAIS DENTÁRIOS

Linha de pesquisa: biomateriais e técnicas terapêuticas em odontologia

INFLUÊNCIA DO SILICATO DE NIÓBIO COMO PARTÍCULA DE CARGA NA  
CIMENTAÇÃO DE LÂMINAS CERÂMICAS SOBRE ESMALTE DENTÁRIO

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Odontologia da Universidade Federal do Rio Grande do Sul, como requisito final para a obtenção do título de **Mestre em Odontologia**, área de concentração Clínica Odontológica/Materiais Dentários.

FREDERICO PINOTTI ROVEDA

ORIENTADOR: PROF. DR. VICENTE CASTELO BRANCO LEITUNE

Porto Alegre

2021

## AGRADECIMENTOS

Aos meu pais **Francisco Renato Abreu Roveda** e **Solange Pinotti Roveda**, por sempre estarem ao meu lado, apoiando cada decisão minha e incentivando sempre ao estudo.

A minha esposa **Cláudia** e meus filhos, **Lavínia** e **Francisco**. Me faltam palavras para agradecer o apoio e a compreensão de vocês por cada dia que eu ficava longe de casa. Vocês são os pilares da minha vida.

O responsável pelo início desta jornada, está comigo na Odontologia desde 2002. Inicialmente um colega, depois um amigo e hoje, tenho certeza, um irmão. Um grande incentivador pela busca do conhecimento e do crescimento profissional: um incansável. **Roberto Pereira Pimentel**, muito obrigado.

À **Universidade Federal do Rio Grande do Sul** que, após 17 anos da minha graduação, pude ter a oportunidade de voltar a ser aluno.

Ao **LAMAD**, laboratório que, durante mais de dois anos, me acolheu e mostrou um pouco da essência da minha profissão. Estendo a todos os ICs.

Ao **Laboratório de Prótese Dentária Portodent**, pela parceira, dedicação e competência.

Aos colegas de LAMAD e Mestrado, **Ana, Andressa, Júlia, Isadora, Elisa, Mariele, Marla, Maria Eduarda, Laisa, Marcos e Lucas**. Vocês representam degraus importantes na minha trajetória. Grato por cada momento que passamos juntos dividindo dúvidas e conhecimentos.

**Gabriela**, muito obrigado por todo o apoio e dedicação. Foste mais que uma colega de laboratório. Entre conversas sobre rock, cervejas, vinhos e hábitos da *gringolândia*, eu sempre aprendia um pouco sobre Materiais Dentários.

Aos meus colegas de mestrado: **Cassiano e Lucas**. Vocês são demais, tornaram os dias mais leves pelas risadas e descontrações. Dúvidas, incertezas conquistas, foi muito bom compartilhar tudo isso com vocês.

As parcerias que fiz: **Willian, Eduardo, Maurício, Luisa, Luan, Diego** entre outras grandes pessoas que pude conhecer neste retorno à Academia. Foram excelentes companhias.

Ao Professor **Fabricio Mezzomo Collares**, por ter me dado a oportunidade de novas buscas pelo conhecimento, pelos ensinamentos junto ao LAMAD e pela parceria. Muito obrigado.

Ao meu orientador de mestrado, Professor **Vicente Castelo Branco Leitune**. Grato por cada momento. Pelos conhecimentos passados, pelas cobranças, mas principalmente pela parceria e por ter acreditado em mim. A tua orientação foi fundamental. Muito obrigado.

## Resumo

O objetivo deste estudo foi avaliar a influência de um cimento resinoso convencional fotoativado com silicato de nióbio (SiNb) na cimentação de laminados cerâmicos. Dois cimentos resinosos fotopolimerizáveis experimentais foram formulados usando monômeros metacrilatos (BisGMA, UDMA e TEGDMA) em concentrações de 50%, 30% e 20% em peso, respectivamente. O sistema de iniciação composto por óxido bis-álquil fosfínico (BAPO), na concentração de 1%, em peso, e o inibidor de polimerização, hidroxitolueno butilado (BHT) a 0,01% em peso, foram adicionados. O silicato de nióbio foi adicionado como partícula de carga em um dos cimentos ( $G_{SiNb}$ ) e no outro o silicato de bário ( $G_{SiBa}$ ), ambos na concentração de 65% em peso. Um cimento resinoso fotopolimerizável comercial, Relyx Veneer A1 (3M/Espe St. Paul, MN, USA) ( $G_{COM}$ ) também foi testado. Os três cimentos foram submetidos aos testes de resistência à flexão uniaxial de 3 pontos e módulo de elasticidade. Coroas de dentes humanos extraídos pertencentes ao segundo e ao quinto sextantes receberam um desgaste ao nível de esmalte. Lâminas cerâmicas de dissilicato de lítio com  $4\text{mm}^2$  e 1 mm de espessura foram confeccionadas na cor HT A1. Estas lâminas foram cimentadas nos dentes selecionados utilizando os três cimentos. As amostras foram testadas em relação ao grau de conversão, resistência à fratura por compressão e adaptação interna. O  $G_{SiNb}$  apresentou menor valor de resistência à flexão  $43,77\text{Mpa}$  ( $\pm 8,8$ ), e não houve diferença estatisticamente significativa entre os grupos no ensaio de módulo de elasticidade, os valores variaram entre  $9,41\text{Gpa}$  ( $G_{SiBa}$ ) e  $11,64\text{Gpa}$  ( $G_{COM}$ ). Quanto ao grau de conversão e resistência à fratura por compressão, os  $G_{SiNb}$   $90,32\%$  ( $\pm 0,75$ ) e  $997,20\text{N}$  ( $\pm 241,97$ ) e  $G_{SiBa}$   $87,90\%$  ( $\pm 0,82$ ) e  $983,39\text{N}$  ( $\pm 267,47$ ), obtiveram os maiores valores ( $p < 0,05$ ). Em relação à adaptação interna, não houve diferença entre os grupos ( $p > 0,05$ ). Conclui-se que a

adição de SiNb como partícula de carga em um cimento experimental obteve resultados promissores, não afetando as propriedades mecânicas na cimentação de lâminas cerâmicas sobre esmalte dentário.

**Palavras – Chave:** cimento resinoso, laminados cerâmicos, nióbio.

## Abstract

The aim of this study was to evaluate the influence of a conventional resin cement photoactivated with niobium silicate (SiNb) on the cementation of ceramic veneers. Two experimental light-curing resin cements were formulated using methacrylate monomers (BisGMA, UDMA and TEGDMA) at concentrations of 50%, 30% and 20% by weight, respectively. The initiating system composed of phenylbis (2,4,6-trimethylbenzoyl)-phosphine oxide (BAPO) at a concentration of 1% by weight and the polymerization inhibitor, butylated hydroxytoluene (BHT) at 0.01% by weight, were added. As a filler particle, the niobium silicate was added in one of the cements ( $G_{SiNb}$ ) and in the other the barium silicate ( $G_{SiBa}$ ), both at a concentration of 65% by weight. A commercial light-curing resin cement, Relyx Veneer A1 (3M/Espe St. Paul, MN, USA) ( $G_{COM}$ ) was also tested. The three cements were also subjected to a three-point uniaxial flexural strength and modulus of elasticity tests. Extracted human teeth crowns of the second and fifth sextants had their enamel abraded. Lithium disilicate ceramic veneers measuring 4mm<sup>2</sup> and 1mm thick were made in HT A1 color. The veneers were cemented on selected teeth using the three cements. The samples were tested for degree of conversion, compressive fracture strength, and internal adaptation. The SiNb Group had a lower flexural strength value of 43.77Mpa ( $\pm 8.8$ ) and there was no statistically significant difference between the groups in the modulus of elasticity test, values ranged between 9.41Gpa ( $G_{SiBa}$ ) and 11.64Gpa ( $G_{COM}$ ). The highest values ( $p < 0.05$ ) of degree of conversion and resistance to fracture by compression, were found in the SiNb Group 90.32% ( $\pm 0.75$ ) and 997.20N ( $\pm 241.97$ ) and SiBa Group 87.90% ( $\pm 0.82$ ) and 983.39 %N ( $\pm 267.47$ ). Concerning internal adaptation, there was no difference between groups ( $p > 0.05$ ). It was concluded that the addition of SiNb as a filler particle in an experimental cement obtained promising

results, not affecting the mechanical properties in the cementation of ceramic veneers on tooth enamel.

**Key words:** resin cement, ceramic veneers, niobium.



## SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO.....	7
2. OBJETIVO.....	9
3. MATERIAIS E MÉTODOS.....	9
4. RESULTADOS.....	17
5. DISCUSSÃO.....	19
6. CONCLUSÃO.....	23
7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	24

## 1. Introdução

O uso de laminados cerâmicos representam um tratamento conservador, confiável e eficaz para reestabelecer estética dos dentes anteriores.<sup>1</sup> Este tipo de tratamento tem resultados clínicos com grande longevidade, onde estudos que variam de 7 a 21 anos de acompanhamento, possuem taxas de sobrevida que variam entre 93,5 e 98%.<sup>1, 7, 8</sup> Por se tratar de um técnica menos invasiva, quando comparada a preparos totais, há dependência da qualidade da adesão, onde o esmalte dentário, representa um substrato mais confiável que a dentina para a união adesiva com os laminados cerâmicos.<sup>2, 3, 4</sup>

Materiais de cimentação à base de resina podem reduzir a propagação de trinca e aumentar a resistência do conjunto cerâmica/cimento.<sup>5</sup> Tendo em vista a espessura dos laminados e a translucidez das cerâmicas utilizadas, pode-se optar pelo uso de cimentos resinosos convencionais fotoativados. Os cimentos resinosos fotoativados possuem a vantagem de serem dispensados em pasta única, controle do tempo de trabalho e estabilidade de cor, quando comparados aos sistemas que possuem ativação química.<sup>6, 36</sup> No entanto, é importante que a espessura das lâminas cerâmicas variem entre 1,0mm e 1,5mm pois, apesar do material cerâmico permitir a passagem de luz para a correta polimerização do cimento, espessuras maiores podem afetar o grau de conversão do cimento resinoso.<sup>13, 14, 15</sup> Da mesma forma, a espessura final do cimento resinoso após o assentamento da peça protética não deveria exceder 50µm, onde camadas mais espessas de cimento podem contribuir para o aumento de concentração de tensões na cerâmica cimentada.<sup>9, 26</sup> Desadaptações marginais podem ocasionar acúmulo de placa nas margens da restauração, favorecendo o

estabelecimento de doença cárie, doença periodontal e maior risco de degradação do cimento.<sup>10, 11, 12</sup>

Cimentos resinosos fotoativados são compostos por monômeros resinosos, fotoiniciadores, partículas de carga e agentes de união. As partículas de carga aumentam a resistência mecânica, reduzem a solubilidade e a contração volumétrica. Dentre as partículas de carga encontradas nos cimentos podemos destacar a sílica, vidro de bário, trifluoreto de itérbio, estrôncio, quartzo, tântalo e zircônia.<sup>16, 17, 18, 19, 25</sup> Uma carga que possua um índice de refração próximo à sua resina base é importante para que haja reduzida interferência na transmissão de luz no interior do material, obtendo-se uma maior polimerização do cimento na interface com o substrato dentário.<sup>24</sup>

O emprego do nióbio em materiais para uso odontológico tem mostrado resultados satisfatórios em termos de biocompatibilidade e melhoria de propriedades físicas e ópticas.<sup>21, 22</sup> Quando adicionado em resina composta experimental, o nióbio aumentou a radiopacidade e o grau de conversão.<sup>22</sup> O uso de silicato de nióbio em concentrações de 50% e 65% em um cimento resinoso fotopolimerizável, não comprometeu propriedades como estabilidade de cor, resistência ao micro cisalhamento, amolecimento em solvente e grau de conversão.<sup>23</sup> Entretanto o comportamento deste cimento não foi avaliado quando utilizado em cimentações sobre esmalte dentário.

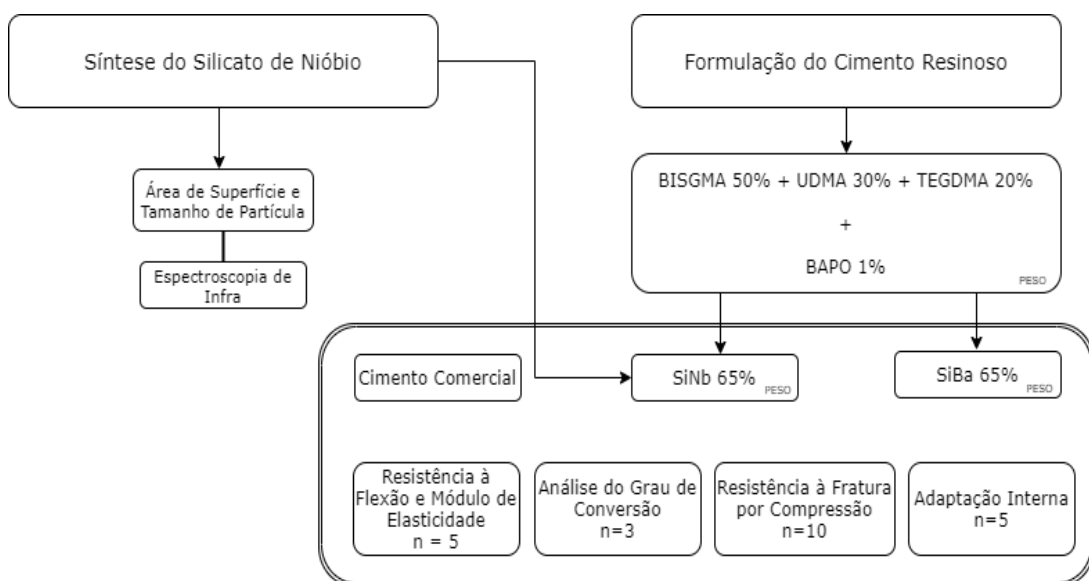
## 2. Objetivo

O objetivo principal do presente estudo foi avaliar as propriedades mecânicas de um cimento resinoso convencional fotoativável experimental com silicato de nióbio como partícula de carga, na cimentação de laminados cerâmicos. Como objetivo secundário, amostras dos cimentos foram submetidas ao teste de resistência à flexão e seu módulo de elasticidade foi calculado.

## 3. Materiais e métodos

Partículas de silicato de nióbio (SiNb) foram sintetizadas e caracterizadas quanto ao tamanho e área de superfície das partículas e o padrão de ligações químicas. Posteriormente, foi formulado um cimento resinoso experimental contendo silicato de nióbio e suas características foram avaliadas (Figura 1).

**FIGURA 1 – DELINEAMENTO DO ESTUDO**



## **Síntese do silicato de nióbio**

As partículas de SiNb foram sintetizadas pelo método sol-gel, utilizando tetraetoxissilano (TEOS) como precursor de sílica e pentacloreto de nióbio (NbCl<sub>5</sub>) como o precursor do nióbio. A partir da produção do sol e da hidrólise do TEOS, esperou-se 7 dias para a sua geleificação à temperatura ambiente. Em seguida, a mistura foi submetida a tratamentos térmicos no forno a 100°C por 24 horas e 500°C por mais 24 horas para secagem e estabilização. Isso resultou em silicato de nióbio, que foi cominuído com o auxílio de almofariz e pistilo e peneirado em uma peneira *mesh* 500, onde somente partículas menores que 2,5µm poderiam passar.

## **Caracterização de partículas**

### Espectroscopia de Infravermelho

Os grupos químicos do SiNb foram identificados por equipamento de espectroscopia de infravermelho por transformada de Fourier (VERTEX 70, Bruker Optics, Ettingen, Alemanha). O intervalo da análise foi de 400-3000 cm<sup>-1</sup>.

### Área de Superfície e Tamanho de Partícula

A área superficial do pó de SiNb foi calculada pelo método de Brunauer-Emmett-Teller (BET), com base nos dados da isoterma de adsorção de Nitrogênio. As medições de adsorção de azoto foram obtidas por um Autosorb Quantachrome Nova 1200 (Quantachrome Instruments Headquarters, EUA). O tamanho de partícula foi

obtido por um analisador de tamanho de partícula por difração a laser (CILAS 1180, França).

### **Silanização das partículas**

As partículas SiNb e de vidro de bário (SiBa) foram silanizadas com 5%, em peso, de 3-(trimetoxisilil)propil metacrilato e 95%, em peso, de acetona e mantidas em estufa, a 37°C por 24h, para evaporação do solvente.

### **Formulação do cimento resinoso**

Dois cimentos resinosos fotopolimerizáveis experimentais foram formulados usando os monômeros metacrilatos. Bisfenol A glicidil dimetacrilato (BisGMA), uretano dimetacrilato (UDMA) e trietileno glicol dimetacrilato (TEGDMA) foram utilizados em concentrações de 50%, 30% e 20%, em peso, respectivamente. O sistema de iniciação foi composto por óxido bis-alkil fosfínico (BAPO), adicionado na concentração de 1% em peso. Foi adicionado o inibidor de polimerização de hidroxitolueno butilado (BHT) a 0,01% em peso. Todos os reagentes foram adquiridos da Sigma-Aldrich (St Louis MO, EUA) e usados conforme adquiridos. No grupo teste com silicato de nióbio ( $G_{SiNb}$ ), a carga (SiNb) silanizada foi adicionada na concentração de 65%, em peso. No grupo controle com silicato de bário ( $G_{SiBa}$ ), o SiBa silanizado foi adicionado na mesma concentração. Todas as formulações foram pesadas em balança analítica (AUW220D; Shimadzu, Kyoto, Japão), misturadas manualmente e ultrassonicadas (L100; Schuster, Santa Maria, RS, Brasil) por 480s. Um cimento resinoso fotoativável comercial (Relyx Veneer A1, 3M/Espe St. Paul, MN, USA), também foi avaliado ( $G_{COM}$ ).

### **Resistência à flexão e módulo de elasticidade**

Para a análise da resistência à flexão, cinco amostras de cada grupo (n=5) de cimentos resinosos foram confeccionados com um uso de uma matriz metálica de (25,0 ± 0,1) mm x (2,0 ± 0,1) mm x (2,0 ± 0,1) mm. Os cimentos resinosos foram dispensados, cobertos com uma matriz de poliéster e a fotoativação foi realizada em quatro janelas (VALO, Ultradent, South Jordan, Utah, USA) de 20 s cada, sobrepondo uma à outra, de maneira que todo o corpo de prova recebesse a mesma intensidade de luz em ambos os lados da matriz metálica. As amostras foram armazenadas em água destilada e após 24h, foram regularizadas com auxílio de lixas de carbetto de silício de granulação 2000 com água destilada e foram fraturadas em uma máquina de ensaios mecânicos universal uniaxial de 3 pontos (EZ-SX Series, Shimadzu, Tóquio, Japão) a uma velocidade de 1 mm / min. Os valores de força foram registrados em Newtons e os valores de resistência foram registrados em megapascal (MPa) de acordo com a fórmula:<sup>9</sup>

$$\sigma = \frac{3LF}{2BH^2}$$

Onde:

$\sigma$  = resistência à flexão (MPa)

F = carga máxima (N)

L = Distância (25 mm) entre os suportes (± 0,01 mm)

B = Largura (mm) no centro da amostra medida imediatamente antes do teste

H = comprimento (mm) no centro da amostra medido imediatamente antes do teste.

O módulo de elasticidade( $E$ ) foi determinado traçando-se a curva tensão x deformação durante o teste de flexão de três pontos descrita anteriormente e aplicando a seguinte equação:

$$E = \frac{3Pl^3}{4bh^3d}$$

Onde  $P$  é a carga máxima (N) no último ponto da linha reta do gráfico tensão x deformação,  $l$  é a distância (mm),  $b$  é a largura da amostra (mm),  $h$  é a altura da amostra (mm) e  $d$  é o deslocamento do corpo de prova no momento  $P$ . O valor de  $E$  é expresso em GPa.

### **Preparo das amostras**

Foram selecionados dentes humanos extraídos pertencentes ao 2º e 5º sextantes, com a face vestibular hígida, e seccionados na junção amelo-cementária (CAAE 257327 19.8.0000.5347). Foi realizado um desgaste manual, apenas em esmalte, utilizando lixas de carbeto de silício de granulação 600 com água destilada, obtendo uma superfície plana superior a 4mm<sup>2</sup>. Estas coroas anatômicas foram incluídas em resina acrílica autopolimerizável de cor rosa, deixando o terço vestibular exposto. Lâminas de cerâmica de dissilicato de lítio (T-Lithium, Talmax, Shenzhen Upcera Dental Technology Co., Ltd, Nanshan, Shenzhen Guangdong, P.R.C) com 4mm<sup>2</sup> e 1 mm de espessura foram confeccionados na cor HT A1 com auxílio de uma cortadeira (Isomet Low Speed, Buehler, Lake Bluff, Illinois, USA) . A superfície de esmalte de cada amostra recebeu ácido fosfórico 37% (Ácido Gel 37%, Maquira, Maringá, RS, Brasil) por 30 s, lavagem por 30 s e secagem com jato de ar. Após, foi realizada a aplicação de uma camada de adesivo (Adesivo Adper™ Scotchbond™



Multiuso, 3M/Espe St. Paul, MN, EUA), sem fotoativação. Cada lâmina de cerâmica foi condicionada com ácido fluorídrico (Porcelain Etch, Ultradent, South Jordan, Utah, EUA) por 20 s, lavagem por 20 s e secagem com jato de ar. Após, foi aplicado silano (Silane, Ultradent, South Jordan, Utah, EUA) aguardado um minuto e realizada a secagem por mais um minuto com jato de ar e, aplicada uma camada de adesivo (Adesivo Adper™ Scotchbond™ Multiuso, 3M/Espe St. Paul, MN, EUA) sem fotoativação. Foi aplicado uma camada de cimento resinoso. A lâmina cerâmica foi assentada manualmente sobre a superfície vestibular do dente, uma carga de 0,4 N foi aplicada e, após 20 s, foram removidos os excessos de cimento das margens e a amostra foi fotoativada (VALO, Ultradent, South Jordan, Utah, USA) por 40 s, sendo 20s de cada lado da amostra, correspondendo a face mesial e distal. . Foi então removida a carga e um novo ciclo de 20 s de fotoativação foi realizado na face vestibular, totalizando 60 s. Essas amostras foram utilizadas nos ensaios de resistência à fratura por compressão, análise do grau de conversão e adaptação interna.

### **Grau de conversão**

Três amostras de cada grupo (n=3), contendo a lâmina cerâmica cimentada sobre o esmalte da face vestibular do dente, foram seccionadas com auxílio de uma cortadeira expondo a interface cerâmica, cimento e esmalte. Foi realizada uma leitura de cada amostra com 10 pontos equidistantes (10µm) abrangendo a porção da cerâmica, do cimento, da camada adesiva e do esmalte. Um espectrômetro micro Raman (SENTERRA, Bruker Optics, Ettlingen, Germany) foi utilizado para determinar o grau de conversão (GC, em %). Um laser de diodo com comprimento de onda de

785nm e intensidade de 100mW foi utilizado para a obtenção de espectros na região entre 1593  $\text{cm}^{-1}$  e 1652  $\text{cm}^{-1}$ , com as seguintes condições: abertura de 50 $\mu\text{m}$ ; tempo de irradiação de 10s; cinco acumulações. O GC foi então calculado com base na diminuição da taxa das intensidades dos picos correspondente aos grupos C=C do metacrilato a 1640  $\text{cm}^{-1}$  em comparação com a amostra não fotoativada e o pico correspondente ao grupamento aromático (1610  $\text{cm}^{-1}$ ), sendo utilizado como padrão interno.

$$\text{GC\%} = \left\{ 1 - \frac{\left( \frac{1640 \text{ cm}^{-1}}{1610 \text{ cm}^{-1}} \right)_{\text{fotoativado}}}{\left( \frac{1640 \text{ cm}^{-1}}{1610 \text{ cm}^{-1}} \right)_{\text{n\~{a}o fotoativado}} \right\} \times 100$$

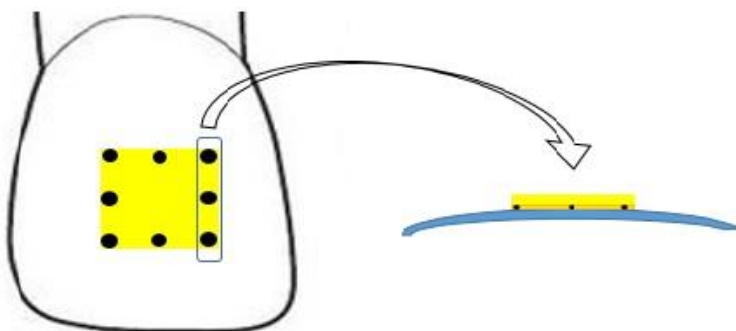
### Resistência à fratura por compressão

Dez amostras por grupo (n=10), contendo a lâmina cerâmica cimentada sobre o esmalte da face vestibular do dente, foram armazenadas em água destilada em estufa a 37°C e testadas 24h após a cimentação, sendo submetidas a uma força por compressão até a fratura. Cada amostra foi alinhada em uma máquina de ensaios universal (EZ-SX Series; Shimadzu, Tóquio, Japão) e a força foi aplicada por meio de uma esfera de aço de 2mm de diâmetro a uma velocidade de 0,5mm / min no centro da lâmina cerâmica, perpendicular à face vestibular. A carga até a fratura foi registrada em Newtons (N).

## Adaptação interna

Alterações na adaptação interna foram investigadas através do escaneamento realizado por um micro tomógrafo computadorizado de raio X (InspeXio SMX-90CT Plus- SHIMADZU, Tóquio, Japão). O tubo de raio-X foi operado à 80kv e 110  $\mu$ A com uma resolução de 13.7 pixels e um filtro de alumínio de 1mm de espessura. As amostras (n=5), contendo a lâmina cerâmica cimentada sobre o esmalte da face vestibular do dente, foram estabilizadas no suporte da bandeja de montagem do sistema, paralelas ao feixe de raios X. As regiões de interesse foram as margens da amostra (Figura 2), onde oito pontos foram determinados e medidos a espessura da linha de cimentação com o auxílio do software Radiant DICOM Viewer (Medixant; Poznan, Polônia). Previamente a obtenção dos valores de todas as amostras, foi realizado um coeficiente de correlação intra-examinador (ICC) para avaliar a confiabilidade na medição das imagens, onde uma amostra de cada grupo foi mensurada com um intervalo de sete dias entre a primeira e a segunda análise.

**Figura 2**



## **Análise estatística**

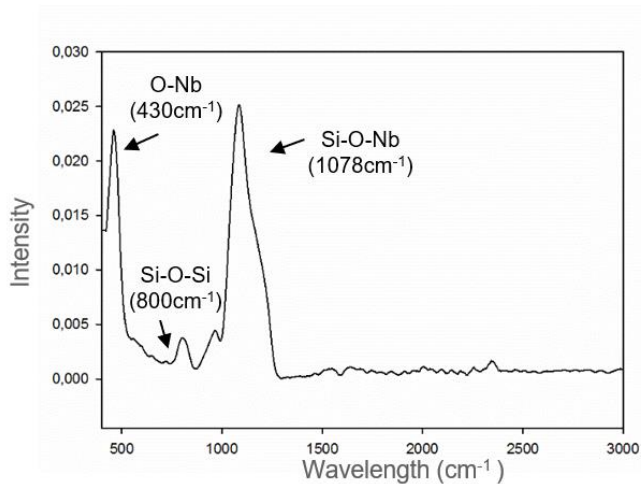
A normalidade dos valores obtidos foi testada através do teste Shapiro-Wilk. Como houve distribuição normal, foi realizado o teste ANOVA de uma via para todos os ensaios. Quando houve diferenças entre os grupos, foi aplicado o teste de comparações múltiplas de Tukey. Todas as análises foram realizadas considerando um nível de significância de 5%. Um Coeficiente de Correlação Intraclasse (ICC) foi utilizado para avaliar a reprodutibilidade intraexaminador na medição da imagem no ensaio de adaptação interna. Um modelo aleatório de uma via foi usado para determinar a média entre as duas medidas repetidas.

## **4. Resultados**

A espectroscopia de infravermelho mostrou os picos característicos do silicato de nióbio. Na Figura 3 observa-se, em um pico  $1078\text{ cm}^{-1}$ , a ligação química entre a sílica, o oxigênio e o nióbio. O tamanho médio das partículas de SiNb foi de  $11,61\mu\text{m}$  e a área de superfície foi de  $509,24\text{ m}^2/\text{g}$ . O ICC, para o ensaio de adaptação interna, mostrou correlação boa / excelente entre as medidas (0.80 [95% CI: 0.66-0.88]).

No ensaio de resistência à flexão, não observou-se diferença estatisticamente significativa entre o  $G_{\text{COM}}$  e o  $G_{\text{SiBa}}$  ( $p=0,105$ ). No entanto, o  $G_{\text{SiNb}}$  obteve o menor valor de resistência à flexão ( $43,77\text{MPa}$ ), apresentando diferença estatística para os demais ( $p<0,05$ ). Os resultados de módulo de elasticidade não demonstraram diferença estatisticamente significativa entre os grupos, os valores variaram entre  $9,41\text{Gpa}$  ( $G_{\text{SiBa}}$ ) e  $11,64\text{Gpa}$  ( $G_{\text{COM}}$ ). Os  $G_{\text{SiNb}}$  e  $G_{\text{SiBa}}$  apresentaram maior grau de conversão diferenciando-se estatisticamente do  $G_{\text{COM}}$  ( $p<0,05$ ), variando de  $84,12\%$  ( $G_{\text{COM}}$ ) a  $90,32\%$  ( $G_{\text{SiNb}}$ ) (Tabela 1). No teste de resistência à compressão, não houve diferença

estatística entre os  $G_{SiNb}$  e  $G_{SiBa}$ . O mesmo tiveram os maiores valores (997,20N e 983,39N, respectivamente), apresentado diferença estatística em relação ao  $G_{COM}$  ( $p < 0,05$ ). No ensaio de adaptação interna, não houve diferença estatística entre os grupos (Tabela 2).



**Figura 3.** Composição química de acordo com os resultados do FTIR, confirmou a ligação Si-O-Nb

**Tabela 01** Valores de Média e Desvio Padrão dos Testes de Resistência à Flexão (RF), Módulo de Elasticidade (E) e Grau de Conversão (GC)

	<b>RF (MPa)</b>	<b>E (GPa)</b>	<b>GC (%)</b>
<b><math>G_{SiNb}</math></b>	43,77 ( $\pm 8,8$ ) <sup>B</sup>	10,77 ( $\pm 2,44$ ) <sup>A</sup>	90,32 ( $\pm 0,75$ ) <sup>A</sup>
<b><math>G_{SiBa}</math></b>	75,41 ( $\pm 16,8$ ) <sup>A</sup>	9,41 ( $\pm 1,09$ ) <sup>A</sup>	87,90 ( $\pm 0,82$ ) <sup>A</sup>
<b><math>G_{COM}</math></b>	94,03 ( $\pm 12,6$ ) <sup>A</sup>	11,64 ( $\pm 0,92$ ) <sup>A</sup>	84,12 ( $\pm 1,16$ ) <sup>B</sup>

Letras maiúsculas diferentes indicam diferença estatisticamente significativa na mesma coluna. ( $p < 0,05$ ).

**Tabela 02** Valores de Média e Desvio Padrão do Teste de Resistência à Compressão (RC) e Adaptação Interna (AI)

	<b>RC (N)</b>	<b>AI (<math>\mu\text{m}</math>)</b>
<b>G<sub>SiNb</sub></b>	997,20 ( $\pm 241,97$ ) <sup>A</sup>	18,23 ( $\pm 3,42$ ) <sup>A</sup>
<b>G<sub>SiBa</sub></b>	983,39 ( $\pm 267,47$ ) <sup>A</sup>	28,78 ( $\pm 8,92$ ) <sup>A</sup>
<b>G<sub>COM</sub></b>	660,83 ( $\pm 167,54$ ) <sup>B</sup>	24,14 ( $\pm 8,03$ ) <sup>A</sup>

Letras maiúsculas diferentes indicam diferença estatisticamente significativa na mesma coluna. ( $p < 0,05$ ).

## 5. Discussão

A cimentação é uma etapa crucial para o sucesso de trabalhos protéticos onde a adesão é um procedimento fundamental para a longevidade destes trabalhos. Neste estudo, foram formulados cimentos experimentais com 65%, em peso, de carga inorgânica. A concentração das cargas utilizadas apresentou resultados satisfatórios em estudo prévio.<sup>23</sup> O uso de silicato de nióbio como partícula de carga não comprometeu as propriedades mecânicas na cimentação de lâminas cerâmicas sobre esmalte dentário. Apesar do G<sub>SiNb</sub> ter apresentado menor resistência à flexão, não foi possível perceber diferenças na resistência à fratura por compressão.

Quando se avaliaram cimentos polimerizados através de laminados cerâmicos com diferentes opacidades, o Relyx Veneer, demonstrou uma correlação forte entre módulo de elasticidade e o grau de conversão.<sup>27</sup> O cimento comercial neste estudo, apesar de apresentar um menor valor para grau de conversão quando utilizado na cimentação da lâmina cerâmica ao dente, a sua resistência à flexão obteve um valor superior, já que para este ensaio, não houve a interferência da cerâmica que, reduz a intensidade de luz que chega ao cimento devido a efeitos de absorção e reflexão.<sup>28</sup> Os cimentos resinosos produzidos para este estudo apresentaram valores acima de

85% de grau de conversão. Um recente estudo mostrou uma relação entre o grau de conversão e a viscosidade de uma resina experimental baseada na quantidade e tamanho da partícula de carga. Onde os maiores valores de grau de conversão foram obtidos com cargas com maior tamanho de partícula. O tamanho da partícula de carga de SiNb produzida para este estudo foi em média de  $11,61\mu\text{m}$  e do SiBa é de  $1,3\mu\text{m}$ <sup>23</sup>, enquanto do grupo comercial pode variar entre  $0,2\mu\text{m}$  a  $3,0\mu\text{m}$  conforme o fabricante. No entanto, a conversão de monômeros era reduzido na medida que aumentava a viscosidade da resina.<sup>20</sup>

Os cimentos avaliados neste estudo não apresentaram diferença estatística nos valores de módulo de elasticidade. Entretanto, na resistência à fratura, o G<sub>COM</sub> obteve valores inferiores aos cimentos experimentais, podendo ter uma relação com a maneira como ocorreu a fotoativação no ensaio de resistência à fratura, com a interposição da lâmina de cerâmica. No entanto, este anteparo cerâmico não influenciou negativamente nos resultados dos grupos contendo SiNb e SiBa estes, apresentaram um maior tamanho de partícula, que pode aumentar a transmissão de luz dentro do compósito.<sup>42</sup> Alguns estudos sugerem o aumento do tempo de fotoativação, pois a luz seria atenuada na presença da restauração cerâmica.<sup>40, 41</sup> A presença da cerâmica pode ter reduzido o grau de conversão, tornando o cimento menos rígido. Quando há uma lâmina de cerâmica cimentada sobre o esmalte dentário, espera-se que este conjunto resista e distribua as tensões aplicadas, aumentando a resistência a fraturas.<sup>37, 38, 39</sup> Uma lâmina de cerâmica de 0,5mm de espessura, cimentada em um preparo mínimo apenas em esmalte, obteve melhor resultado em resistência a fratura quando comparado a um preparo mais profundo, já em dentina, com a cimentação de uma lâmina cerâmica de 1mm de espessura.<sup>29</sup> Segundo Rees & Jacobsen<sup>35</sup>, o módulo de elasticidade do esmalte e da dentina são

de 80,0 GPa e 15,0 GPa respectivamente, já o da cerâmica de dissilicato de lítio é de 65,0 GPa. Os cimentos testados neste estudo apresentaram módulo de elasticidade entre 9,41 GPa e 11,64 GPa. No entanto, essas diferenças de rigidez de cada interface, quando unidas, formam uma unidade estrutural, não influenciando, neste estudo, na resistência à compressão. Os cimentos resinosos experimentais deste estudo, produzidos com 65% de carga em peso, apresentaram maiores valores de resistência à fratura por compressão, comparados ao cimento resinoso comercial que, segundo informações fornecidas pelo fabricante, a concentração de carga está entre 55% e 65%. Quando aumenta-se a concentração de carga, as propriedades mecânicas do cimento resinoso, podem ser melhoradas.<sup>30</sup> A diferença encontrada na resistência à fratura por compressão pode estar relacionada à quantidade de carga na composição dos materiais avaliados.

O comportamento das tensões em restaurações tipo fragmento cerâmicos foi avaliado em um modelo de elementos finitos de um incisivo lateral, modificando a espessura da linha de cimento (50 $\mu$ m, 100 $\mu$ m e 200 $\mu$ m), onde observou-se que o aumento da espessura do cimento afetou negativamente o comportamento mecânico da cerâmica.<sup>26</sup> Porém, quando se avaliou a resistência à fratura de placas de cerâmicas (1mm e 2mm de espessura) em função da variação da espessura da linha de cimentação, observou-se que em cerâmicas de 1mm, linhas de cimentação mais espessas resultavam em maiores valores de resistência à fratura, enquanto para cerâmicas de 2mm, a variação de espessura de cimento não resultou em diferenças na resistência à fratura.<sup>31</sup> No presente estudo, os valores de espessura da linha de cimentação dos grupos SiNb, SiBa e Comercial, ficaram abaixo de 50 $\mu$ m. Quando a espessura do filme de cinco cimentos foi avaliada em função do tempo após a mistura, ao final de 3 minutos, cinco cimentos resinosos apresentaram valores inferiores à



30 $\mu$ m, apenas um cimento de ionômero de vidro modificado por resina, após 3 minutos teve sua espessura de filme superior à 50 $\mu$ m.<sup>32</sup> Estes valores vão ao encontro dos padrões da ISO que exige uma espessura de filme no momento do assentamento não superior à 50 $\mu$ m para cimentos a base de resina.<sup>9</sup> Uma comparação da adaptação marginal em coroas totais entre três sistemas de cerâmica pura, demonstrou que o sistema IPS Empress 2 obteve 46 $\mu$ m de ajuste marginal, enquanto os outros sistemas, Celay In- Ceram, In-Ceram Convencional e Metal Cerâmica (controle), os valores foram superiores a 80 $\mu$ m.<sup>33</sup> Por outro lado, quando comparou-se sistemas fresados com injetados, as peças produzidas por CAD-CAM (zircônia e dissilicato de lítio), cimentadas com cimentos resinoso sobre um preparo dentário *in vitro*, tiveram valores de 65 $\mu$ m e 69 $\mu$ m respectivamente, apresentando diferenças significativa ao valor de adaptação marginal em relação as peças injetadas (dissilicato de lítio) que obtiveram em média 85 $\mu$ m de ajuste marginal.<sup>34</sup>

Os cimentos resinosos fotoativados estão sendo utilizados em larga escala na odontologia com vasta literatura sobre o seu comportamento. Um estudo *in vitro* como este, possui a vantagem do controle da técnica operatória como também, da possibilidade de realização de testes mecânicos e ópticos. Neste sentido, os resultados apresentados devem ser observados com cautela visto que, não representam uma situação clínica cotidiana.

Os resultados obtidos neste estudo demonstram que um cimento experimental contendo SiNb como partícula de carga apresentou valores inferiores aos outros grupos no teste de resistência à flexão no entanto, o seu comportamento mecânico quando utilizado na cimentação de lâminas cerâmicas sobre esmalte dentário, foi satisfatório.

## **6. Conclusão**

A adição de SiNb como partícula de carga em um cimento resinoso fotoativado pode representar uma alternativa viável. Os valores obtidos foram aceitáveis quando o cimento experimental foi utilizado na cimentação de lâminas cerâmicas sobre esmalte dentário, apesar de haver um prejuízo no seu desempenho na resistência à flexão, os resultados obtidos em grau de conversão, resistência à fratura por compressão e adaptação interna, são iguais ou superiores aos demais grupos.

## 7. Referências Bibliográficas

[1] ARIF R, DENNISON JB, GARCIA D, YAMAN P. Retrospective evaluation of the clinical performance and longevity of porcelain laminate veneers 7 to 14 years after cementation. **The Journal of Prosthetic Dentistry**, v.122, p. 31–37. 2019.

[2] OZTÜRK E, BOLAY S. Survival of Porcelain Laminate Veneers with Different Degrees of Dentin Exposure: 2-Year Clinical Results. **The Journal of Adhesive Dentistry**, v. 16, p. 481–89. 2014.

[3] GUREL G, SESMA N, CALAMITA MA, COACHMAN C, MORIMOTO S. Influence of Enamel Preservation on Failure Rates of Porcelain Laminate Veneers. **International Journal of Periodontics & Restorative Dentistry**, v. 33, p. 30–39. 2013.

[4] PEUMANS M, DE MUNCK J, FIEUWS S, LAMBRECHTS P, VANHERLE G, VAN MEERBEEK B. A prospective ten-year clinical trial of porcelain veneers. **Journal Adhes Dent**, v. 6, p. 65-76. 2004.

[5] FLEMING GJP, MAGUIRE FR, BHAMRA G, BURKE FM, MARQUIS PM. The Strengthening Mechanism of Resin Cements on Porcelain Surfaces. **Journal of Dental Research**, v.85, p. 272–276. 2006.

[6] KILINC E, ANTONSON SA, HARDIGAN PC, KESERCIOGLU A. Resin cement color stability and its influence on the final shade of all-ceramics. **Journal of Dentistry**, v. 39, p. 30-36. 2011.

[7] LAYTON DM, WALTON TR. The up to 21-Year Clinical Outcome and Survival of Feldspathic Porcelain Veneers: Accounting for Clustering. **The International Journal of Prosthodontics**, v. 25, p. 604–12. 2012.

[8] BEIER US, KAPFERER I, BURTSCHER D, DUMFAHRT H. Clinical Performance of Porcelain Laminate Veneers for up to 20 Years. **The International Journal of Prosthodontics**, v. 25, p. 79–85. 2012.

[9] International Organization for Standardization ISO No. 4049:2000. **Dentistry – polymer-based filling, restorative and luting materials**. Geneva.

[10] SILVA EMD, NORONHA-FILHO JD, AMARAL CM, POSKUS LT, GUIMARÃES JGA. Long-term degradation of resin-based cements in substances present in the oral environment: influence of activation mode. **Journal of Applied Oral Science**, v. 21, p. 271-277. 2013.

[11] QUINTAS AF, OLIVEIRA F, BOTTINO MA. Vertical marginal discrepancy of ceramic copings with different ceramic materials, finish lines, and luting agents: an in vitro evaluation. **The Journal of prosthetic Dentistry**, v. 92, p. 250-257. 2004.

[12] ALBERT FE, EL-MOWAFY OM. Marginal adaptation and microleakage of Procera AllCeram crowns with four cements. **International Journal of Prosthodontics**, v. 17, p. 529-535. 2004.

[13] GANJKAR MH, HESHMAT H, AHANGARI RH. Evaluation of the Effect of Porcelain Laminate Thickness on Degree of Conversion of Light Cure and Dual Cure Resin Cements Using FTIR. **Journal of Dentistry**, v. 18, p. 30–36. 2017.

[14] RUNNACLES P, CORRER GM, FILHO FB, FLARES GCC, FURUSE AY. Degree of Conversion of a Resin Cement Light-Cured Through Ceramic Veneers of Different Thicknesses and Types. **Brazilian Dental Journal**, v. 25, p. 38-42. 2014.

[15] MARTINS FV, VASQUES WF, FONSECA EM. How the Variations of the Thickness in Ceramic Restorations of Lithium Disilicate and the Use of Different Photopolymerizers Influence the Degree of Conversion of the Resin Cements: A Systematic Review and Meta-Analysis. **Journal of Prosthodontics**, v. 28, p. 395–403. 2019.

- [16] AGUIAR TR, FRANCESCANTONIO M, BEDRAN-RUSSO AK, GIANNINI M. Inorganic composition and filler particles morphology of conventional and self-adhesive resin cements by SEM/EDX. **Microscopy Research and Technique**, v. 75, p. 1348–52. 2012.
- [17] DIAZ-ARNOLD AM, VARGAS MA, HASELTON DR. Current status of luting agents for fixed prosthodontics. **The Journal of Prosthetic Dentistry**, v. 81, p. 135–41. 1999.
- [18] HILL EE, LOTT J. A Clinically Focused Discussion of Luting Materials. **Australian Dental Journal**, v. 56, p. 67–76. 2011.
- [19] GARCIA IM, LEITUNE VCB, FERREIRA CJ, COLLARES FM. Tantalum oxide as filler for dental adhesive resin. **Dental Materials Journal**, v. 37, p. 897–903. 2018.
- [20] HABIB E, WANG R, ZHU XX. Correlation of resin viscosity and monomer conversion to filler particle size in dental composites. **Dental Materials**, v. 34, p. 1501-1508. 2018.
- [21] BALBINOT GS, COLLARES FM, VISIOLI F, SOARES PBF, TAKIMI AS, SAMUEL SMW, LEITUNE VCB. Niobium Addition to Sol-Gel Derived Bioactive Glass Powders and Scaffolds: In Vitro Characterization and Effect on Pre-Osteoblastic Cell Behavior. **Dental Materials: Official Publication of the Academy of Dental Materials**, v. 34, p. 1449–58. 2018.

[22] LEITUNE VCB, COLLARES FM, TAKIMI A, LIMA GB, PETZHOLD CL, BERGMANN CP, SAMUEL SMW. Niobium pentoxide as a novel filler for dental adhesive resin. **Journal of Dentistry**, v. 41, p. 106–13. 2013.

[23] DE FIGUEIREDO EZ, BALBINOT GS, LEITUNE VCB, COLLARES FM. Niobium silicate as a filler for an experimental photopolymerizable luting agent. **Journal Prosthodont Research**, v. 2021, p. 25-30. 2021.

[24] KOU K, NISHIYAMA N, NEMOTO K, OKADA T, IKEMI T. Effect of Base Monomer's Refractive Index on Curing Depth and Polymerization Conversion of Photo-Cured Resin Composites. **Dental Materials Journal**, v. 24, p. 403–8. 2005.

[25] COLLARES FM, KLEIN M, SANTOS PD, PORTELLA FF, OGLIARI F, LEITUNE VCB, SAMUEL SMW. Influence of Radiopaque Fillers on Physicochemical Properties of a Model Epoxy Resin-Based Root Canal Sealer. **Journal of Applied Oral Science**, v. 21, p. 533–39. 2013.

[26] MARTINI AP, DE SOUZA FI, ANCHIETA RB, DE ALMEIDA EO, FREITAS JUNIOR AC, ROCHA EP. Influence of resin cement thickness and temperature variation on mechanical behavior of dental ceramic fragment restoration. **Computer Methods Biomechanics and Biomedical Engineering**, v. 22, p. 409-417. 2019.

[27] ARHEGAS LRP, DE MENEZES CALDAS DB, RACHED RN, SOARES P, SOUZA EM. Effect of ceramic veneer opacity and exposure time on the polymerization efficiency of resin cements. **Operative Dentistry**, p. 37, v. 281-289. 2012.

[28] ILIE N, HICKEL R. Correlation between ceramics translucency and polymerization efficiency through ceramics. **Dental Materials**, v. 24, p. 908-914. 2008.

[29] PIEMJAI M, ARKSORNNUKIT M. Compressive Fracture Resistance of Porcelain Laminates Bonded to Enamel or Dentin with Four Adhesive Systems. **Journal of Prosthodontics**, v. 16, p. 457-464. 2007.

[30] ÖZTÜRK E, HICKEL R, BOLAY Ş, ILIE N. Micromechanical properties of veneer luting resins after curing through ceramics. **Clinical Oral Investigations**, v. 16, v. 139-146. 2012.

[31] PRAKKI A, CILLI R, DA COSTA AU, DE PAIVA GONÇALVES SE, LIA MONDELLI RF, PEREIRA JC. Effect of Resin Luting Film Thickness on Fracture Resistance of a Ceramic Cemented to Dentin. **Journal of Prosthodontics**, v. 16, p. 172-178. 2007.

[32] KIOUS AR, ROBERTS HW, BRACKETT WW. Film thicknesses of recently introduced luting cements. **The Journal of prosthetic dentistry**, v. 101, p. 189-192. 2009.



[33] YEO IN-SUNG, YANG JAE-HO, LEE JAI-BONG. In vitro marginal fit of three all-ceramic crown systems. **The Journal of prosthetic dentistry**, v. 90, p. 459-464. 2003.

[34] RICCITIELLO F, AMATO M, LEONE R, SPAGNUOLO G, SORRENTINO R. In vitro evaluation of the marginal fit and internal adaptation of zirconia and lithium disilicate single crowns: micro-CT comparison between different manufacturing procedures. **The Open Dentistry Journal**, v. 12, p.160-172. 2018.

[35] REES JS, JACOBSEN PH. The elastic moduli of enamel and dentine. **Clinical Materials**, v. 14, p. 35-39. 1993.

[36] PISSAIA JF, GUANAES BKDA, KINTOPP CCDA, CORRER GM, DA CUNHA LF, GONZAGA CC. Color stability of ceramic veneers as a function of resin cement curing mode and shade: 3-year follow-up. **PloS one**, v. 14, p. e0219183. 2019.

[37] CONRAD HJ, SEONG W, PESUN IJ. Current ceramic materials and systems with clinical recommendations: a systematic review. **The Journal of Prosthetic Dentistry**, v. 98, p. 389-404. 2007.

[38] KUMBULOGLU O, LASSILA LVJ, USER A, TOKSAVUL SUNA, VALLITTU PK. Shear bond strength of composite resin cements to lithium disilicate ceramics. **Journal Of Oral Rehabilitation**, v. 32, p. 128-133. 2005.

[39] ADDISON O, FLEMING GJP. The influence of cement lute, thermocycling and surface preparation on the strength of a porcelain laminate veneering material. **Dental Materials**, v. 20, p. 286-292. 2004.

[40] MENG X, YOSHIDA K, ATSUTA M. Influence of ceramic thickness on mechanical properties and polymer structure of dual-cured resin luting agents. **Dental Materials**, v. 24, p. 594-599. 2008.

[41] DIAS MC, PIVA E, MORAES RRD, AMBROSANO GMB, SINHORETI MAC, CORRER-SOBRINHO L. UV-Vis spectrophotometric analysis and light irradiance through hot-pressed and hot-pressed-veneered glass ceramics. **Brazilian Dental Journal**, v.19, p.197-203. 2008.

[42] EMAMI N, SJÖDAHL M, SÖDERHOLM K-J M. How filler properties, filler fraction, sample thickness and light source affect light attenuation in particulate filled resin composites. **Dental Materials**, v. 21, p. 721-730. 2005.