

# PRÓ-REITORIA ACADÊMICA DIRETORIA DE PESQUISA, EXTENSÃO E PÓS-GRADUAÇÃO PROGRAMA DE MESTRADO PROFISSIONAL EM ODONTOLOGIA

## **JOÃO FAGAN JUNIOR**

AVALIAÇÃO DA INFLUÊNCIA DOS MÉTODOS DE LIMPEZA DA SUPERFÍCIE DA CERÂMICA VÍTREA APÓS CONTAMINAÇÃO COM SALIVA OU SANGUE HUMANO: UM ESTUDO IN VITRO

MARINGÁ 2020



# PRÓ-REITORIA ACADÊMICA DIRETORIA DE PESQUISA, EXTENSÃO E PÓS-GRADUAÇÃO PROGRAMA DE MESTRADO PROFISSIONAL EM ODONTOLOGIA

## **JOÃO FAGAN JUNIOR**

# AVALIAÇÃO DA INFLUÊNCIA DOS MÉTODOS DE LIMPEZA DA SUPERFÍCIE DA CERÂMICA VÍTREA APÓS CONTAMINAÇÃO COM SALIVA OU SANGUE HUMANO: UM ESTUDO IN VITRO

Dissertação em formato artigo apresentada ao Programa de Mestrado Profissional em Odontologia, do Centro Universitário Ingá - UNINGÁ, como parte dos requisitos para obtenção do título de Mestre em Odontologia, área de concentração Prótese Dentária.

Orientador: Prof. Dr. Daniel Sundfeld Neto

MARINGÁ 2020

## FOLHA DE APROVAÇÃO JOÃO FAGAN JUNIOR

## AVALIAÇÃO DOS MÉTODOS DE LIMPEZA DA SUPERFÍCIE DA CERÂMICA VÍTREA APÓS CONTAMINAÇÃO COM SALIVA OU SANGUE HUMANO

Dissertação em formato artigo apresentada ao Programa de Mestrado Profissional em Odontologia, do Centro Universitário Ingá - UNINGÁ, como parte dos requisitos para obtenção do título de Mestre em Odontologia, área de concentração Prótese Dentária.

	Maringá, _	de	de 2020.
	BANCA EXAMIN	ADORA	
Pr	of. Dr. Daniel Sun UNINGÁ	dfeld Neto	_
			_
	Prof. Dr. Marcelo UNICAMP		
	Prof Dra Aline	Mori	_

UNINGÁ

## **DEDICATÓRIA**

Dedico este trabalho...

#### A Deus

Presença constante em minha vida, sempre guiando meus passos e me sustentando, sem Ele nada disso seria possível.

#### A minha família

Minha esposa Jéssica e minha filha Ana Beatriz, pois o amor e carinho de vocês enchem meus dias de alegria. A necessidade de me ausentar foi o maior obstáculo a enfrentar. No entanto vocês sempre me deram força para lutar e me fizeram que eu estivesse firme para alcançar esse sonho.

Meus pais João e Nena, por serem exemplo de dedicação e esforço, e por sempre me apoiarem para que eu tivesse uma boa formação.

Meu irmão Anderson, pelos conselhos, ajuda e amizade sincera.

Aos demais familiares, por sempre me apoiarem a trilhar o caminho do sucesso e a alçar cada dia voos mais altos.

## **AGRADECIMENTOS**

A meu orientador, Professor Dr. Daniel Sundfeld Neto, meu agradecimento especial pelo incentivo e colaboração. Agradeço a cada orientação, seja pessoalmente ou por mensagens e e-mails, em qualquer hora do dia e até mesmo nos finais de semana. Acima de tudo obrigado pela amizade, respeito e paciência, você é um grande exemplo de dedicação e espelho para a vida acadêmica.

Aos professores do programa de mestrado em odontologia da Uningá, em especial às queridas Fernanda Ferruzi, Nubia Pini e Aline Mori por dispensarem seus conhecimentos e ensinamentos com muito amor, paciência e carinho em favor do crescimento profissional e acadêmico de cada um dos alunos dessa turma. Agradeço também as colegas Karina Maria Salvatore de Freitas e Júlia Puppin Rontani pela realização e auxílio na análise estatística e confecção das imagens de microscopia eletrônica de varredura e ângulo de contato.

Aos amigos de turma Joãozinho, Luiz, Marcos, Marcia e Pablo. Durante esses dias que passamos juntos em Maringá podemos trocar experiências clínicas que muito ajudou mutuamente a todos nós, e também durante esse período construímos laços de amizade que perdurarão por toda vida.

## **RESUMO**

Objetivos: O objetivo deste estudo foi avaliar a efetividade de técnicas de limpeza da superfície cerâmica previamente silanizadas após contato com fluídos orgânicos (saliva ou sangue), e da reaplicação do silano na resistência de união pelo microcisalhamento (RUµC) do cimento resinoso à cerâmica. Material e Métodos: Blocos da cerâmica vítrea reforcada por dissilicato de lítio (IPS e.max Press, Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein) foram condicionadas com ácido hidrofluorídrico 5% e devidamente silanizadas. Três grupos controle foram criados (n=10): controle sem contaminação, controle negativo saliva e controle negativo sangue. Nos grupos experimentais, amostras foram contaminadas com saliva e a outra metade com sangue (n=80). Após a contaminação, as amostras foram distribuidas em quatro grupos, de acordo com o método de limpeza (n=20): spray de ar/água, ácido fosfórico 35%, álcool 70% e Ivoclean (Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein). Subgrupos foram submetidos à re-aplicação do silano, ou não (n=10). Todas as amostras receberam uma fina camada de adesivo, e posteriormente três cilindros de cimento resinoso fotoativado foram preparados em cada bloco cerâmico para o teste de resistência de união pelo microcisalhamento (RUµC), realizado em uma máquina de ensaio universal a uma velocidade vertical de 1 mm/min até a ruptura. As superfícies contaminadas e tratadas foram avaliadas por microscopia eletrônica de varredura (MEV) (n=1) e também avaliadas por medições do ângulo de contato (n=10). Os resultados foram submetidos ao teste estatístico ANOVA seguido pelo teste de Tukey ( $\alpha$ =0,05). **Resultados:** O grupo controle não contaminado apresentou média de 18,7 MPa e o grupo controle negativo saliva e sangue apresentaram queda de 34% e 42% respectivamente em relação ao controle não contaminado (p<0,05). Para contaminação por saliva, todos os métodos de limpeza foram eficazes e não apresentaram diferença estatística em relação ao grupo controle (p>0,05). Porém, para a contaminação por sangue somente, o Ivoclean mostrou-se eficiente em restabelecer a RUµC, sendo estatisticamente semelhante ao grupo controle não contaminado (p<0,05). As imagens de MEV ilustraram uma superfície limpa e sem resíduos dos contaminantes após os métodos de limpeza. A reaplicação do silano não influenciou positivamente nos resultados de união (p>0,05). Maior ângulo de contato foi encontrado quando a superfície cerâmica foi previamente silanizada, transformando-a em uma superfície hidrófoba ao contato da água, saliva e sangue. Conclusão: Os métodos de limpeza avaliados foram eficazes para remover a saliva da superfície da cerâmica vítrea; no entanto, somente o produto comercial Ivoclean foi capaz de restaurar a qualidade da adesão quando a superfície da cerâmica fora contaminada com sangue.

Palavras-chave: Cerâmica vítrea; dissilicato de lítio; saliva; sangue; adesão

## CLEANING METHODS ASSESSMENTS FROM GLASS CERAMIC AFTER CONTAMINATION WITH SALIVA OR HUMAN BLOOD

#### **ABSTRACT**

**Objectives:** The aim of this study was to evaluate the effectiveness of techniques for cleaning the ceramic surface previously silanized after contact with organic fluids (saliva or blood), and to assess the reapplication of silane in the microshear bond strength (µSBS) of resin cement to ceramic. Lithium disilicate reinforced glass ceramic discs (IPS e.max Press, Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein) were etched with 5% hydrofluoric acid and properly silanized. Three control groups were created (n=10): control without contamination, negative saliva control and negative blood control. In experimental groups, samples were contaminated with saliva and the other half with blood (n=80). After contamination, the samples were distributed into four groups, according to the cleaning method (n=20): air/water spray, 35% phosphoric acid, 70% alcohol and Ivoclean (Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein). Subgroups were submitted to re-application of silane, or not (n=10). All samples received a thin layer of an unfilled adhesive, and subsequently three cylinders of a lightcured resin cement were prepared in each ceramic block for the µSBS test, performed on a universal testing machine at a vertical speed of 1 mm/min until rupture. Contaminated and treated surfaces were assessed by scanning electron microscopy (SEM) (n=1) and also assessed by contact angle measurements (n=10). Data were calculated and submitted to ANOVA and Tukey's test ( $\alpha$ =0.05). The non-contaminated control group showed a µSBS average of 18.7 MPa and the negative saliva and blood control groups yielded a 34% and 42% decrease, respectively, in relation to the uncontaminated control (p<0.05). For saliva contamination, all cleaning methods were effective and showed no statistical difference in relation to the control group (p>0.05). However, for blood contamination, only Ivoclean was shown to be efficient in restoring µSBS, being statistically similar to the uncontaminated control group (p>0.05). Silane reapplication have not resulted in higher µSBS (p>0.05). SEM images illustrated a clean surface with no contaminant residues after cleaning methods. A higher contact angle was found when the ceramic surface was previously silanized, transforming it into a hydrophobic surface to the contact of water, saliva and blood. All the assessed cleaning methods were effective in removing saliva from the glass ceramic surface; however, only the commercial product Ivoclean was able to restore the adhesion quality when the ceramic surface was contaminated with blood.

**Keywords:** glass ceramic, lithium disilicate, saliva, blood, adhesion

## LISTA DE FIGURAS

Figura 1	-	A) Amostra pronta. B) Condicionamento com ácido hidrofluorídrico.      C) Lavagem da amostra com spray de ar e água seguido de secagem com ar comprimido. D) Aplicação do agente de ligação silano
Figura 2	-	A) Saliva sendo depositada sobre a amostra. B) Lanceta sendo empregada para a coleta de sangue. C) Sangue sendo depositado sobre a amostra
Figura 3	-	A e B) Remoção inicial do excesso (A); Contaminante (sangue) seguido de spray de ar água (B); C) Aplicação do ácido fosfórico 35%; D) Ácido Fosfórico sendo esfregado com microaplicador descartável
Figura 4	-	A) Álcool 70% sendo aplicado sobre a superfície da cerâmica. B) Álcool 70% sendo esfregado com microaplicador descartável. C e D) Ivoclean sendo depositado e esfregado com microaplicador descartável
Figura 5	-	A) Todas amostras foram lavadas com spray de ar e água após a aplicação do método de limpeza. B) Re-silanização em metade das amostras. C e D) Aplicação e fotopolimerização do adesivo24
Figura 6	-	A) Molde de elastômero posicionado sobre a amostra cerâmica. B)  Orifícios sendo preenchidos com cimento resinoso. C) Tira de poliéster e lâmina de vidro posicionados e carga sendo aplicada. D)  Fotopolimerização do cimento resinoso
Figura 7	-	A) Cilindros de cimento resinoso. B) Amostra posicionada na máquina de ensaio com fio de aço em torno do cilindro para teste de resistência de união. C) Máquina de ensaio universal EMIC DL 500.25
Figura 8	-	Grupo controle: superfície de EMX condicionada com ácido hidrofluorídrico 5% durante 20 segundos e sem contaminação33

Figura 9 -	Grupos controle negativo: A – superfície contaminada com saliva; B:
	superfície contaminada com sangue33
Figura 10 -	Superfície após contaminação com saliva e submetida aos métodos
	de limpeza: A – spray de ar e água; B – aplicação de ácido fosfórico
	35%; C – aplicação de álcool 70%; D – aplicação do produto
	Ivoclean34
Figura 11 -	Superfície após contaminação com sangue e submetida aos
	métodos de limpeza: A – spray de ar e água; B – aplicação de ácido
	fosfórico 35%; C – aplicação de álcool 70%; D – aplicação do produto
	Ivoclean34
Figura 12 -	Imagens representativas da avaliação do ângulo de contato dos
	grupos testados: (A) após aplicação do ácido hidrofluorídrico; (B)
	após aplicação do ácido hidrofluorídrico + silano35

## **LISTA DE TABELAS**

Tabela 1	-	Grupos Controle
Tabela 2	-	Grupos Contaminante Saliva22
Tabela 3	-	Grupos Contaminante Sangue
Tabela 4	-	Resultados da comparação entre os grupos controles sem contaminação e contaminados com sangue e saliva ± desvio padrão (DP)
Tabela 5	-	Resultados da comparação entre os grupos com diferentes métodos de limpeza contaminados com saliva e sangue separadamente, com e sem comparação com o respectivo grupo controle
Tabela 6	-	Resultados da comparação entre os grupos com diferentes métodos de limpeza contaminados com saliva e sangue separadamente, com e sem reaplicação de silano
Tabela 7	-	Distribuição do padrão de fratura por grupo (número quantitativo por grupo seguido pela %)
Tabela 8	-	Resultados da comparação intergrupos do ângulo de contato35

## SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	13
2	PROPOSIÇÃO	17
3	MATERIAL E MÉTODOS	19
3.1	Confecção dos espécimes e preparação da superfície cerâmica	19
3.2	Distribuição das amostras em grupos	20
3.2.1	Grupos controle	20
3.2.2	Grupos experimentais	21
3.3	Teste de resistência de união pelo microcisalhamento (RUµC)	24
3.4	Análise estatística	25
3.5	Avaliação por microscopia eletrônica de varredura (MEV)	26
3.6	Avaliação pelo ângulo de contato (energia livre de superfície e molha	bilidade)
		26
4	RESULTADOS	29
4.1	Resistência de união pelo microcisalhamento (RUμC)	29
4.2	Análise do padrão de fratura	31
4.3	Microscopia eletrônica de varredura	33
4.4	Ângulo de contato	35
5	DISCUSSÃO	37
6	CONCLUSÃO	45
	REFERÊNCIAS	47
	ANEXOS	51

1 Introdução

## 1 INTRODUÇÃO

Cerâmicas são amplamente utilizadas em odontologia devido à sua capacidade de assemelhar-se às características ópticas do esmalte e dentina, bem como pela sua biocompatibilidade e a estabilidade química (KELLY; BENETTI, 2011). As cerâmicas vítreas mais utilizadas apresentam cristais de sílica na sua estrutura e são baseadas em leucita ou dissilicato de lítio (HÖLAND et al., 2000). A cerâmica vítrea reforçada por dissilicato de lítio é um material que tem uma elevada resistência à flexão (XIAOPING; DONGFENG; SILIKAS, 2014; NISHIOKA ET AL., 2018), sendo introduzido comercialmente em 2005 por Ivoclar Vivadent uma versão com cristais mais refinados (AG, Schaan, Liechtenstein) com o nome IPS e.max. Este é um material em que cristais de dissilicato de lítio (SiO<sub>2</sub>-LiO<sub>2; +-</sub>70% vol) são incorporados numa matriz de vidro para minimizar a propagação de microfissuras, melhorando assim a sua resistência (MOUNAJJED; LAYTON; AZAR, 2016; NISHIOKA et al., 2018).

O sucesso clínico das restaurações totalmente em cerâmica na odontologia é altamente determinado pela cimentação adesiva (BORGES et al., 2017), uma vez que as cerâmicas podem ser cimentadas em preparos dentários sem retenção mecânica: facetas/laminados cerâmicos. A adesão é definida como uma força de flexão entre as moléculas nas interfaces de diferentes materiais (KILIC et al., 2013), e uma maior resistência de união à cerâmica vítrea reforçada por dissilicato de lítio é produzida com a combinação do condicionamento da superfície com ácido hidrofluorídrico seguida de silanização (TIAN et al., 2014). A ação do ácido hidrofluorídrico remove seletivamente a matriz vítrea e as estruturas cristalinas são expostas formando microporosidades superficiais(BLATZ; DENT; SADAN, 2003; HÖLAND et al., 2000; SUNDFELD NETO et al., 2015), produzindo assim uma superfície de alta energia e também altamente reativa (LAPINSKA et al., 2019). A aplicação do agente de união silano é usada principalmente para promover a ligação química entre a cerâmica vítrea e materiais resinosos por meio de ligações de siloxano (JEDYNAKIEWICZ; MARTIN, 2001; MATINLINNA; VALLITTU, 2007; YAO et al., 2017)

O pré-tratamento da cerâmica vítrea pode ser feito diretamente antes da cimentação pelo dentista ou pelo laboratório dentário antes da entrega da restauração

(NIKOLAUS; WOLKEWITZ; HAHN, 2013). No entanto, durante os procedimentos clínicos de avaliação da adaptação da restauração às margens do preparo protético e pontos de contato interproximais, a superfície interna da cerâmica pode contaminarse com saliva ou sangue (ALFARO et al., 2016; LAPINSKA et al., 2019; NIKOLAUS; WOLKEWITZ; HAHN, 2013). Outro grande desafio na prática clínica diária é conseguir um bom controle de umidade durante a cimentação, especialmente quando o isolamento do dique de borracha não é viável, assim a contaminação por saliva pode ocorrer (TACHIBANA A., CASTANHO G. M., VIEIRA S. N., 2010). Já a contaminação pelo sangue pode ocorrer devido ao sangramento gengival ocasionado pela restauração provisória mal adaptada e com acabamento e polimento insatisfatórios das margens, também como pela higienização bucal insatisfatória pelo paciente. Estes contaminantes orgânicos podem ter uma influência negativa na resistência de união entre cerâmica e cimento resinoso, devendo ser removidos da superfície antes da cimentação (ABOUSH, 1998; ALNASSAR et al., 2017; KLOSA et al., 2009; LYANN et al., 2019) para que não haja prejuízo à longevidade clínica das restaurações de cerâmica.

A resistência de união da cerâmica vítrea reforçada por dissilicato de lítio aos agentes cimentantes depende de vários fatores, incluindo tipo de cimento, tratamento superficial da cerâmica, energia de superfície e contaminação da superfície (PROCHNOW et al., 2018; SUNDFELD et al., 2018; SUNDFELD NETO et al., 2015; TIAN et al., 2014; KLOSA 2009). Por isso, vários agentes e métodos de limpeza foram investigados para melhorar resistência de união da cerâmica vítrea contaminada aos cimentos resinosos, incluindo água, etanol e ácido fosfórico com graus variados de sucesso (KLOSA et al., 2009; LAPINSKA et al., 2019; LYANN et al., 2019; NIKOLAUS; WOLKEWITZ; HAHN, 2013). Um produto comercial (Ivoclean, Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein) projetado para fins específicos de descontaminação de superfícies de restaurações cerâmica foi introduzido no mercado e é composto por uma suspensão alcalina de partículas de óxido de zircônio (ALNASSAR et al., 2017). Estudos prévios já testaram a eficácia do Ivoclean e obtiveram sucesso na descontaminação de cerâmicas com o mesmo (ALFARO et al., 2016; ALNASSAR et al., 2017; BORGES et al., 2017).

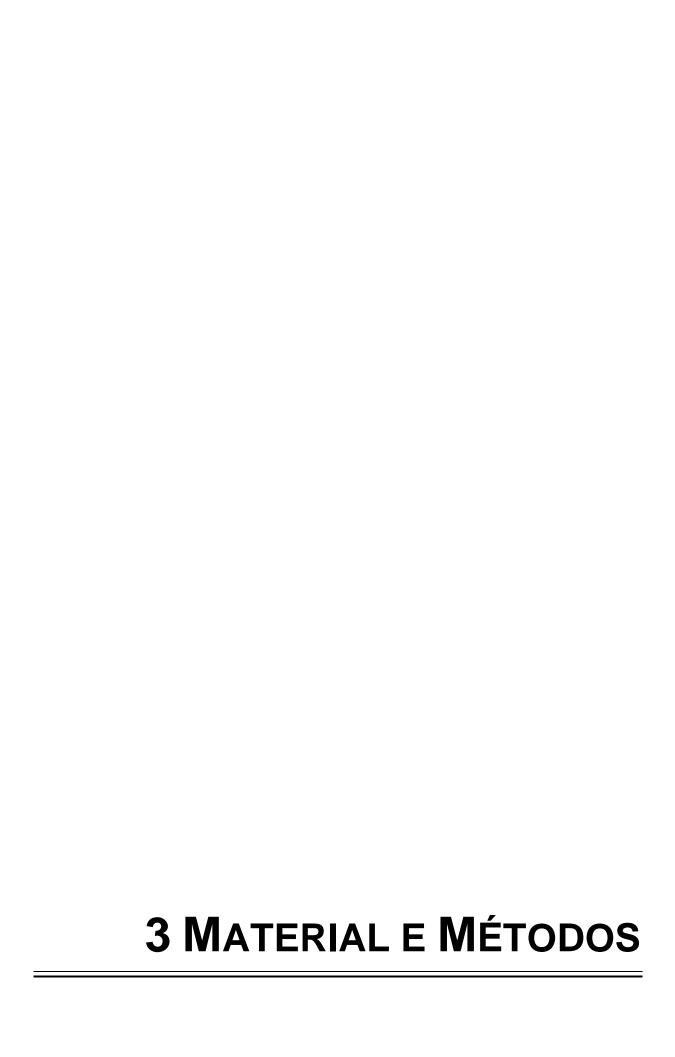
A maioria dos estudos laboratoriais publicados até o presente momento contaminaram as cerâmicas previamente à aplicação do agente de união silano e só

utilizaram saliva como contaminante. Nestes estudos, alguns métodos de descontaminação da superfície cerâmica mostraram-se eficazes (ALNASSAR et al., 2017; BORGES et al., 2017; KLOSA et al., 2009; LYANN et al., 2019). No entanto, o conhecimento sobre a contaminação de cerâmicas vítreas com sangue é escasso. Em avaliações de ângulo de contato da superfície de uma cerâmica vítrea, relatou-se que a silanização é capaz de deixar esta superfície hidrófoba (SATTABANASUK et al., 2017). Uma vez a superfície da cerâmica tornando se hidrófoba, impediria que a contaminação se aderisse à esta superfície.

2 Proposição

## 2 PROPOSIÇÃO

O objetivo deste estudo foi avaliar a efetividade de técnicas de descontaminação/limpeza da superfície cerâmica previamente condicionada com ácido hidrofluorídrico e silanizada após contato com fluídos orgânicos (saliva ou sangue). Avaliou-se também o efeito da reaplicação do silano na resistência de união pelo microcisalhamento (RUµC) do cimento resinoso à cerâmica após a realização dos métodos de limpeza. As hipóteses nulas consideradas são: (1) Os métodos de limpeza não foram eficazes em recuperar a resistência de união; (2) Os métodos de limpeza não removeram os resíduos de contaminantes da superfície da cerâmica vítrea; (3) A re-silanização após os métodos de limpeza não demonstraram resultados positivos na resistência de união à cerâmica vítrea.



Este trabalho foi submetido e aprovado pelo Comitê de Ética em Pesquisa do Centro Universitário Ingá - UNINGÁ, Maringá, Paraná, sob o número CAAE: 10271919.7.0000.5220.

Será avaliado o efeito de diferentes métodos de limpeza da superfície da cerâmica após contaminação com saliva ou sangue humano nos seguintes testes laboratoriais: resistência de união pelo microcisalhamento, microscopia eletrônica de varredura e ângulo de contato.

## 3.1 Confecção dos espécimes e preparação da superfície cerâmica

Duzentos e vinte e um discos da cerâmica vítrea reforçada por dissilicato de lítio (10mm diâmetro x 3mm espessura) (IPS e.max Press, cor HTA2, Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein) foram fabricados usando a técnica de cera perdida e lingotes foram injetados em um forno EP 600 (Ivoclar Vivadent AG) de acordo com as instruções do fabricante e previamente descritas (SUNDFELD NETO et al., 2015). As amostras foram então incorporadas em resina acrílica com suas superfícies a serem avaliadas expostas, tendo como base tubos rígidos de policloreto de vinila com 20 mm diâmetro e 20 mm de altura (Plastlit, Fazenda Rio Grande, PR, Brasil). Em seguida, os blocos de dissilicato de lítio foram padronizados com papéis abrasivos em carboneto de silício (400 e 800; Norton SA, São Paulo, SP, Brasil) em polidor automático (Metaserv 250, Buehler, Lake Bluff, Illinois, EUA) na presença de água para obter uma superfície plana e polida. Em seguida, todos os blocos de dissilicato de lítio foram limpos em cuba ultrassônica (Cristófoli, Campo Mourão, Paraná, Brasil) por 10 minutos em água deionizada e secos com ar comprimido (Figura – 1 A).

Posteriormente, as amostras foram condicionadas com ácido hidrofluorídrico a 5% (Condac porcelana 5% - FGM, Joinville, SC, Brasil) durante 20 segundos (Figura – 1 B) e lavadas com spray de ar e água durante 30 segundos (Figura – 1 C). As amostras foram secas com ar comprimido e em seguida aplicou-se ativamente o agente de ligação silano (Monobond N - Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein) com pincel descartável durante 20 segundos (Figura – 1D), deixado reagir 1 minuto e secado com ar comprimido até evaporação total dos solventes.

Figura 1 – A) Amostra pronta. B) Condicionamento com ácido hidrofluorídrico. C) Lavagem da amostra com spray de ar e água seguido de secagem com ar comprimido. D) Aplicação do agente de ligação silano

## 3.2 Distribuição das amostras em grupos

Trinta amostras foram distribuídas aleatoriamente em 3 grupos controle: Controle sem contaminação (n=10), Controle negativo saliva (n=10) e Controle negativo sangue (n=10) (Tabela 1). Em seguida, as outras amostras foram distribuídas em 2 grupos de acordo com o fluído orgânico contaminante: Saliva (S) ou Sangue (B) (n=80). Subgrupos (n=20) foram criados para cada método de limpeza a ser empregada: spray de ar e água (WA), ácido fosfórico a 35% (HP; UltraEtch 35%, Ultradent, South Jordan, EUA), álcool 70% (A; Prolink, Guapiaçu, SP, Brasil) e Ivoclean (I; Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein), e ainda avaliados se a reaplição do agente de ligação silano após a descontaminação foi realizada (S) ou não (N) (n=10).

### 3.2.1 Grupos Controle

As amostras do grupo controle sem contaminação receberam uma fina camada de um adesivo hidrófobo (Scotchbond MultiPurpose; 3M ESPE, Seefeld, Alemanha), sendo fotoativada durante 20 segundos usando uma fonte LED (Bluephase N - Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein; 1,200 mw/cm²). Os grupos controle negativo saliva e sangue receberam, na superfície da cerâmica, seu respectivo fluído orgânico contaminante e deixado reagir durante 1 minuto após a aplicação do silano, sendo posteriormente a saliva seca com jato de ar e o sangue removido seu excesso com um breve jato de ar e água de 1 segundo e então seca com jato de ar. Em seguida, aplicou-se uma fina camada do adesivo hidrófobo (Scotchbond MultiPurpose; 3M ESPE), sendo fotoativado durante 20 segundos

usando uma fonte de LED (Bluephase N - Ivoclar Vivadent) para posteriormente aplicar o teste de resistência de união.

A saliva e o sangue foram coletados pelo próprio pesquisador que estava em jejum por 2 horas antes da coleta. A saliva não estimulada foi coletada e depositada em um tubo de ensaio graduado estéril no momento da contaminação das amostras de cerâmica, sendo realizado com uma pipeta descartável depositando 2 gotas sobre a superfície (Figura – 2 A).

Com o auxílio de uma lanceta utilizada para teste de glicemia (Roche, Mannheim, BW, Alemanha), o próprio doador coletou o sangue da ponta do indicador da mão esquerda (Figura – 2 B), sendo previamente descontaminado com álcool 70%, e depositou-se 1 gota sobre a superfície da cerâmica (Figura – 2 C).

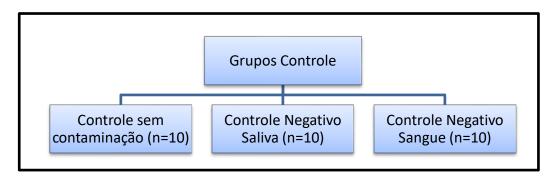


Tabela 1 - Grupos controle

### 3.2.2 Grupos experimentais

As amostras dos grupos experimentais, após serem aleatoriamente distribuídas, foram contaminadas com saliva ou sangue (Tabelas 2 e 3). Ambos os contaminantes, saliva (S) ou sangue (B), foram deixados reagir durante 1 minuto em contato com as amostras e posteriormente a saliva foi seca com jato de ar, sendo o excesso de sangue removido com um breve jato de ar e água durante 1 segundo (seu excesso dificultou a realização do teste de adesão/microcisalhamento), sendo então seca com jato de ar para que em seguida aplicássemos os métodos de limpeza propostos (n=20): (1) Spray de ar e água (WA) durante 20 segundos (Figura – 3 A e B); (2) Ácido Fosfórico 35% (HP) esfregado com um micropincel descartável durante 20 segundos (Figura – 3 C e D) seguido de spray de ar e água durante 20 segundos; (3) Álcool 70% (A) esfregado durante 20 segundos com um microaplicador descartável

(Figura – 4 A e B) seguido de spray de ar e água durante 20 segundos; e, (4) Ivoclean (I) esfregado durante 20 segundos com um microaplicador (Figura – 4 C e D) seguido de spray de ar e água durante 20 segundos.

Metade das amostras passaram por uma re-aplicação do agente de ligação silano de acordo com a distribuição das amostras (n=10). Logo após a descontaminação e reaplicação (S), ou não (N) do silano, uma fina camada do adesivo Scotchbond MultiPurpose (3M Oral Care, Saint Paul, Minnesota, Estados Unidos) foi aplicado sobre a superfície da cerâmica e fotoativada durante 20 segundos usando uma fonte LED (Bluephase N - Ivoclar Vivadent), para posteriormente realizar o teste de resistência de união.

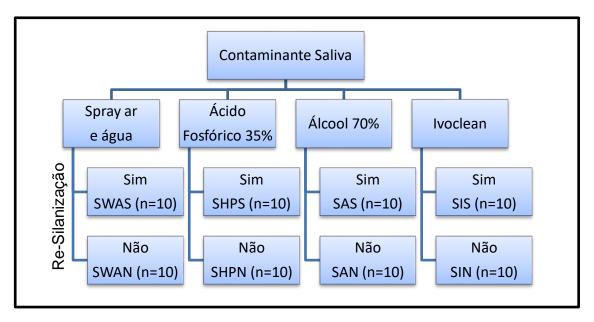


Tabela 2 - Grupos Contaminante Saliva

Legenda: SWAS – Saliva spray de ar e água e re-silanizado, SWAN – Saliva spray de ar e água não re-silanizado, SHPS – Saliva ácido fosfórico e re-silanizado, SHPN – Saliva ácido fosfórico não re-silanizado, SAS – Saliva Álcool 70% e re-silanizado, SAN – Saliva Álcool 70% não re-silanizado, SIS – Saliva Ivoclean e re-silanizado, SIN – Saliva Ivoclean não re-silanizado

Tabela 3 – Grupos Contaminante Sangue

Legenda: BWAS – Sangue spray de ar e água e re-silanizado, BWAN – Sangue spray de ar e água não re-silanizado, BHPS – Sangue ácido fosfórico e re-silanizado, SHPN – Sangue ácido fosfórico não re-silanizado, BAS – Sangue Álcool 70% e re-silanizado, BAN – Sangue Álcool 70% não re-silanizado, BIS – Sangue Ivoclean e re-silanizado, BIN – Sangue Ivoclean não re-silanizado



Figura – 2 A) Saliva sendo depositada sobre a amostra. B) Lanceta sendo empregada para a coleta de sangue. C) Sangue sendo depositado sobre a amostra

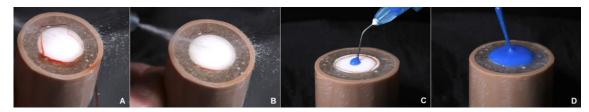


Figura – 3. A e B) Remoção inicial do excesso (A); Contaminante (sangue) seguido de spray de ar água (B); C) Aplicação do ácido fosfórico 35%; D) Ácido Fosfórico sendo esfregado com microaplicador descartável

Figura – 4. A) Álcool 70% sendo aplicado sobre a superfície da cerâmica. B) Álcool 70% sendo esfregado com microaplicador descartável. C e D) Ivoclean sendo depositado e esfregado com microaplicador descartável.

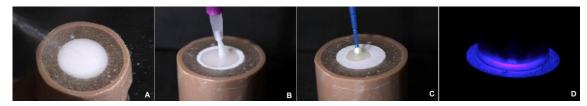


Figura – 5. A) Todas amostras foram lavadas com spray de ar e água após a aplicação do método de limpeza. B) Re-silanização em metade das amostras. C e D) Aplicação e fotopolimerização do adesivo.

## 3.3 Teste de resistência de união pelo microcisalhamento (RUµC)

Moldes de elastômero (Orawash, Zhermack – Badia Polesine, Rovigo, Itália) com 1 mm de espessura e contendo três orifícios em forma de cilindro (1 mm de diâmetro) foram posicionadas e estabilizadas na superfície da cerâmica, permitindo a delimitação da área de união (Figura – 6 A). Os orifícios foram preenchidos com cimento resinoso fotoativado (Variolink Esthetic Neutral, Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein) (Figura – 6 B), sendo que uma tira de poliéster transparente e lâmina de vidro foram colocadas sobre o molde preenchido. A carga de cimentação de 250 g foi aplicada durante dois minutos (Figura – 6 C). A lâmina de vidro foi removida e o cimento resinoso foi fotoativado durante 40 segundos usando uma fonte de LED (Bluephase, Ivoclar Vivadent) (Figura – 6 D). As amostras foram então armazenadas em água deionizada a 37°C durante 24 horas.

Três cilindros foram construídos em cada bloco de cerâmica (Figura – 7A), sendo 30 cilindros testados para cada grupo. Para o teste de resistência de união pelo microcisalhamento, um fio de aço fino (0,2 mm de diâmetro) foi posicionado em torno de cada cilindro e alinhado com a interface de união cerâmica-cimento resinoso (Figura – 7B). O teste de resistência de união pelo microcisalhamento foi realizado em uma máquina de ensaio universal (EMIC DL 500, Emic, São José dos Pinhais, PR, Brasil – Figura – 7 C) à uma velocidade vertical de 1mm/min. As amostras fraturadas

foram calculadas em MegaPascal e classificadas de acordo com os modos de fratura: adesiva; fratura coesiva na cerâmica; coesiva no cimento resinoso; e misto, envolvendo cimento resinoso, cerâmica e compósito.

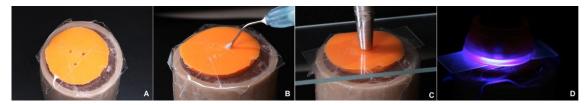


Figura – 6 A) Molde de elastômero posicionado sobre a amostra cerâmica. B) Orifícios sendo preenchidos com cimento resinoso. C) Tira de poliéster e lâmina de vidro posicionados e carga sendo aplicada. D) Fotopolimerização do cimento resinoso.



Figura – 7 A) Cilindros de cimento resinoso. B) Máquina de ensaio universal EMIC DL 500. C) Amostra posicionada na máquina de ensaio com fio de aço em torno do cilindro para teste de resistência de união.

### 3.4 Análise Estatística

Os valores de RUµC foram calculados em Megapascal. Para cada grupo, dez cerâmicas vítreas reforçada por dissilicato de lítio foram testadas e o valor médio dos três cilindros de cimento resinoso foi registrado como a força de união média de cada amostra. A normalidade dos dados foi verificada pelo teste de Shapiro-Wilk.

A comparação entre os 3 grupos controle foi realizada pelo teste ANOVA-1 fator e teste de Tukey. A comparação entre os grupos com diferentes métodos de limpeza contaminados com saliva e sangue separadamente, com e sem comparação com os grupos controle, foi realizada pelo teste ANOVA-1 fator e teste de Tukey. A comparação entre os grupos com e sem reaplicação do silano foi realizada pelo teste t independente.

Os testes estatísticos foram realizados com o software Statistica 10.0 (Statsoft, Tulsa, Oklahoma, EUA) e os dados foram considerados significantes para p<0,05.

## 3.5 Avaliação por Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

Com o objetivo de avaliar a superfície da cerâmica vítrea reforçada por dissilicato de litio após os métodos de limpeza/remoção da saliva ou sangue, amostras representativas de cada grupo (n=1) foram recobertas com uma liga de ouro-paládio (Balzers-SCD 050, Balzers Union, Akitiengeselischaft, Fürstentun, Liechtenstein) durante 120 segundos a 40 mA. Em seguida, os espécimes foram posicionados em dispositivos de alumínio identificáveis e analisados em microscopia eletrônica de varredura (LEO 435 VP, Cambridge, Reino Unido) e operado à 15 Kv por uma única operadora com aumento de 2000x.

## 3.6 Avaliação pelo ângulo de contato

Vinte blocos de cerâmica vítrea reforçada por dissilicato de lítio (8 mm x 8 mm x 3 mm) foram utilizados para a avaliação do ângulo de contato. As superfícies das cerâmicas foram padronizadas/lixadas com lixas d'água de carbeto de silício (granulações 400 e 800; Norton SA, São Paulo, SP, Brasil) em uma politriz automática Metaserv 250 (Buehler, Lake Bluff, Illinois, EUA). As amostras foram aleatoriamente distribuídas em 2 grupos (n=10): (1) grupo HF – somente aplicação de ácido hidrofluorídrico (AF); (2) grupo Silano – aplicação de AF seguido do silano.

Os blocos cerâmicos foram condicionados com ácido hidrofluorídrico 5% (Condac Porcelana 5%, FGM) durante 20 segundos, lavados durante 30 segundos com spray de ar/água e secos com jato de ar (grupo 1). Em seguida, o silano (Monobond N, Ivoclar Vivadent) foi aplicado ativamente com o auxílio de um micropincel sobre a superfície da cerâmica IPS e.max Press durante 15 segundos e deixado reagir por mais 60 segundos, seguido da volatilização do solvente por 60 segundos com jato de ar (grupo 2). Em seguida, as amostras foram levadas para o

ensaio de ângulo de contato em um goniômetro (Digidrop Contact Angle Meter; GBX, Bourg de Peage, France).

Uma gota de água deionizada (V=5  $\mu$ L) foi dispensada perpendicularmente sobre a superfície da cerâmica e após 5 segundos, o ângulo de contato formado foi mensurado por um goniômetro e os dados foram fornecidos pelo software acoplado ao goniômetro.

Para a análise estatística dos ângulos de contato, os dados foram submetidos à ANOVA de 1 fator, seguido pelo teste de Tukey (p<0,05).

## 4 RESULTADOS

## **4 RESULTADOS**

## 4.1 Resistência de união pelo microcisalhamento (RUμC)

De acordo com a Tabela 4, os contaminantes (saliva e sangue), quando não removidos, diminuíram os valores de resistência de união, diferenciando-se estatisticamente do grupo controle não contaminado (p<0,05).

Tabela 4. Resultados da comparação entre os grupos controles sem contaminação e contaminados com sangue e saliva ± desvio padrão (DP)

Grupos/Métodos de limpeza	Contaminante	Resistência de união (MPa) ± DP	p
Controle	Sem	18,7 ± 4,9 A	
Controle Negativo	Saliva	12,3 ± 4,1 B	0.000*
Controle Negativo	Sangue	10,8 ± 3,8 B	

<sup>\*</sup> Estatisticamente significante para p<0,05

Teste ANOVA a um critério de seleção e teste de Tukey

Letras diferentes indicam a presença de diferença estatisticamente significante entre os grupos.

Considerando a contaminação por saliva, os métodos de limpeza (spray ar/água, ácido fosfórico, álcool, Ivoclean) foram estatisticamente semelhantes entre si, sendo que todos foram eficazes em reestabelecer a resistência de união proporcionada pelo grupo controle que não foi contaminado (p<0,05) (Tabela 5).

Para os grupos contaminados com sangue, o método de limpeza Ivoclean foi estatisticamente semelhante aos métodos spray ar/água e ácido fosfórico (p>0,05); sendo o Ivoclean estatisticamente superior ao método de limpeza com álcool (p<0,05). No entanto, somente o método de limpeza utilizando o Ivoclean foi capaz de reestabelecer a resistência de união, sendo estatisticamente semelhante ao grupo controle não contaminado (p<0,05) (Tabela 5).

Grupos/Métodos de	Contaminação Saliva	Contaminação Sangue				
Limpeza	Resistência de união ± DP	Resistência de união ± DP				
Spray ar/água	16,6 ± 5,7 A	15,2 ± 5,2 AB				
Ácido fosfórico	15,5 ± 6,1 A	15,3 ± 4,5 AB				
Álcool	15,8 ± 5,9 A	13,9 ± 5,9 A				
Ivoclean	16 ± 5,8 A	16,8 ± 5,2 BC				
Sem contam./	18,7 ± 4,9 A	18,7 ± 4,9 C				
Com contam./ controle neg. (s/limpeza)	12,3 ± 4,1 B	10,8 ± 3,8 D				
р	0.001*	0.000*				

<sup>\*</sup> Estatisticamente significante para p<0.05

Teste ANOVA a um critério de seleção e teste de Tukey

Letras diferentes na mesma coluna indicam a presença de diferença estatisticamente significante entre os grupos.

A reaplicação do silano após os métodos de limpeza resultou em queda nos valores de resistência de união quando aplicados após a contaminação com saliva e submetido ao método de limpeza com spray de ar/água (p<0,05) (Tabela 6). Quando o contaminante sangue foi submetido ao método de limpeza com ácido fosfórico e álcool, a reaplicação do silano também diminuiu os valores de resistência de união (p<0,05). Nos demais grupos, a reaplicação do silano não resultou em maiores valores de resistência de união, qualquer que seja o contaminante ou método de limpeza realizado (p>0,05).

Tabela 6. Resultados da comparação entre os grupos com diferentes métodos de limpeza contaminados com saliva e sangue separadamente, com e sem reaplicação de silano

Grupos/ Métodos de Limpeza	Sa	aliva		Sangue			
Reaplic.	Sim	Não	p p	Sim	Não	- р	
silano	Resist. Resist. união união ± DP ± DP		-	Resist. Resist. união ± DP		_	
Spray ar/água	15 ± 5,5	18,1 ± 5,6	0.035*	15,3 ± 5	15,2 ± 5,5	0.969	
Ácido fosfórico	16,4 ± 6,5	$14,6 \pm 5,7$	0.268	14 ± 4,5	$16,6 \pm 4,2$	0.022*	
Álcool	16,1 ± 5,4	$15,4 \pm 6,4$	0.618	12,5 ± 5,6	$15,3 \pm 4,6$	0.040*	
Ivoclean	16,8 ± 5,9	$15,2 \pm 5,6$	0.269	$17,4 \pm 6,2$	$16,2 \pm 3,9$	0.395	

<sup>\*</sup> Estatisticamente significante para p<0,05

Teste t independente

## 4.2 Análise do padrão de fratura

A análise dos padrões de fratura foi realizada e as falhas foram classificadas como: adesiva, coesiva em cerâmica, coesiva em cimento e mista. Os resultados das análises dos padrões de fratura estão representados na Tabela 7. Não houve influência dos métodos de limpeza e re-aplicação do silano na distribuição dos padrões de fratura. A falha adesiva totalizou 96,9%, 2,6% foi classificado como falha coesiva no cimento resinoso, e 0,5% falha mista. Não foram observadas falhas coesiva na cerâmica.

Tabela 7 – Distribuição do padrão de fratura por grupo (número quantitativo por grupo seguido pela %).

Padrão de Fratura										
Grupos			Adesiva		Coesiva em cerâmica		Coesiva em cimento		Mista	
Armazenado por 24Hr										
Grupo Controle sem contaminação	HF 5% + Silano + Adesivo + Cimento	26	86,67%	0	0,00%	3	10,00%	1	3,33%	
Grupo Controle Negativo Sangue	HF 5% + Silano+ Sangue + Adesivo + Cimento	30	100,00%	0	0,00%	0	0,00%	0	0,00%	
Grupo Controle Negativo Saliva	HF 5% + Silano+ Saliva + Adesivo + Cimento	30	100,00%	0	0,00%	0	0,00%	0	0,00%	
BWAS	HF 5% + Silano + Sangue + Ar e Agua + Silano + Adesivo + Cimento	29	96,67%	0	0,00%	0	0,00%	1	3,33%	
BWAN	HF 5% + Silano + Sangue + Ar e Agua + Adesivo + Cimento	29	96,67%	0	0,00%	1	3,33%	0	0,00%	
SWAS	HF 5% + Silano + Saliva + Ar e Agua + Silano + Adesivo + Cimento	27	90,00%	0	0,00%	3	10,00%	0	0,00%	
SWAN	HF 5% + Silano + Saliva + Ar e Agua + Adesivo + Cimento	30	100,00%	0	0,00%	0	0,00%	0	0,00%	
BHPS	HF 5% + Silano + Sangue + H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub> 35% + Silano + Adesivo + Cimento	30	100,00%	0	0,00%	0	0,00%	0	0,00%	
BHPN	HF 5% + Silano + Sangue + H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub> 35% + Adesivo + Cimento	29	96,67%	0	0,00%	1	3,33%	0	0,00%	
SHPS	HF 5% + Silano + Saliva + H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub> 35% + Silano + Adesivo + Cimento	27	90,00%	0	0,00%	3	10,00%	0	0,00%	
SHPN	HF 5% + Silano + Saliva + H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub> 35% + Adesivo + Cimento	29	96,67%	0	0,00%	1	3,33%	0	0,00%	
BAS	HF 5% + Silano + Sangue + Álcool 70 + Silano + Adesivo + Cimento	30	100,00%	0	0,00%	0	0,00%	0	0,00%	
BAN	HF 5% + Silano + Sangue + Álcool 70 + Adesivo + Cimento	30	100,00%	0	0,00%	0	0,00%	0	0,00%	
SAS	HF 5% + Silano + Saliva + Álcool 70 + Silano + Adesivo + Cimento	30	100,00%	0	0,00%	0	0,00%	0	0,00%	
SAN	HF 5% + Silano + Saliva + Álcool 70 + Adesivo + Cimento	30	100,00%	0	0,00%	0	0,00%	0	0,00%	
BIS	HF 5% + Silano + Sangue + Ivoclean + Silano + Adesivo + Cimento	28	93,33%	0	0,00%	2	6,67%	0	0,00%	
BIN	HF 5% + Silano + Sangue + Ivoclean + Adesivo + Cimento	30	100,00%	0	0,00%	0	0,00%	0	0,00%	
SIS	HF 5% + Silano + Saliva + Ivoclean + Silano + Adesivo + Cimento	29	96,67%	0	0,00%	1	3,33%	0	0,00%	
SIN	HF 5% + Silano + Saliva + Ivoclean + Adesivo + Cimento	29	96,67%	0	0,00%	0	0,00%	1	3,33%	
		552	96,84%	0	0,00%	15	2,63%	3	0,53%	

## 4.3 Microscopia eletrônica de varredura

As imagens resultantes da análise de microscopia eletrônica de varredura estão nas Figuras 8, 9, 10 e 11. A superfície não contaminada e condicionada com ácido hidrofluorídrico 5% evidenciou a remoção da fase vítrea e exposição dos cristais de dissilicato de lítio (Figura 8). Contaminantes (saliva ou sangue) foram encontrados na superfície quando não foram submetidos à nenhum método de limpeza (Figura 9). Os métodos de remoção da saliva ou sangue (spray ar e água, ácido fosfórico, álcool ou lvoclean) foram capazes em remover os contaminantes e promover uma superfície limpa (Figuras 10 e 11).

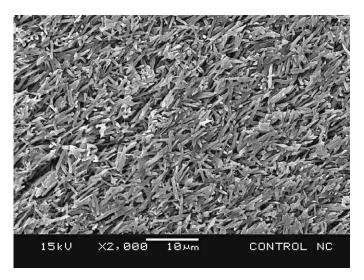


Figura 8 – Grupo controle: superfície de EMX condicionada com ácido hidrofluorídrico 5% durante 20 segundos e sem contaminação.

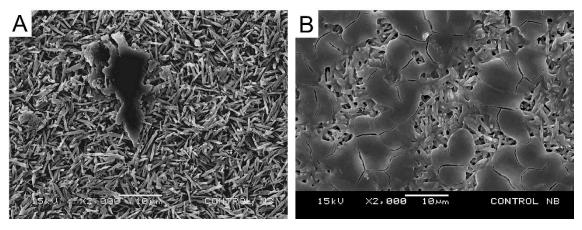


Figura 9 – Grupos controle negativo: A – superfície contaminada com saliva; B: superfície contaminada com sangue.

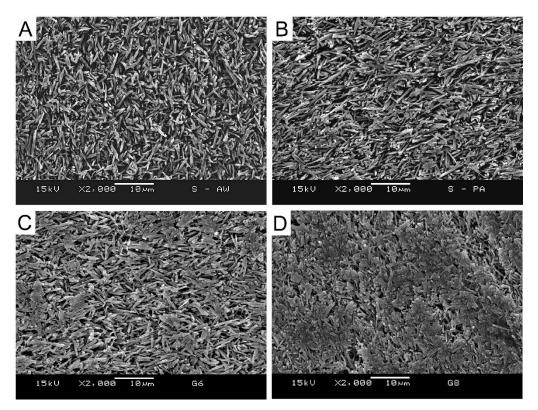


Figura 10 – Superfície após contaminação com saliva e submetida aos métodos de limpeza: A – spray de ar e água; B – aplicação de ácido fosfórico 35%; C – aplicação de álcool 70%; D – aplicação do produto Ivoclean.

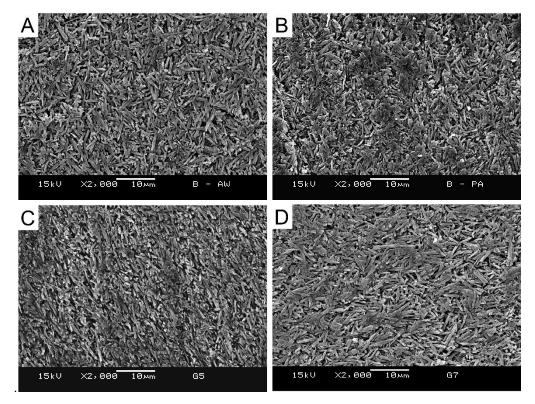


Figura 11 – Superfície após contaminação com sangue e submetida aos métodos de limpeza: A – spray de ar e água; B – aplicação de ácido fosfórico 35%; C – aplicação de álcool 70%; D – aplicação do produto Ivoclean.

## 4.4 Ângulo de contato

Quanto à análise dos resultados do ângulo de contato, o menor valor foi encontrado para o grupo HF (1), sendo estatisticamente diferente do grupo Silano (2) (p<0,05) (Tabela 8). O maior ângulo de contato foi encontrado para o grupo silano (2), sendo estatisticamente superior (p<0,05). A Figura 12 ilustra as imagens representativas de cada grupo.

Tabela 8. Resultados da comparação intergrupos do ângulo de contato.

	Controle HF Média ± DP	Controle silano Média ± DP	Р
Ângulo de	13.14°	67.96°	0.000*
contato	± 3.67 A	± 5.92 B	0.000*

<sup>\*</sup> Estatisticamente significante para p<0.05. Letras diferentes na mesma linha indicam a presença de diferença estatisticamente significante entre os grupos.

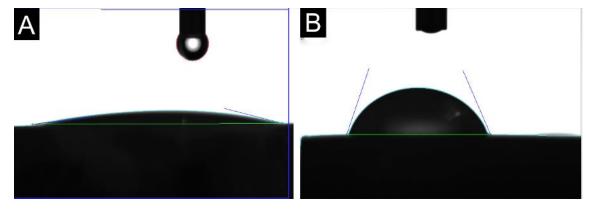


Figura 12 – Imagens representativas da avaliação do ângulo de contato dos grupos testados: (A) após aplicação do ácido hidrofluorídrico (controle negativo); (B) após aplicação do ácido hidrofluorídrico + silano (controle positivo).

## **5 DISCUSSÃO**

#### 5 DISCUSSÃO

A possível contaminação por saliva e/ou sangue é um considerável problema clínico principalmente quando as margens do preparo se encontram em área subgengival, tornado o uso do isolamento absoluto com dique de borracha inviável (DE CARVALHO MENDONÇA et al., 2010). Esta contaminação durante os procedimentos de teste intra-oral pode prejudicar a qualidade da resistência de união entre cerâmicas odontológicas e cimento resinoso (LYANN et al., 2019; PHARK et al., 2009); sendo assim, há a orientação de se provar a cerâmica no substrato dental antes do tratamento de superfície da peça (ROULET; SÖDERHOLM; LONGMATE, 1995). No entanto, em alguns casos, as restaurações são testadas após aplicação do ácido hidrofluorídrico e/ou silano, por exemplo, quando entregue tratados pelo laboratório de prótese (NIKOLAUS; WOLKEWITZ; HAHN, 2013) ou quando a equipe de atendimento clínico trata as peças anteriormente à consulta de instalação (LYANN et al., 2019) para otimização do tempo, reduzindo a sessão clínica a somente provar, ajustar se necessário, cimentar as restaurações cerâmicas e finalizar com o acabamento e ajuste oclusal. Sendo assim, objetivamos avaliar a influência de métodos de limpeza da superfície após a aplicação do silano, procedimento que ainda não foi pesquisado profundamente.

A saliva é constituída principalmente por água (99,4%) com uma pequena porcentagem de sólidos (0,6%). Os sólidos são composto de: macromoléculas como proteínas, açúcares glicoprotéicos e amilase; partículas inorgânicas como cálcio, sódio e cloreto; e partículas orgânicas como uréia, aminoácidos, ácidos graxos e glicoses, além bactérias e resíduos alimentares (EIRIKSSON et al., 2004a; YANG et al., 2008). As proteínas salivares adsorvem na superfície dos materiais restauradores, assim como ocorre na superfície do dente (YANG et al., 2008), criando um filme orgânico residual fino e invisível, impedindo a adequada interação micromecânica entre a superfície cerâmica condicionada e silanizada com o cimento resinoso. Essa condição justifica (Figura 9A) a diminuição dos valores de resistência de união (ABOUSH, 1998; ISHII et al., 2015; YOSHIDA, 2019), tal como observado no presente estudo em que houve diferença estatística significante entre o grupo controle (18.7

MPa) e o grupo controle negativo saliva (12.3 MPa), queda aproximada de 34% (Tabela 4).

O sangue é composto por 55% de plasma, 1% de células brancas e plaquetas e 45% de células de vermelhas, sendo que a constituição do plasma sanguíneo é de 91% de água e o restante são proteínas, hormônios, nutrientes e eletrólitos (AMABIS; MARTHO, 2009). Phark et al. 2009 verificaram por meio de análise ultraestrutural (XPS) que a contaminação sanguínea deixou uma complexa camada de proteínas cobrindo as microporosidades da superfície de uma zircônia modificada (PHARK et al., 2009). Isso também foi observado em nossas imagens de microscopia eletrônica de varredura (Figura 9B), sendo possivelmente essa camada de contaminação a responsável pela redução nos valores de resistência de união do grupo controle negativo sangue (10.8 MPa) (queda aproximada de 42%) (Tabela 4) por impedir o adequado embricamento mecânico do cimento resinoso à cerâmica, também como a adequada interação química entre silano e adesivo/cimento resinoso. Corroborando com os resultados do presente estudo, outros autores demonstraram que a contaminação por sangue causa uma grande diminuição na resistência de união entre incrementos de resina durante uma restauração de resina (EIRIKSSON et al., 2004b) e entre o cimento resinoso e a dentina (KILIC et al., 2013).

A aplicação do agente de acoplamento silano desempenha um papel importante para um vínculo duradouro entre a cerâmica vítrea e cimento resinoso (MORENO; MURILLO-GÓMEZ; DE GOES, 2019; SATTABANASUK et al., 2017; TIAN et al., 2014). Grupos funcionais hidrolisáveis da molécula do silano reagem aos grupos hidroxila da superfície de substratos inorgânicos (cerâmica), criando uma ligação siloxano (Si-O-Si). O grupo funcional orgânico não hidrolisável da molécula do silano contendo uma ligação dupla C=C polimeriza-se com monômeros compostos de resina contendo ligações duplas (GARBOZA et al., 2016; MATINLINNA; VALLITTU, 2007). Os silanos são depositados em filmes finos, como resultado da silanização: um filme de siloxano tridimensional hidrofóbico e ramificado será formado (MATINLINNA; VALLITTU, 2007).

SATTABANASUK et al. 2017 avaliaram o efeito da silanização por meio da determinação de hidrofilicidade/hidrofobicidade da superfície cerâmica com medidas de ângulo de contato. Inicialmente, os ângulos de contato com a água nas superfícies

da cerâmica vítrea condicionada com ácido hidrofluorídrico e não silanizadas eram muito baixos, representando um estado hidrofílico. Porém, o tratamento com o silano exibiu ângulos de contato mais altos que as superfícies cerâmicas não silanizadas, tornando a superfície que era hidrófila em hidrófoba, sendo que o maior valor do ângulo de contato foi encontrado no grupo que havia recebido o condicionamento com ácido hidrofluorídrico seguido de silanização (SATTABANASUK et al., 2017). Esses resultados estão de acordo com os resultados do presente estudo, uma vez que verificamos maiores ângulos de contato nas superfícies que receberam o tratamento com o silano em relação às amostras que haviam sido somente condicionadas com o ácido hidrofluorídrico (Tabela 8 e Figura 12). Assim, na presente dissertação, utilizouse amostras previamente silanizadas, pois supomos que a mudança provocada pela ação do silano em uma superfície que era hidrofílica para hidrofóbica não permitiria que os contaminantes se aderissem fortemente à esta superfície, facilitando a remoção dos contaminantes dessa superfície pelos métodos de limpeza. Isso ocorre porque a energia superficial da cerâmica é aumentada após o condicionamento com ácido hidrofluorídrico, assim essa alta energia tende a formar ligações com outros átomos que estão próximos, gerando ângulos de contato baixos. Após a aplicação do silano, a energia de superfície da cerâmica é reduzida, porque as moléculas do silano se ligam à esta superfície, consequentemente as medições de ângulo são maiores (MORENO; MURILLO-GÓMEZ; DE GOES, 2019) Estudos prévios já verificaram que a silanização antes da contaminação demonstra que os resultados de resistência de união podem ser restaurados por não permitir que filme salivar se adira à superfície (ABOUSH, 1998; MARFENKO et al., 2020).

A utilização de spray de ar e água, ácido fosfórico, álcool 70% e Ivoclean no presente estudo foram escolhidos, com exceção do Ivoclean, porque são produtos facilmente encontrados nos consultórios odontológicos e que já foram testados em outros estudos com superfícies de cerâmica previamente contaminadas com saliva ou sangue (ALNASSAR et al., 2017; BORGES et al., 2017; LAPINSKA et al., 2019; LYANN et al., 2019; NIKOLAUS; WOLKEWITZ; HAHN, 2013; PHARK et al., 2009). No presente estudo, o spray de ar/água mostrou-se eficaz em remover a saliva depositada sobre a cerâmica e, assim, reestabelecer a resistência de união ao nível do grupo controle (Tabela 5). Este resultado indica que a saliva adsorvida na superfície da cerâmica previamente silanizada foi facilmente destacada pelo jato de ar/água. Um

estudo comparativo do efeito da silanização antes da contaminação por saliva verificou que o enxague com água da seringa tríplice por 15 segundos restaurou a força adesiva nas amostras que haviam recebido a aplicação do silano, mas nas amostras que não foram silanizadas este método de limpeza não foi eficaz, confirmando que a silanização antes da contaminação mostrou um efeito protetor para a superfície da cerâmica (MARFENKO et al., 2020). Para remoção da contaminação por saliva, os resultados do presente estudo corroboram os achados de Marfenko et al. 2020, uma vez que os autores constataram que, independentemente do método de limpeza por eles utilizados, água, álcool 80%, ácido fosfórico 37% e gel de limpeza experimental à base de óxido de zircônio e hidróxido de sódio mostraram-se efetivos para restabelecer a resistência de união comparável com o grupo controle não contaminado quando as amostras foram silanizadas previamente à contaminação (MARFENKO et al., 2020).

No entanto, a remoção da contaminação por sangue com o spray de ar/água melhorou os valores de resistência de união em comparação com o grupo controle negativo sangue, mas não o suficiente para restabelecer estatisticamente a união em relação ao grupo controle não contaminado (Tabela 5). Takefu et al. 2012 avaliaram a influência da contaminação sanguínea sobre a adesão em dentina e constataram que ao lavar com spray de ar/água os contaminantes do sangue eram removidos, mas os túbulos dentinários permaneciam obstruídos, indicando que componentes do sangue podem estar fortemente ligados a camada superficial, inibindo assim a infiltração de monômeros na dentina e reduzindo notavelmente a força de união (TAKEFU et al., 2012). O fato do sangue se ligar fortemente à superfícies após alguns segundos pode ser a explicação pelos valores de resistência mais baixos observados no grupo que foi limpo com spray de ar/água do presente estudo, mesmo que a imagem da microscopia eletrônica de varredura tenha mostrado uma superfície mais limpa (Figura 11A). Porém, estes resultados estão em desacordo com o encontrado por Eiriksson et al. 2004 que ao avaliarem a contaminação por sangue entre incrementos de resina, os mesmo constataram que enxaguar com água restaurou a resistência de união significativamente (EIRIKSSON et al., 2004).

O mecanismo de ação do ácido fosfórico não é claramente conhecido, mas postula-se que o mesmo penetre no filme salivar, permitindo a remoção deste filme salivar pelo spray de ar e água (ABOUSH, 1998). A capacidade observada no

presente estudo do ácido fosfórico em remover o filme salivar da superfície cerâmica está compatível com estudos anteriores (BORGES et al., 2017; KLOSA et al., 2009). No entanto, Alnassar et al. 2017 verificaram que o ácido fosfórico e o álcool 96% não foram eficazes para remover a contaminação por saliva. Em seus estudos, estes autores não aplicaram o silano previamente à contaminação para proteger e tornar hidrófoba a superfície da cerâmica vítrea reforçada por dissilicato de lítio (ALNASSAR et al., 2017). Esse resultado contraria o presente estudo, uma vez que esfregar o álcool 70% mostrou-se estatisticamente eficaz para limpar a contaminação por saliva e restabelecer os valores de resistência de união (Tabela 5). Agora, não sabemos se o que removeu a saliva foi a ação química do álcool 70% ou a ação mecânica de se esfregar o mesmo com um microaplicador durante 20 segundos sobre a superfície da cerâmica contaminada, ou também a ação do spray de ar/água que foi usado após cada um dos métodos de limpeza, visto que somente o spray de ar/água também foi efetivo para remover o filme salivar contaminante.

A influência negativa da contaminação por sangue na resistência de união às cerâmicas pode ser atribuído ao alto teor de proteínas que juntamente com macromoléculas como fibrinogênio e plaquetas, formam um filme na superfície da cerâmica, da mesma forma que ocorre na dentina, obstruindo a penetração do irregularidades e microporosidades (DE adesivo/cimento nas MENDONÇA et al., 2010; KILIC et al., 2013) formadas na superfície da cerâmica pela ação do ácido hidrofluorídrico. Podemos verificar por meio das imagens de microscopia eletrônica de varredura (Figura 9 A e B) que a contaminação pelo sanque formou um filme muito mais complexo que a saliva, sendo quase impossível visualizar a presença dos cristais de dissilicato de lítio. Essa barreira maior que a da saliva é devido à diferença no tipo e quantidade de elementos orgânicos e inorgânicos (TANEJA; KUMARI; BANSAL, 2017). As imagens de microscopia eletrônica de varredura (figuras 11 A, B e C) demonstram que os métodos de limpeza spray ar/água, ácido fosfórico e álcool 70% removeram o filme de sangue em comparação com a imagem da superfície que não recebeu nenhum método de limpeza (Figura 9 B). Dessa forma, a limpeza com spray ar/água, ácido fosfórico e álcool 70% melhoraram os valores de RUµC nas amostras contaminadas com sangue, mas não ao ponto de restabelecer os valores comparáveis com o grupo controle não contaminado (Tabela 5).

O Ivoclean é uma pasta de limpeza universal composta por uma solução hipersaturada de partículas de óxido de zircônio e hidróxido de sódio (ALNASSAR et al., 2017; BLANC; CARVALHO; ELIAS, 2019; YOSHIDA, 2019). As partículas de óxido de zircônio reagem com a saliva, tornando a superfície limpa. Já o hidróxido de sódio que tem a capacidade de dissolver proteínas e também denotar uma superfície cerâmica limpa. Outros autores já testaram este produto previamente (BLANC; CARVALHO; ELIAS, 2019; BORGES et al., 2017; YOSHIDA, 2019) e, como no presente estudo, também obtiveram resultados satisfatórios para a limpeza de superfícies contaminadas por saliva. Também podemos verificar que o Ivoclean foi único método capaz de remover a contaminação por sangue e restabelecer valores de resistência de união comparáveis com o grupo controle (Tabela 5). Acreditamos que a eficácia do Ivoclean em restabelecer os valores de resistência de união das amostras contaminadas com sangue deu-se pela capacidade do hidróxido de sódio em dissolver as proteínas constituintes e o enxague subsequente pode as remover da superfície cerâmica (BOCK; ÖZCAN, 2015; BORGES et al., 2017).

Segundo as instruções do fabricante, após a limpeza com Ivoclean, deve ser reaplicado o agente de ligação (silano) em todas as superfícies que foram previamente preparadas e silanizadas (IVOCLAR VIVADENT AG, [s.d.]). Neste estudo, os resultados mostraram que reaplicar o silano após os métodos de limpeza não exibiu diferenças estatísticas quando a resistência de união foi avaliada nos grupos SHPS, SAS, SIS, BWAS e BIS (Tabela 6). No entanto, re-silanizar diminuiu os valores de resistência de união nos grupos BHPS, BAS e SWAS. Estes resultados estão em desacordo com o estudo de Nikolaus et al., 2013, que demostrou que re-silanizar após a descontaminação da superfície cerâmica aumentou os valores de resistência de união. Apesar de não ter nenhum efeito deletério neste estudo, os próprios autores citam que múltiplas camadas, ou camadas muito espessas de silano, podem ter um efeito negativo na força de união (NIKOLAUS; WOLKEWITZ; HAHN, 2013), pelo fato de que se o filme de siloxano for muito espesso pode levar a uma falha coesiva (MATINLINNA; VALLITTU, 2007). Siqueira et al., 2019 relata que após o condicionamento com o Monobond Etch & Prime, que é um primer cerâmico auto condicionante, os grupos hidroxilas livres são todos consumidos pelo metacrilato de trimetoxipropil (silano) presente na composição do produto, não deixando assim grupos hidroxila livres para interação com uma nova camada de silano.

É anseio da equipe clínica que não ocorra contaminação da superfície cerâmica ao executar a cimentação adesiva de restaurações. No entanto, caso venha ocorrer, prefere-se que esta contaminação seja após as peças terem sido previamente silanizadas, pois neste estudo, diferente de estudos que testaram a contaminação antes da silanização (KLOSA et al., 2009; LYANN et al., 2019), todos os métodos de limpeza testados se mostraram eficazes para remover a saliva e restabelecer os valores de resistência de união comparáveis com o grupo controle não contaminado. Para contaminação com sangue, segundo os resultados obtidos nesta pesquisa, é recomendável a utilização do Ivoclean para se obter uma forte resistência de união entre cerâmica vítrea e cimento resinoso. Estudos futuros deverão propor modificações nos protocolos de limpeza da superfície, como aumentar o tempo de aplicação do spray de ar/água para superfícies contaminadas com sangue. Deverão também realizar testes de envelhecimento em água e mecânico para avaliar a qualidade e durabilidade da união após os diferentes métodos de limpeza da superfície.

# 6 CONCLUSÃO

### 6 CONCLUSÃO

Diante dos resultados obtidos neste estudo, podemos concluir que:

- A contaminação com saliva ou sangue prejudica a adesão à cerâmica vítrea reforçada por dissilicato de lítio;
- Todos os métodos de limpeza mostraram-se eficazes para remover contaminação por saliva; porém, para a contaminação com sangue, somente a limpeza com Ivoclean mostrou-se eficaz;
- Re-silanizar não apresentou diferença estatística significante, sendo que em alguns grupos apresentou queda nos valores de resistência de união.

# REFERÊNCIAS

### **REFERÊNCIAS**

ABOUSH, Y. E. Removing saliva contamination from porcelain veneers before bonding. **The Journal of prosthetic dentistry**, v. 80, n. 6, p. 649–653, 1998.

ALFARO, M. J. et al. Effect of a new salivary-contaminant removal method on bond strength. **General Dentistry**, v. 64, n. 3, p. 51–54, 2016.

ALNASSAR, T. et al. Efficacy of novel cleansing agent for the decontamination of lithium disilicate ceramics: a shear bond strength study. **Journal of Adhesion Science and Technology**, v. 31, n. 2, p. 202–210, 2017.

AMABIS, J. M.; MARTHO, G. R. Biologia das Células. Ed. Moderna, 2009.

BLANC, K. G. N. F.; CARVALHO, D. T. DE; ELIAS, C. N. Influência do método de limpeza da zircônia na adesão da prótese após a contaminação com saliva. **Revista de Odontologia da UNESP**, v. 48, p. 1–10, 2019.

BLATZ, M. B.; DENT, M.; SADAN, A. Ceramic bonding lit rev.pdf. **The Journal of Prosthetic Dentistry**, v. 89, n. 3, p. 268–274, 2003.

BOCK, T.; ÖZCAN, M. Protocol for removal of clinically relevant contaminants from glass ceramic-based restorations. **Journal of Adhesive Dentistry**, v. 17, n. 5, p. 474-475, 2015.

BORGES, A. L. S. et al. Can Cleansing Regimens Effectively Eliminate Saliva Contamination from Lithium Disilicate Ceramic Surface? **The European Journal of Prosthodontics and Restorative Dentistry**, v. 25, n.1, p. 9 - 14, 2017.

DE CARVALHO MENDONÇA, E. C. et al. Influence of Blood Contamination on Bond Strength of a Self-Etching System. **European Journal of Dentistry**, v. 04, n. 03, p. 280–286, 2010.

EIRIKSSON, S. O. et al. Effects of saliva contamination on resin-resin bond strength. **Dental Materials**, v. 20, n. 1, p. 37–44, 2004a.

EIRIKSSON, S. O. et al. Effects of blood contamination on shear bond strength of self-etching adhesive system. **Dental Materials**, v. 20, n. 1, p. 184–190, 2004b.

GARBOZA, C. S. et al. Influence of surface treatments and adhesive systems on

lithium disilicate microshear bond strength. **Brazilian Dental Journal**, v. 27, n. 4, p. 452–457, 2016.

HÖLAND, W. et al. A comparison of the microstructure and properties of the IPS Empress®2 and the IPS Empress® glass-ceramics. **Journal of Biomedical Materials Research**, v. 53, n. 4, p. 297–303, 2000.

ISHII, R. et al. Influence of surface treatment of contaminated zirconia on surface free energy and resin cement bonding. **Dental Materials**, v. 34, n. 1, p. 91–97, 2015.

IVOCLAR VIVADENT AG, I. S. D. Additional note. **Disponível online:** http://www.ivoclarvivadent.com/en/p/all/products/luting-material/accessories/ivoclean (acessado em 20 de Fevereiro de 2020.), [s.d.].

JEDYNAKIEWICZ, N. M.; MARTIN, N. The effect of surface coating on the bond strength of machinable ceramics. **Biomaterials**, v. 22, n. 7, p. 749–752, 2001.

KELLY, J. R.; BENETTI, P. Ceramic materials in dentistry: historical evolution and current practice. **Australian Dental Journal**, v. 56, n. 1, p. 84–96, 2011.

KILIC, K. et al. Do blood contamination and haemostatic agents affect microtensile bond strength of dual cured resin cement to dentin? **Journal of Applied Oral Science**, v. 21, n. 1, p. 85–91, 2013.

KLOSA, K. et al. The effect of storage conditions, contamination modes and cleaning procedures on the resin bond strength to lithium disilicate ceramic. **The journal of adhesive dentistry**, v. 11, n. 2, p. 127–135, 2009.

LAPINSKA, B. et al. Effect of surface cleaning regimen on glass ceramic bond strength. **Molecules**, v.24, n. 3, p. 1–18, 2019.

LYANN, S. K. et al. Efficacy of Various Surface Treatments on the Bonding Performance of Saliva-contaminated Lithium-Disilicate Ceramics. **The Journal of Adhesive Dentistry**, v. 21, n. 1, p. 51–58, 2019.

MARFENKO, S. et al. Treatment of surface contamination of lithium disilicate ceramic before adhesive luting. **American Journal of Dentistry**, v. 33, n. 1, p. 33 - 38 2020.

MATINLINNA, J. P.; VALLITTU, P. K. Bonding of resin composites to etchable ceramic surfaces - An insight review of the chemical aspects on surface conditioning. **Journal of Oral Rehabilitation**, v. 34, n. 8, p. 622–630, 2007.

MORENO, M. B. P.; MURILLO-GÓMEZ, F.; DE GOES, M. F. Physicochemical and morphological characterization of a glass ceramic treated with different ceramic primers and post-silanization protocols. **Dental Materials**, v. 35, n. 8, p. 1073–1081, 2019.

MOUNAJJED, R.; LAYTON, D. M.; AZAR, B. The marginal fit of E.max press and E.max CAD lithium disilicate restorations: A critical review. **Dental Materials Journal**, v. 35, n. 6, p. 835–844, 2016.

NIKOLAUS, F.; WOLKEWITZ, M.; HAHN, P. Bond strength of composite resin to glass ceramic after saliva contamination. **Clinical Oral Investigations**, v. 17, n. 3, p. 751–755, 2013.

NISHIOKA, G. et al. Fatigue strength of several dental ceramics indicated for CAD-CAM monolithic restorations. **Brazilian Oral Research**, v. 32, p. e53, 2018.

PHARK, J.-H. et al. Influence of contamination and cleaning on bond strength to modified zirconia. **Dental Materials**, v. 25, n. 12, p. 1541–1550, 2009.

PROCHNOW, C. et al. Adhesion to a lithium disilicate glass ceramic etched with hydrofluoric acid at distinct concentrations. **Brazilian Dental Journal**, v. 29, n. 5, p. 492–499, 2018.

ROULET, J. F.; SÖDERHOLM, K. J. M.; LONGMATE, J. Effects of Treatment and Storage Conditions on Ceramic/Composite Bond Strength. **Journal of Dental Research**, v. 74, n. 1, p. 381–387, 1995.

SATTABANASUK, V. et al. Effects of mechanical and chemical surface treatments on the resin-glass ceramic adhesion properties. **Journal of Investigative and Clinical Dentistry**, v. 8, n. 3, p. 1–9, 2017.

SUNDFELD, D. et al. The effect of hydrofluoric acid and resin cement formulation on the bond strength to lithium disilicate ceramic. **Brazilian Oral Research**, v. 32, p. e43, 2018.

SUNDFELD NETO, D. et al. The effect of hydrofluoric acid concentration on the bond strength and morphology of the surface and interface of glass ceramics to a resin cement. **Operative Dentistry**, v. 40, n. 5, p. 470–479, 2015.

TACHIBANA A., CASTANHO G. M., VIEIRA S. N., M. A. B. Influence of blood contamination on bond strength of a self-etching system. **European Journal of Dentistry**, v. 4, n. 3, p. 280–6, 2010.

TAKEFU, H. et al. Infuence of blood contamination before or after surface treatment on adhesion of 4-META/MMA-TBB resin to root dentin. **Dental Materials Journal**, v. 31, n. 1, p. 131–138, 2012.

TANEJA, S.; KUMARI, M.; BANSAL, S. Effect of saliva and blood contamination on the shear bond strength of fifth-, seventh-, and eighth-generation bonding agents: An in vitro study. **Journal of Conservative Dentistry**, v. 20, n. 3, p. 157–160, 2017.

TIAN, T. et al. Aspects of bonding between resin luting cements and glass ceramic materials. **Dental Materials**, v. 30, n. 7, 2014.

XIAOPING, L.; DONGFENG, R.; SILIKAS, N. Effect of etching time and resin bond on the flexural strength of IPS e.max Press glass ceramic. **Dental Materials**, v. 30, n. 12, p. e330–e336, 2014.

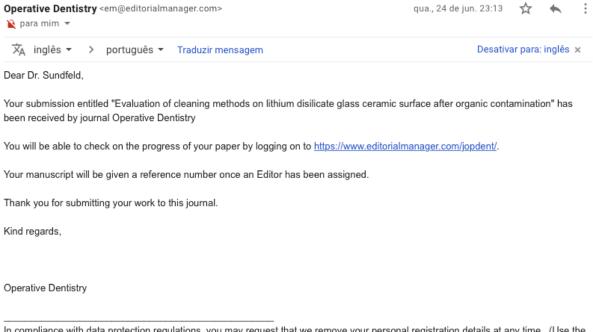
YANG, B. et al. Influence of saliva contamination on zirconia. **Dental Materials**, v. 24, n. 4, p. 508–513, 2008.

YAO, C. et al. Effect of silane pretreatment on the immediate bonding of universal adhesives to computer-aided design/computer-aided manufacturing lithium disilicate glass ceramics. **European Journal of Oral Sciences**, v. 125, n. 2, p. 173–180, 2017.

YOSHIDA, K. Influence of cleaning methods on the bond strength of resin cement to saliva-contaminated lithium disilicate ceramic. **Clinical Oral Investigations**, v. 24, n. 6, 2091 - 2097, 2019.

#### **ANEXOS**

Confirmação da submissão do artigo para periódico internacional, Operative Dentistry, qualis A1.



In compliance with data protection regulations, you may request that we remove your personal registration details at any time. (Use the following URL: <a href="https://www.editorialmanager.com/jopdent/login.asp?a=r">https://www.editorialmanager.com/jopdent/login.asp?a=r</a>). Please contact the publication office if you have any questions.