

**UNIVERSIDADE DE PASSO FUNDO**

**Érlon Grando Merlo**

**COMPORTAMENTO MECÂNICO E  
ADESIVO DE UM COMPÓSITO  
REFORÇADO COM FIBRAS DE VIDRO  
PARA UTILIZAÇÃO COMO SUBSTRATO  
EM TESTES DE LABORATÓRIO**

**Passo Fundo**

**2018**



**Érlon Grando Merlo**

**COMPORTAMENTO MECÂNICO E  
ADESIVO DE UM COMPÓSITO  
REFORÇADO COM FIBRAS DE VIDRO  
PARA UTILIZAÇÃO COMO SUBSTRATO  
EM TESTES DE LABORATÓRIO**

Dissertação apresentada ao programa de Pós-Graduação em Odontologia da Faculdade de Odontologia da UPF, para obtenção do título de Mestre em Odontologia – Área de concentração em Clínica odontológica sob orientação do prof. Dr. Pedro Henrique Corazza.

**Passo Fundo**

**2018**





## PPGOdonto

Programa de Pós-Graduação em Odontologia  
Faculdade de Odontologia - FO

A Comissão Examinadora, abaixo assinada, aprova a Dissertação

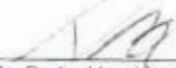
***"comportamento mecânico e adesivo de um compósito  
reforçado com fibras de vidro para utilização como substrato  
em teste de laboratório"***

Elaborado por

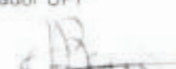
**Érlon Grando Merlo**


Como requisito parcial para a obtenção do grau de Mestre em Odontologia  
– Área de Concentração em Clínica Odontológica

Aprovado em 20/03/2018, pela Comissão Examinadora.

  
\_\_\_\_\_  
Prof. Dr. Pedro Henrique Corazza  
Orientador UPF

  
\_\_\_\_\_  
Prof. Dr. César Dalmolin Bergogli (UFPeL)

  
\_\_\_\_\_  
Prof. Dr. Alvaro Della Bona  
UPF

  
\_\_\_\_\_  
Profa. Dra. Paula Benetti  
Coordenadora do PPGOdonto

CIP – Catalogação na Publicação

---

M565c Merlo, Érlon Grando

Comportamento mecânico e adesivo de um compósito reforçado com fibras de vidro para utilização como substrato em testes de laboratório / Érlon Grando Merlo. – 2018.

142 f. : il. color. ; 21 cm.

Orientador: Prof. Dr. Pedro Henrique Corazza.

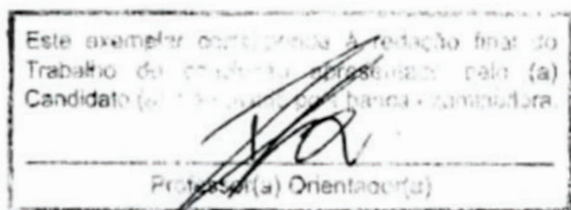
Dissertação (Mestrado em Odontologia) – Universidade de Passo Fundo, 2018.

1. Dentina. 2. Cerâmica odontológica. 3. Materiais dentários.  
I. Corazza, Pedro Henrique, orientador. II. Título.

CDU: 616.314-18

---

Catalogação: Bibliotecária Schirlei T. da Silva Vaz - CRB 10/1364



## **BIOGRAFIA DO AUTOR**

### **Érlon Grando Merlo**

Nascido em 13 de junho de 1991 na cidade de Passo Fundo no Hospital São Vicente de Paulo. Graduado cirurgião dentista (clínico geral) pela Universidade de Passo Fundo (UPF) – RS no dia 16 de janeiro de 2016. Mestrando em Clínica Odontológica pela universidade de Passo Fundo (UPF) – RS (2016 – 2017). Realiza atendimentos como clínico geral em ambiente particular, sendo esta a sua atual atividade profissional.

## **AGRADECIMENTOS**

Agradeço imensamente e em primeiro lugar a Deus, por antes de tudo ter me dado a vida. Não posso deixar de agradecer pelas oportunidades que colocou em meu caminho, fazendo assim, com que eu pudesse estudar e enriquecer meu conhecimento. Por ter colocado em meu caminho pessoas de bom coração e que me ajudaram a concluir mais uma etapa da minha vida, a Ele minha eterna gratidão, pois Ele é o caminho, a verdade e a vida.

Agradecimento especial e com muito amor, devo à minha família. Dedico esta conquista a minha amada mãe Clemair, que não me deixou faltar nada, nem mesmo aquele “abraço de mãe” nos momentos de dificuldades, és o meu exemplo de mulher, guerreira, és minha verdadeira amiga. Também não posso deixar de agradecer ao meu pai Érico, que também me apoiou e me ajudou a concluir esta etapa, e que apesar das nossas diferenças, sempre aprendo com ele. À minha irmã Débora, que mesmo nos momentos de discórdia, tenho a certeza que orou e torceu por mim. A eles meu eterno amor, respeito e gratidão.

Não posso deixar de aqui agradecer meu orientador Pedro Henrique Corazza, que além de ser meu professor, se tornou um amigo especial, o qual levarei para a vida toda. Obrigado por compartilhar teu conhecimento para a conclusão deste projeto, confiar na minha capacidade



para poder trabalhar com teu grupo, és um profissional e uma pessoa que admiro e tenho como exemplo.

Agradecimento especial ao professor Carlos Roberto Lago, mais conhecido pelo apelido de “Lagão”. Um profissional que admiro e um amigo que se estende para fora do ambiente clínico e acadêmico. Obrigado por ser um verdadeiro professor, que incentiva, cobra e que nos ensina permanentemente. És um verdadeiro mestre quando se trata de odontologia. Obrigado por confiar em mim e sempre me receber de braços abertos em sua casa, e lembrado desta, estendo os meus agradecimentos a todos da família Lago.

Agradecimento o qual não pode faltar é ao professor Álvaro Della Bona. Tivemos um contato mais próximo no mestrado, onde já foi o suficiente para eu admirá-lo e respeitá-lo. Me ajudastes e confiastes em mim quando precisei, sinto-me honrado por ter sua amizade e pelas risadas que tivemos nos corredores do terceiro andar da FOUPF.

Também não posso deixar de agradecer a Universidade de Passo Fundo, por me proporcionar facilidade de estudo, e que, por possuir uma estrutura impecável e parceiras, proporcionou a conclusão deste projeto. Agradecimentos aos funcionários da Faculdade de Odontologia pela amizade e em especial a Fabi e a Alessandra, secretárias do PPGOdonto, pela amizade e apoio incondicional nos momentos de dificuldades. Estendo também os agradecimentos aos funcionários da Faculdade de Engenharia Mecânica da UPF, que direta ou indiretamente me ajudaram na realização deste projeto.

Agradeço à empresa “Isocompósitos” por gentilmente fornecer e colaborar o material para este projeto, em especial ao Antônio, gerente

desta empresa, por toda a atenção e colaboração para o bom andamento e desenvolvimento desta pesquisa.

Agradecimento mais que especial ao “seu” Luis Aelto e “dona” Cláudia e também a todos da família. Família esta que por muitas vezes me incentivou, aconselhou e apoiou nesta caminhada em busca do conhecimento. Sou imensamente grato pelos momentos de alegria que me proporcionaram, os quais, jamais esquecerei. Grato também pela amizade, carinho e conselhos de vida durante esta conquista, esta que por sua vez, também dedico a vocês.

Agradeço à família Dall’Acqua, tio Gringo (Eliezer), tia Dirce, Diogo (Dioguinho), Analu, Luigi, Diulia, Douglas, Cris, Alexia, grato pela amizade, apoio e orações. Tenho orgulho em dizer que fiz e faço parte da “família Gringo”.

Agradeço também ao professor Jason Griggs e a University Mississippi Medical Center pela colaboração neste estudo, sem eles, a dificuldade para realizar alguns testes existiria plenamente. Estendo também os agradecimentos aos meus colegas e amigos de mestrado, que direta ou indiretamente me ajudaram nesta conquista.

A todos que aqui também não foram citados, mas que de alguma forma participaram para a conclusão deste projeto, MUITO OBRIGADO!

*“... e bem lá no fim de tudo, começo de outro lugar, será como  
Deus quiser, como o destino mandar...”  
No rastro da lua cheia - Almir Sater*

## SUMÁRIO

LISTA DE ABREVIATURAS .....	13
LISTA DE FIGURAS .....	14
LISTA DE TABELAS .....	15
LISTA DE GRÁFICOS.....	16
RESUMO.....	17
ABSTRACT .....	19
1. INTRODUÇÃO .....	21
2. REVISÃO DE LITERATURA .....	24
2.1 Propriedades mecânicas da dentina humana e materiais utilizados como substrato.....	24
2.1.1 Dentina Humana .....	24
2.1.2 Utilização das resinas compostas como substrato.....	28
2.1.3 Utilização de substratos a base de polímero reforçado por fibras de vidro .....	32
2.1.4 Substratos metálicos.....	37
2.1.5 Propriedade mecânicas do CRFV obtido pelo processo de pultrusão .....	39
2.2 Caracterização dos materiais para seu uso clínico.....	42
2.3 Teste de microtração para cerâmicas odontológicas.....	45
2.4 Teste de compressão para cerâmicas odontológicas.....	48
3. PROPOSIÇÃO.....	51
3.1 Objetivo Geral .....	51
3.2 Objetivos Específicos .....	51
4. MATERIAIS E MÉTODOS .....	53
4.1 Avaliação da densidade ( $\rho$ ), módulo de elasticidade ( $E$ ) e razão de Poisson ( $\nu$ ).....	53
4.1.1 Densidade ( $\rho$ ) .....	55
4.1.2 Módulo de Elasticidade ( $E$ ) e Razão de Poisson ( $\nu$ ).....	56
4.2 Dureza Knoop ( $HK$ ) .....	57

4.3	Análise topográfica quantitativa (rugosímetro) e qualitativa (MEV) .....	58
4.4	Avaliação da resistência de união à restauração (ensaio de microtração).....	59
4.5	Avaliação da carga de fratura (teste de compressão) .....	65
5.	RESULTADOS .....	67
5.1	Densidade, Módulo Elástico e Razão de Poisson .....	67
5.2	Análise topográfica, rugosidade superficial e dureza.....	68
5.2.1	Avaliação qualitativa em MEV .....	68
5.2.2	Rugosidade.....	70
5.2.3	Resultados da Dureza Knoop (HK) .....	71
5.3	Resistência de união adesiva (Ensaio de Microtração) .....	71
5.4	Carga de fratura (Ensaio de compressão).....	76
6.	DISCUSSÃO.....	79
6.1	Densidade, Módulo Elástico e Razão de Poisson .....	79
6.2	Análise topográfica, rugosidade superficial e dureza.....	82
6.3	Resistência de união (Ensaio de Microtração).....	84
6.4	Resistência à carga de fratura .....	85
7.	CONCLUSÃO.....	87
	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS .....	88
	APÊNDICES.....	97
	APÊNDICE 1 – Comprovante Plataforma Brasil.....	98
	APÊNDICE 2 – Parecer Consubstanciado do CEP. ....	99
	APÊNDICE 3 – Declaração do Banco de Dentes FOUPF. ....	100
	ARTIGO SUBMETIDO .....	101

## LISTA DE ABREVIATURAS

CRFV	Compósito Reforçado com Fibra de Vidro
DH	Dentina Humana
HF	Ácido Hidrofluorídrico
$\rho$	Densidade
$E$	Módulo de Elasticidade
$\nu$	Razão de Poisson
$m$	Módulo de Weibull
$\sigma_0$	Resistência Característica
Ra	Rugosidade Média
mm	Milímetros
cm	Centímetros
min	Minutos
s	Segundos
N	Newton
n	Tamanho amostral
GPa	GigaPascal
MPa	MegaPascal
MEV	Microscopia Eletrônica de Varredura
UMMC	University Mississippi Medica Center

## LISTA DE FIGURAS

Figura 1 – Bases de substrato dentinário (Câmara pulpar preenchida)..	60
Figura 2 – Cilindro de CRFV após a usinagem em torno, com diâmetro de 12 mm, e bases de CRFV com 4mm de espessura.....	60
Figura 3 – Blocos de cerâmica com 4 mm de espessura. ....	61
Figura 4 – Confeção do dispositivo para estabilização do conjunto substrato/cerâmica. ....	63
Figura 5 – Dispositivo posicionado na cortadeira metalográfica. ....	63
Figura 6 – Microbarras transversais (palitos) com aproximadamente 1mm <sup>2</sup> de área transversal (CRFV/cerâmica). ....	64
Figura 7 – Fatias de cerâmica feldspática com 1,5 mm de espessura....	66
Figura 8 - CRFV sem condicionamento ácido.....	68
Figura 9 – CRFV após 15s de condicionamento com HF. ....	69
Figura 10 – CRFV após 30s de condicionamento com HF.....	69
Figura 11 – CRFV após 45s de condicionamento com HF.....	70
Figura 12 – CRFV após 60s de condicionamento com HF.....	70
Figura 13 – Falha do tipo adesiva cerâmica, onde o cimento se descolou do material restaurador. SC – Substrato cerâmico; C – Cimento. ....	73
Figura 14 – Falha do tipo adesiva dentina, onde houve predominância da área onde o cimento se desprende da dentina. C – Cimento; DH – Dentina humana. ....	74
Figura 15 – Falha do tipo adesiva CRFV, onde houve um desprendimento do cimento na interface com o CRFV.C – Cimento; CRFV – Compósito. ....	74
Figura 16 – Exemplo de falha do tipo mista. C - Cimento. ....	75
Figura 17 – Exemplo de falha do tipo coesiva do substrato. ....	75
Figura 18 – Trinca radial no substrato CRFV.....	77
Figura 19 – Trinca radial no Substrato dentina humana. ....	78
Figura 20 – Representação esquemática do sistema de Pultrusão. ....	82

## LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Médias da densidade, módulo Elástico e razão de Poisson dos substratos. Tukey ( $\alpha=0,05$ ).....	68
Tabela 2 - Média e desvio padrão de Ra, e agrupamento estatístico pelo teste de Tukey ( $\alpha=0,05$ ).....	71
Tabela 3 - Média, Módulo de Weibull (m) e Resistência Característica ( $\sigma_0$ ) da união dos substratos a uma cerâmica feldspática. ...	72
Tabela 4 - Padrão de falha dos grupos testados em microtração. ....	73
Tabela 5 - Resultados da média, módulo de Weibull e resistência característica para carga de falha à fratura.....	76

## LISTA DE GRÁFICOS

- Gráfico 1 – Distribuição de Weibull da resistência de união dos diferentes substratos ao material restaurador..... 72
- Gráfico 2 – Distribuição de Weibull para resistência a carga de fratura.77



## RESUMO<sup>1</sup>

O objetivo deste estudo foi verificar as propriedades mecânicas e adesivas de um compósito reforçado por fibras de vidro (CRFV), e compará-lo com a dentina (DH), visando sua utilização como substrato em testes laboratoriais. Cinco amostras de CRFV e cinco amostras de dentina (n=5), ambos em forma de disco com aproximadamente 2 mm de espessura, foram obtidas para avaliação da densidade pelo princípio de Arquimedes, e do módulo de elasticidade e razão de Poisson pelo método pulso-eco. Dez amostras de CRFV foram confeccionadas para a avaliação da dureza Knoop do material. Avaliação qualitativa em microscopia eletrônica e rugosidade superficial foram realizadas após o condicionamento da superfície do CRFV com ácido hidrófluorídrico 10% por 15, 30, 45 e 60 segundos. Vinte bases de CRFV e dez de DH, com espessura de 4 mm, foram confeccionadas para avaliar sua união com uma cerâmica feldspática pelo teste de microtração. Metade das bases de CRFV (n=10) foi condicionada (HF 10%) por 15s, e metade por 60s. Microbarras com 1 mm<sup>2</sup> formadas por cerâmica feldspática, cimento resinoso e substrato foram testadas. Posteriormente, 33 bases de CRFV e 33 de DH foram confeccionadas para o teste de compressão. Fatias (1,5 mm de espessura) de uma cerâmica feldspática foram cimentadas com cimento resinoso a essas bases e carregadas até a falha. Os resultados foram comparados estatisticamente pelos testes de Anova 1-fator, Tukey, teste t ( $\alpha=0,05$ ) e Weibull. O material testado possui densidade média de 1,9 g/cm<sup>3</sup>, razão de Poisson média de 0,44, e módulo de elasticidade médio de 13,11 GPa, valores que diferem dos obtidos para a dentina. O valor médio de dureza foi de 53,14. O condicionamento com ácido fluorídrico teve ação visível na superfície do material, e provocou um aumento gradual na rugosidade do material com o aumento do tempo de condicionamento. Não houve diferença entre a resistência adesiva à dentina e ao CRFV condicionado por 15 s e 60 s. Os valores médios de resistência adesiva ficaram entre 10,9 MPa (dentina) e 9,6 MPa (CRFV condicionado por 60 s). A carga característica de fratura de uma cerâmica feldspática cimentada sobre a dentina (455,43 N) foi maior comparada com a carga obtida sobre o CRFV (270,68 N).

---

<sup>1</sup> ÉRLON GRANDO MERLO - Mestrando PPGOdonto-UPF

Conclusão: O CRFV possui densidade, Razão de Poisson e Módulo de Elasticidade diferentes da dentina. O tempo de condicionamento de 15 s do CRFV com HF 10% é suficiente para gerar resistência adesiva semelhante à dentina. A carga de fratura de uma cerâmica feldspática é menor quando cimentada sobre CRFV do que sobre dentina. O CRFV pode ser utilizado como substrato padronizado em testes laboratoriais, sempre considerando sua diferença em algumas propriedades comparado à dentina.

Palavras-chaves: Dentina – Cerâmica – Materiais Dentários.

## ABSTRACT<sup>2</sup>

The objective of the study was to obtain the mechanical and adhesive properties of a polymer reinforced by glass fiber (PRGF), and to compare it with the dentin (HD), aiming its application as a substrate in laboratory tests. Five disc-shaped samples of PRGF of dentin (n=5), with approximately 2 mm in thickness, were obtained to evaluate the density (using the Archimedes principle), and the elastic modulus and Poisson ratio (using an ultrasonic gauge). Ten GFRC samples were prepared for the Knoop hardness evaluation. Qualitative evaluation in scanning electron microscope and surface roughness were performed after the PRGF surface conditioning with 10% hydrofluoric acid for 15, 30, 45 and 60 seconds. Twenty PRGF and ten HD blocks, with 4-mm thickness, were obtained to evaluate their union with a feldspathic ceramic, using the microtensile bond strength test. Half of the PRGF blocks (n = 10) were conditioned (10% HF) for 15s, and half for 60s. Microbars with 1 mm<sup>2</sup> of area in the interface, composed by feldspathic ceramic, resin cement and substrate, were tested. Subsequently, 33 PRGF and 33 DH discs were obtained for the compression test. Slices (1.5-mm of thickness) of the feldspathic ceramic were cemented with resin cement to the substrates, and loaded to failure. The results were compared using 1-way Anova, Tukey test ( $\alpha = 0.05$ ) and Weibull analysis. PRGF had a mean density of 1.9 g/cm<sup>3</sup>, a mean Poisson ratio of 0.44, and a mean elastic modulus of 13.11 GPa, values statistically different than the dentin values. The mean hardness was 53.14. The hydrofluoric acid conditioning had visible effect on the PRGF surface, and resulted in a progressive increase on the surface roughness of the material related to the increase on the conditioning time. There was no difference between dentin and PRGF regarding to the adhesive strength to a feldspathic ceramic, irrespective the conditioning time. The mean bond strength values were between 10.9 and 9.6 MPa. The fracture load of a feldspathic ceramic cemented on the dentin (455.43 N) was higher compared to the load of the ceramic cemented on the PRGF (270.68 N).

---

<sup>2</sup> Mechanical and adhesive behavior of a polymer reinforced by glass fiber for application as substrate in lab tests.

Conclusion: The PRGF has different density, Poisson ratio and elastic modulus than the dentin. The PRGF conditioning time of 15 s with 10% HF is sufficient to generate bond strength similar to the dentin. The fracture load of a feldspathic ceramic is lower when cemented on PRGF than on dentin. PRGF can be used as a standardized substrate in lab tests, since its difference in some properties compared to dentin is considered.

Key-words: Ceramic – Dentin – Dental Materials.

## 1. INTRODUÇÃO

Materiais dentários restauradores são amplamente utilizados em odontologia, sendo as cerâmicas e as resinas compostas os materiais de primeira escolha para a realização de tratamentos diretos e indiretos. Esses materiais sofrem constantes modificações em suas propriedades físicas e químicas pelas indústrias de materiais odontológicos, sendo necessária a realização de testes laboratoriais para a avaliação de suas novas propriedades em meio hostil, como é a cavidade bucal.

Ensaio mecânicos, como avaliação da resistência de união e resistência a uma carga compressiva, são muito utilizados para caracterizar esses materiais. Para a realização destes ensaios, utiliza-se, com muita frequência, a dentina humana (DH) como substrato. No entanto, a dificuldade em obter substrato dentinário hígido se faz claro com o passar dos anos, tornando-se um obstáculo para a realização de pesquisas, e sendo assim, um tema muito discutido entre pesquisadores. Assim, a caracterização de outros materiais, que talvez possam ser utilizados como substrato, torna-se necessário.

A fim de estudar o comportamento mecânico e o modo de falha das cerâmicas odontológicas e simular condições clínicas, substituindo o substrato dentinário, que possui muitas variabilidades em suas propriedades mecânicas, sendo considerado um material híbrido e

anisotrópico (ZISKIND *et al.*, 2011; ZAYSTEV *et al.*, 2015), Clelland *et al.* (2006), Wang *et al.* (2007), Yang-Jin & Kelly (2008) Kelly *et al.* (2010), Dibner & Kelly (2016), utilizaram em seus estudos um compósito de resina epóxi reforçado com fibras de vidro, conhecido pelo nome comercial de *NEMA GRADE G10*, que segundo os autores, possui um módulo elástico (12.6 GPa – WANG *et al.*; 14,9 GPa YANG-JIN & KELLY) próximo ao da dentina humana hidratada 17 – 30 GPa (KINNEY *et al.*, 1996; KINNEY *et al.* 1999), validando assim, este material como análogo do substrato humano.

No entanto, a obtenção do material *G10* se torna custosa para a pesquisa brasileira, uma vez que este material é fabricado nos EUA, e necessita ser importado. Com a finalidade de buscar um novo substrato e assim, poder contribuir para a padronização de pesquisas com materiais dentários, este estudo avaliou as propriedades mecânicas e adesivas de um possível substrato para testes em laboratório. Este material é um compósito reforçado por fibras de vidro (CRFV), fabricado no Brasil, obtido pelo processo de Pultrusão, e conforme as especificações do fabricante, esse material é fabricado com aproximadamente 45% de matriz orgânica resinosa, sendo a resina do tipo Poliéter Isoftálica a mais comumente utilizada, e reforçado com fibras de vidro do tipo *roving* (fios de vidro) totalizando cerca de 55% de sua composição. Este material também contém como reforço, 10% de carga simples (Carbonato de Cálcio) e 25% de carga antichama (Alumina). Ainda recebe em sua composição pigmentos, catalisadores, e aditivos anti-UV, que juntos, totalizam cerca de 1%.

De acordo com Almeida (2004), e possui um módulo de elasticidade de 17,5 GPa, sendo próximo do módulo elástico da dentina

humana. A validação desse material para ser utilizado em pesquisas odontológicas de resistência mecânica e adesiva pode fornecer à comunidade científica mais uma opção de substrato padronizado para testes em laboratório. Isso pode dispensar, inclusive, a submissão de alguns projetos à aprovação de um comitê de ética.

## 2. REVISÃO DE LITERATURA

### 2.1 Propriedades mecânicas da dentina humana e materiais utilizados como substrato

#### 2.1.1 Dentina Humana

Rasmussen e Patchin (1984) utilizaram em seu estudo, microscopia eletrônica de varredura e análise fractográfica para investigar as propriedades de fratura do esmalte e dentina de dentes humanos em função da temperatura e umidade. Para ambos, esmalte e dentina, foram encontradas propriedades mecânicas anisotrópicas. Além disso, existiu pouca variação nas propriedades de fratura quando a temperatura variou entre 0° e 70° C. Os resultados indicaram que a fratura natural dos dentes, provavelmente, não pode ser explicada pela variação dos alimentos quentes e frios durante a mastigação. Além disso, os autores concluíram que, se as superfícies de dentina forem mantidas em uma temperatura abaixo de 100° C durante o preparo cavitário, o dente restaurado não terá sua estrutura mecânica enfraquecida.

Rees *et al.* (1994), determinaram o módulo de elasticidade estático de dentina usando um teste de feixe de três pontos e o módulo dinâmico na faixa de frequência de 0,1 Hz e 10 Hz em uma faixa de temperatura de 27-37°C. À temperatura corporal, o módulo estático médio foi de  $8,6 \pm$



0,86 GPa. O teste dinâmico produziu uma gama de valores de módulo. A 0,1 Hz, o módulo variou de 14,3 a 15,2 GPa; Para 1,0 Hz, o intervalo foi 14,6-15,5 GPa e para 10 Hz, o intervalo foi 14,9-15,8 GPa.

Kinney *et al.* (1996) avaliaram, utilizando um microscópio de força atômica especialmente modificado, a dureza da dentina peritubular e intertubular (completamente hidratadas) em dois diferentes locais do dente: menos de 1 mm da junção amelo-dentinária e menos de 1 mm da união entre a dentina e a polpa. A dureza da dentina peritubular totalmente hidratada independeu da localização de mensuração, variando entre 2,2-2,5 GPa. A dureza da dentina intertubular totalmente hidratada foi afetada pela localização, sendo significativamente maior perto da junção amelo-dentinária (0,49-0,52 GPa) comparada à união com a polpa (0,12-0,18 GPa). Um penetrador foi utilizado para estimar o módulo de Young da dentina peritubular e intertubular, dessa vez desidratadas. Os valores médios do módulo foram de 29,8 GPa para a dentina peritubular, e 17,7-21,1 GPa para a dentina intertubular, com os menores valores obtidos para dentina perto da polpa.

Kinney *et al.* (1999) estudaram, os efeitos da orientação dos túbulos dentinários sobre as propriedades elásticas da dentina. Expressões para as constantes elásticas independentes da dentina foram obtidas como concentração dos túbulos, razão de Poisson e módulo de Young da dentina peri e intertubular. Uma técnica de microscopia atômica determinou os módulos de Young das dentinas peri e intertubular como aproximadamente 30 e 15 GPa, respectivamente. Sobre a variação natural da densidade dos túbulo encontrados na dentina, houve uma ligeira variação axial e transversal nos módulos dos cortes não havendo um efeito significativo da orientação tubular. Concluiu-se que a orientação dos

túbulos não tem qualquer efeito sobre o comportamento elástico da dentina, um material isotrópico e contínuo com módulo de elástico de aproximadamente 16 GPa e um módulo de cisalhamento de 6,2 GPa.

Miyazaki *et al.* (2002), determinaram o módulo de elasticidade do substrato dentinário com o uso de um dispositivo ultrassônico. Os discos de dentina de cerca de 1 mm de espessura foram obtidos de terceiros molares humanos recém-extraídos e modelados de forma retangular com uma broca diamantada fina. O tamanho e o peso de cada espécime foram medidos para calcular a densidade da amostra. O equipamento ultrassônico empregado neste estudo foi composto por um Pulser-Receiver (Modelo 5900PR, Panametrics), transdutores (V155, V156, Panametrics) e um osciloscópio. O tempo de transição dos dois transdutores foram medido através do disco de dentina e dividido por dois, e depois multiplicado pela velocidade do som no material. Medir a velocidade do som da onda longitudinal determina o módulo de elasticidade. O módulo de elasticidade médio dos espécimes seccionados horizontalmente foi de 21,8 GPa e 18,5 GPa para os espécimes seccionados verticalmente e encontrou-se diferença significativa entre os dois grupos. O método ultrassônico utilizado neste estudo mostra uma promessa considerável para a determinação do módulo de elasticidade do substrato do dente.

Kinney *et al.* (2003), realizaram uma revisão crítica da literatura indicando que as magnitudes das constantes elásticas da dentina devem ser revisadas constantemente. Os módulos de Young e de cisalhamento situam-se entre 20-25 GPa e 7-10 GPa, respectivamente. O comportamento viscoelástico reduz de maneira mensurável esses valores em taxas de deformação de relevância fisiológica; a redução do módulo é

cerca de 12 GPa. Além disso, parece que as propriedades elásticas são anisotrópicas (variáveis dependendo da direção). Os métodos sônicos detectam anisotropia hexagonal, embora sua magnitude pareça ser pequena. Os dados de força são reinterpretados por distribuição de Weibull. Os grandes coeficientes de variação citados nos estudos de força podem então ser interpretados considerando a distribuição de falhas dentro dos espécimes dentinários. O efeito de tamanho aparente nos dados de resistência à tração e cisalhamento tem suas origens nesta distribuição de falhas e pode ser quantificado pela análise de Weibull. A dentina tem um limite de fadiga. Para tensões menores do que os estresses normais de mastigação, ~30 MPa, uma amostra de dentina sem defeito, aparentemente, não falhará. No entanto, se houver uma falha pré-existente de tamanho significativo (~0,3-1,0 mm), pode aumentar o número de falhas catastróficas com carga cíclica em tensões abaixo de 30 MPa.

Ziskind *et al.* (2011), avaliaram o módulo elástico de dentina seca utilizando um nanoindentador em dois tipos de experimento. Primeiro, os testes foram realizados radialmente ao longo de linhas que atravessavam secções de dentina peritubular - altamente mineralizadas - e áreas de dentina intertubular - menos mineralizadas. Esses testes revelaram uma diminuição gradual do módulo de elasticidade a partir da maior parte da região dentinária peritubular onde valores de módulo de até 40-42 GPa foram encontrados, até valores aproximadamente constantes de ~ 17 GPa na região da dentina intertubular. Um segundo conjunto de indentações foi realizado na região da dentina intertubular, de modo a verificar o módulo dos espécimes de dentina intertubular em diferentes orientações em relação à direção tubular. Os resultados demonstraram que a região da dentina intertubular pode ser considerada praticamente isotrópica, com

um valor de módulo ligeiramente maior (~22 GPa) quando mensurada paralela à direção tubular, em comparação com os valores (~18 GPa) obtidos quando mensurada perpendicularmente à direção dos túbulos.

Zaystev *et al.*, (2015) estudaram a relação entre o comportamento de deformação e a orientação dos túbulos dentinários em um teste de cisalhamento. Escolheram três orientações dos túbulos dentinários: (1) túbulos dentinários paralelos ao plano de deslocamento e perpendiculares à direção do carregamento; (2) túbulos perpendiculares ao plano de deslocamento e perpendiculares à direção do carregamento e (3) túbulos dentinários orientados paralelamente ao plano de deslocamento e à direção de carregamento. A resistência ao cisalhamento (~40 MPa) e a deformação total (~17%) foi menor para grupo 2, mas seu módulo de cisalhamento (~0,6 GPa) foi semelhante aos demais. Apesar dessas diferenças, a dentina humana pode ser considerada como um material isotrópico na deformação de até 17%,

#### 2.1.2 Utilização das resinas compostas como substrato

Lorenzoni *et al.* (2010), avaliaram o efeito do desenho da estrutura sobre a vida em fadiga e modo de falha de coroas metalocerâmicas (MC, infraestrutura de Ni-Cr, porcelana de cobertura VMK 95), cerâmicas vítreas infiltradas por alumina e recobertas (ICA, In-Ceram Alumina / VM7) e cerâmicas policristalinas de óxido zircônio estabilizado e recoberto com uma cerâmica de dissilicato de lítio (Y-TZP, IPSe.max ZirCAD / IPS e.max,). Sessenta réplicas do dente primeiro molar superior foram confeccionadas em resina composta e preparadas para coroas totais e com infraestrutura modificada (n=10). A fadiga foi aplicada com um pistão de aço (3.18 mm de raio) no centro da superfície oclusal usando

carga entre 30 e 300 N até a conclusão de  $10^6$  ciclos ou falha do corpo de prova. A fadiga era interrompida a cada 125.000 ciclos para avaliação de danos. A distribuição de Weibull foi aplicada e gráficos foram utilizados para examinar as diferenças entre os grupos. O modo de falha foi avaliado por luz polarizada e microscopia eletrônica de varredura. A análise de Weibull demonstrou maiores valores de vida em fadiga de coroas MC independente do desenho da infraestrutura. Não foi observada diferença significativa entre ICA e Y-TZP com ou sem modificação do desenho da infraestrutura

Durand *et al.* (2015), determinaram, pelo método de elementos finitos, o efeito da profundidade da cavidade, da espessura da cerâmica e resinas de base com diferentes módulo de elasticidade, nos padrões de tensão de von Mises de inlays. Modelos geométricos tridimensionais foram desenvolvidos com software SolidWorks. Foi aplicada uma carga de 100 N. O padrão de distribuição das tensões foi analisada com diagramas de stress de von Mises. Os valores de tensão máxima de von Mises variaram de 176 MPa a 263 MPa de acordo com os modelos. O maior valor de tensão de von Mises foi encontrado em modelos com base de resina composta com 1 mm de espessura e restaurações indiretas de cerâmica com 1 mm de espessura. Valores intermédios (249-250 MPa) ocorreram em modelos com base de 2 mm de espessura de resina composta e restaurações de cerâmica com 1 mm de espessura, bases de resina composta com 1 mm de espessura e restaurações de cerâmica com 2 mm de espessura. Os valores mais baixos foram observados em modelos restaurados exclusivamente com cerâmica (176 MPa a 182 MPa). Verificou-se que inlays mais espessos distribuíram o stress de forma mais favorável e bases com baixo módulo de elasticidade aumentaram os

valores de tensões na superfície interna da inlay cerâmica. O aumento de espessura de cerâmica tende a resultar em uma melhor distribuição de tensões, especialmente quando ligado diretamente nas cavidade sem o uso de materiais de suporte. Quando é necessária a utilização de uma base de compósito, composto de resina com elevado módulo de elasticidade e espessura reduzida deve ser preferido.

Aboushelib & Elsafi (2015) avaliaram a influência da carga de fadiga cíclica em duas cerâmicas infiltradas com resina (Lava Ultimate e Vita Enamic) e três cerâmicas (IPSEmpress CAD, IPSe.max CAD e IPSZir CAD). O IPSe.max CAD e o IPSZir CAD foram fabricados com uma infraestrutura de 0,5 mm de espessura e recobertos por uma porcelana (IPs EmaxPress). As coroas fabricadas foram cimentadas em núcleos de tamanhos padronizados confeccionados em resina composta (Z350 XT) usando um sistema de cimento adesivo (Panavia F2.0). As coroas foram submetidas a 3,7 milhões de ciclos de mastigação (50 - 200 N) em uma máquina pneumática de fadiga. As estatísticas de sobrevivência foram calculadas e o módulo de Weibull foi mensurado a partir de diagramas de falhas de ciclo de carga ajustados. A fadiga dinâmica resultou em redução significativa ( $F = 7,54$ ,  $p < 0,005$ ) da resistência à fratura dos espécimes testados. A zircônia mostrou a maior porcentagem de deterioração (34% de redução), seguida de IPSEmpress (32,2%), IPSe.max (27,1%), enquanto Lava Ultimate e Vita Enamic apresentaram menor porcentagem de redução. Os dois tipos de cerâmica infiltrada com resina e IPSEmpress demonstraram o percentual mais alto de incidências de fratura sob a influência de fadiga (35-45% de divisão). As imagens em MEV demonstraram a estrutura interna dos materiais testados, a localização e o tamanho da falha crítica. Assim, concluiu-se que a infraestrutura dos

materiais testados influenciou significativamente no comportamento de fadiga. As cerâmicas infiltradas com resina foram menos influenciadas pela fadiga, enquanto a resistência característica da zircônia impediu a fratura da infraestrutura, mas a falha ainda ocorreu na cerâmica de cobertura.

Shenbish *et al.* (2016), demonstraram o comportamento de fadiga de coroas em resina composta fabricadas em CAD/CAM usando um teste de fadiga *step-stress*. Utilizaram coroas de uma vidro cerâmica reforçadas com leucita como controle. Fabricaram coroas totalmente anatômicas de molares em resina composta (Lava Ultimate, n=24) e coroas de uma vitrocerâmica reforçadas com leucita (IPS Empress CAD, n = 24) usando sistema CAD/CAM. As coroas foram cimentadas em réplicas de dente em resina composta (Filtek Z100), simulando dentina envelhecida, com cimentos resinosos (RelyX Ultimate para Lava Ultimate e Multilink Automix para IPS Empress). Utilizaram três perfis de *stress* (agressivo, moderado e leve) para o teste de fadiga. Vinte e uma coroas de cada grupo foram distribuídas aleatoriamente entre esses três perfis de *stress*. A falha foi designada como fratura por *chip-of* ou fratura catastrófica. Microscopia óptica e eletrônica foram utilizadas para examinar a superfície oclusal e as falhas, bem como as microestruturas dos materiais. Observaram em seus resultados que as coroas de resina composta apresentaram apenas dano de contato oclusal durante a carga de fadiga com 1700 N. As imagens em microscopia revelaram trincas cônicas induzidas por contato em todos os espécimes e trincas radiais em 2 coroas. Sendo assim concluíram que as trincas cônicas e radial foram relativamente pequenas em comparação com a espessura da coroa. A extensão dessas trincas em relação ao *stress* exigiria cargas muito maiores

ou mais ciclos de carregamento. Em contraste, todas as coroas da cerâmica vítrea fraturaram com cargas que iniciaram perto dos 450 N.

### 2.1.3 Utilização de substratos a base de polímero reforçado por fibras de vidro

Clelland *et al.* (2006) avaliaram a influência da rugosidade superficial e do condicionamento ácido na resistência à fratura de um material vítreo cimentado a um substrato. Discos foram fabricados usando um vidro para simular a porcelana e resina epóxica reforçada por fibras de vidro para representar a dentina. Estes materiais foram selecionados devido aos seus módulos elásticos próximos da porcelana e da dentina, respectivamente. Além disso, o material vítreo permitiu a visualização do início da trinca. As fatias de vidro com 1,2 mm de espessura foram cimentadas aos substratos de resina reforçada por fibras de vidro utilizando Optibond Solo Plus (SDS Kerr, Orange, CA) e cimento resinoso Nexus (SDS Kerr). Os substratos de suporte tiveram espessura de 5 mm e ½ polegada de diâmetro. As cargas verticais foram aplicadas aos discos com um penetrador esférico de 20 mm de diâmetro a uma velocidade de 0,05 mm/min. As magnitudes de carga foram registradas no momento que iniciou a trinca. As carga de falha variaram de 273,6 a 341,9 N para os espécimes rugosos e de 1056,5 a 2980,2 N para as amostras lisas. De acordo com a análise de sobrevivência paramétrica de Weibull e o teste de razão de semelhança do efeito, a rugosidade superficial e o ataque superficial influenciaram significativamente nas cargas de fratura. Superfícies mais suaves toleraram cargas de contato muito maiores antes do início da falha. Esse é um dos primeiros estudos que se tem registro



utilizando um material resinoso reforçado por fibras de vidro como substrato em testes de laboratório.

Wang *et al.* (2007), analisaram o efeito do cimento resinoso sobre a probabilidade de início da falha a partir da superfície de cimentação de restaurações cerâmicas. Examinaram o possível mecanismo de falhas e o efeito de tensão residual do cimento na superfície da cerâmica. Baseados no modelo de falha em fratura-mecânica, previu-se a probabilidade de falha de discos de vitrocerâmica ligados a um material com propriedades semelhantes a dentina humana (Garolite G10), simulando a dentina durante a realização do teste de carga de falha. Os autores sugeriram que tanto a adesão do cimento resinoso como a contração de polimerização têm um papel importante e precisam ser considerados para que ocorram prognósticos precisos.

Yi e Kelly (2008), avaliaram a influência da área de contato do aplicador da carga a uma cerâmica no modo de falha do material, unido a um material análogo a dentina. Discos de porcelana odontológica (0,5 mm, 1,0 mm, e 1,5mm de espessuras) foram cimentados a bases que simularam a dentina, sendo, após isso, carregados com um pistão de alumínio de 1 mm, 2 mm e 3mm de diâmetro até ocorrer a falha. O som da trinca radial da cerâmica foi detectado utilizando o método de emissão acústica. Uma análise de elementos finitos foi utilizada para modelar a experiência e calcular as tensões de falha da cerâmica. Os resultados deste estudo demonstraram que houve diferenças significativas nas cargas de fratura de acordo com a espessura da cerâmica e o diâmetro do pistão ( $p < 0,05$ ; ANOVA e post-hoc de Scheffé). Para todas as espessuras, cargas significativamente maiores foram encontradas com pistão de 3 mm comparado com o de 1 mm. As tensões de fratura obtidas através da

análise de elemento finitos, para a porcelana 1 mm de espessura (a partir de cargas médias obtidas em laboratório) foram significativamente diferentes entre os pistões de 1 mm (168MPa) e pistão de 3 mm (60MPa). Assim, concluiu-se que, a espessura da cerâmica e o tamanho da face de contato com o pistão podem ser controlados clinicamente, aumentando assim a capacidade do material em suportar. Estes resultados sugerem ainda que pistões esféricos pequenos não reproduzem o estado de tensão encontrados clinicamente.

Kelly *et al.* (2010) desenvolveram um teste *in vitro* para coroas unitárias de cerâmica que parece imitar o mecanismo de falha e estado de tensão observados clinicamente. O presente estudo comparou as características dos testes tradicionais de carga até a falha de coroas cerâmicas com as falhas clínicas de coroas. Para isso ele utilizou um material análogo a dentina humana (a base de resina epóxi reforçado com fibras de vidro; *NEMA grade G10*) avaliando o módulo elástico e a resistência de união ao cimento de resinoso, comparando-o à dentina humana hidratada. Duas bases com diferentes módulos elásticos (bases de níquel-cromo e resina composta) foram testadas quanto à influência sobre as cargas de falha. Foi examinada a influência da água durante o armazenamento. A influência da taxa de carga cíclica foi examinada (2 Hz, 10 Hz, 20 Hz) com os extremos comparados estatisticamente (teste t;  $\alpha = 0,05$ ). As cargas de falha do material cerâmico foram influenciadas pelo módulo elástico do substrato (teste t;  $p < 0,001$ ). O carregamento cíclico, com presença de água, diminuiu significativamente as cargas de falha (ANOVA;  $p=0,003$ ) em comparação com o carregamento cíclico de armazenamento à seco (350 N vs. 1270 N, respectivamente). O G10 não foi estatisticamente diferente da dentina hidratada quanto ao seu

comportamento elástico sob carga e a força de união do cimento resinoso. Concluiu-se, assim, que os métodos e materiais utilizados no estudo têm a capacidade de simular muitos aspectos de falha clínica.

Dibner e Kelly (2013), avaliaram *in vitro* o efeito da espessura da infraestrutura cerâmica sobre a resistência à fadiga de um sistema de duas camadas de cerâmica. Corpos de prova de dissilicato de lítio/porcelana foram fabricados com espessuras de infraestrutura/cobertura - de 0,5/1,0 milímetros, 0,75/0,75 mm, de 1,0/0,5 mm e 1,5/0,0 milímetros. Todos os corpos de prova foram cimentados em bases de um material análogo à dentina. Cada amostra foi carregada ciclicamente por um pistão de G10 com 2 mm de diâmetro em água. As cargas foram aplicadas a uma frequência de 20 Hz durante 500.000 ciclos. Em caso de falha, o próximo corpo de prova era testado com uma carga menor. Em caso de sobrevivência, a carga era aumentada. Média e desvio padrão de cargas de fadiga para as diferentes espessuras de infraestrutura foram de: 0,5 mm - 610,94 N ± 130,11; 0,75 mm - 600,0 N ± 132,80; 1,0 mm - 537,50 N ± 41,67; 1,5 mm - 501,14 N ± 70,12. Todos os grupos foram significativamente mais resistentes do que o grupo sem cerâmica de cobertura (ANOVA, p <0,001; 95% post hoc). Trinca cônica foi observada apenas nos 2 grupos de infraestrutura mais fina (teste  $\chi^2$ , P <0,05), possivelmente indicando tensões residuais. Os resultados indicam que a adição da cerâmica de cobertura em infraestruturas de dissilicato de lítio aumenta a resistência à fadiga do sistema.

Venturini et al. (2017), avaliaram a influência de diferentes concentrações de ácido hidrófluorídrico na resistência de coroas cerâmicas sobre carga de falha em fadiga. Oitenta coroas de uma cerâmica feldspática foram cimentadas com cimento resinoso em preparos para

coroas usinadas em um polímero reforçado por fibras de vidro simulando dentina. Os preparos foram condicionados com ácido hidrófluorídrico 10% por 60 segundos e posteriormente silanizados. Antes da cimentação, as coroas confeccionadas foram aleatorizadas em 4 grupos conforme condicionamento de superfície (n = 20): não condicionado (grupo controle, CTRL), e condicionados por 60 segundos com diferentes concentrações de ácido fluorídrico: 1% (HF1), 5% (HF5) e 10% (HF10). Um agente de união silano foi aplicado na superfície de cimentação de todas as coroas, que foram cimentadas nos preparos. Cada coroa foi carregada ciclicamente em água com um pistão de um material de resina epóxi reforçado por fibra de vidro (G10) posicionado no centro da superfície oclusal da coroa. As Cargas de falha em fadiga das coroas de cerâmica foram obtidas após 500 000 ciclos a 20 Hz pelo método “staircase”. As cargas médias de falha foram analisadas por ANOVA de um fator e teste de Tukey ( $\alpha = 0,05$ ). As médias de cargas de falha dos grupos CTRL ( $245,0 \pm 15,1$  N), HF1 ( $242,5 \pm 24,7$  N) e HF10 ( $255,7 \pm 53,8$  N) foram estatisticamente semelhantes ( $p > 0,05$ ), enquanto a do grupo HF5 ( $216,7 \pm 22,5$  N) foi significativamente menor ( $p < 0,05$ ). Concluíram então que o ácido HF5 teve um efeito negativo sobre as cargas de falha em fadiga das coroas testadas, enquanto que os ácidos HF1 e HF10 não alteraram a resistência das coroas à fadiga cíclica.

Monteiro *et al.* (2017) avaliaram o efeito do tempo de condicionamento de diferentes concentrações do ácido hidrófluorídrico na carga de falha em fadiga e, a característica de superfície de cerâmica de silicato de lítio reforçado com zircônia (ZLS) cimentada a um material de resina epóxi reforçada com fibra de vidro. Foram produzidos discos cerâmicos (Suprinity, VITA) (1,0 mm de espessura) e de base de resina

epóxi (2,5 mm de espessura) (10 mm de diâmetro). A superfície de cimentação das amostras de cerâmica não foi condicionada (grupo de controle), e condicionadas por 30, 60 ou 90 s com ácido nas concentrações de 5% e 10%. Os discos de resina epóxi foram condicionados com HF 10% por 30s, seguido da aplicação de um sistema adesivo (Single Bond Universal, 3M ESPE). Os discos de cerâmica foram cimentados aos discos de substrato com um cimento resinoso de presa dual. A carga de falha de fadiga foi determinada pelo método Staircase (500.000 ciclos a 20Hz, carga inicial = 925N, tamanho do degrau = 45N). Com HF 10%, o tempo de condicionamento mostrou influência na carga de falha em fadiga, que aumentou à medida que o tempo de condicionamento aumentou (30s <60s <90s). Com HF 5%, a carga de falha em fadiga não mostrou ser afetada pelo tempo de condicionamento. As cargas de falha em fadiga mais baixas foram produzidas no grupo controle sem condicionamento, HF 10% por 30s. A análise topográfica mostrou variações com base nos protocolos de condicionamento. Todas as fraturas (Trincas radiais) se originaram de defeitos da superfície cerâmica da interface de cimentação. Para a otimização da resistência a fadiga da cerâmica ZLS, recomenda-se o condicionamento com HF a 10% por 90 s e a silanização da superfície cerâmica.

#### 2.1.4 Substratos metálicos

Scherrer e Rijk (1993), avaliaram in vitro a resistência a fratura de coroas de cerâmica pura em função do módulo de elasticidade do substrato de suporte. Coroas de cerâmica pura foram cimentadas a três substratos com módulo elástico diferentes, sendo utilizados dois tipos de coroas: com cobertura oclusal e coroa total. A superfície oclusal foi carregada em um

teste de compressão com uma esfera de aço de 12,7 mm. A carga de fratura aumentou significativamente com o aumento no módulo de elasticidade dos substratos. O maior aumento foi observado quando apenas a superfície oclusal da coroa foi coberta. A carga de fratura do grupo das restaurações de coroas totais foi mais que o dobro do grupo com cobertura oclusal, quando o substrato tinha baixo módulo de elasticidade. Já para o substrato com módulo de elasticidade alto, a diferença na carga de fratura para as duas configurações não foi significativa.

Webber *et al.* (2003), investigaram o efeito de diferentes espessuras de porcelana de cobertura sobre a carga de compressão de coroas Procera AllCeram. Para isso, sessenta matrizes de latão foram fabricadas com um preparo padrão com término em chanfro. Sessenta coroas foram fabricadas de acordo com 3 grupos (n=20): (1) coroas Procera com 0,6 mm de infraestrutura com uma cobertura de 0,4 mm; (2) coroas Procera com 0,6 mm de infraestrutura e 0,9 mm de cobertura; (3) coroas In-Ceram com 0,6 mm de infraestrutura e 0,9 mm de espessura de cobertura de VitadurAlfa. Todas as coroas foram mensuradas em 4 pontos axiais e 1 local oclusal aleatoriamente antes do glaze. Após, elas foram jateadas e cimentadas sobre os substratos usando Clearfil Newbond, Clearfil Porcelain, e Panavia 21 TC. Após armazenagem em água destilada a 37 ° C durante 24 horas, as amostras foram colocadas num dispositivo de ensaio de compressão em uma máquina de teste universal, e um pistão de aço inoxidável com 4 mm de diâmetro foi centralmente posicionado na superfície oclusal das coroas. Uma pré-carga axial de 20 N foi aplicada antes do teste de compressão com velocidade de 0,1 mm/min até a fratura ocorrer. Uma análise de variância revelou nenhuma diferença significativa na carga de ruptura entre os 3 grupos. A carga

média de ruptura para o Grupo 1 foi  $2197.6N \pm 776,4$ ; Grupo 2,  $2401.4N \pm 699,1$ ; e Grupo 3,  $2581,0N \pm 715,6$ .

#### 2.1.5 Propriedade mecânicas do CRFV obtido pelo processo de pultrusão

Goldberg & Burstone (1992), avaliaram as formulações de compósitos com reforço de fibra (FRC) que foram desenvolvidos para servir como componentes estruturais para vários itens odontológicos, como infraestrutura de prótese dentária, retentores e contenções. O polietilenoglicol e o polidimetilenoglicol reforçados com fibras de vidro S-2 contínuas foram obtidos pelo processo de pultrusão em comprimentos contínuos com pequenas secções retangulares. A microestrutura foi avaliada em MEV e microscopia óptica. O conteúdo de fibras e as propriedades de flexão foram mensurados. O presente material continha 43-45% em volume de fibra. A resistência à flexão e o módulo elástico obtidos do material experimental foram aproximadamente 565 MPa e 20 GPa, respectivamente.

Almeida *et al.* (2004), avaliaram as principais propriedades mecânicas do material compósito pultrudado, através de ensaio de tração e de flexão por quatro pontos. Complementarmente, o peso específico, bem como a fração volumétrica de fibra através de ensaios destrutivos de queima e metalografia foram obtidos. A análise das propriedades mecânicas do material envolveu: estudo do módulo de elasticidade, tensão de resistência e alongamento na ruptura (através de ensaios de tração simples e cíclica), em máquinas de ensaios padrão. A metodologia desenvolvida para padronização dos ensaios de flexão resultou em projeto e fabricação de um dispositivo de suporte e aplicação de carga no corpo

de prova. Este estudo obteve o peso específico do compósito pultrudado de  $1,86 \text{ g/cm}^3$ , 59,19% de fração volumétrica de fibras, 18,06 GPa o valor do módulo elástico ao teste de tração (sendo um valor dentro da faixa fornecida pelo fabricante 17-21 GPa).

Inami *et al.* (2014) investigaram a topografia superficial, a dureza e as propriedades de fricção do CRFV. Para investigar como o diâmetro das fibras afeta as propriedades da superfície, os fios circulares de CRFV com um diâmetro de 0,45 mm foram preparados incorporando fibras de vidro de 13  $\mu\text{m}$  (CRFV 13) e 7  $\mu\text{m}$  (CRFV 7). Como controles, foram também avaliadas as ligas de aço inoxidável (SS), liga de cobalto-níquel-cromo (Co-Cr), liga de *b*-titânio (*b*-Ti) e liga de níquel-titânio (Ni-Ti). Sob microscopia eletrônica de varredura e microscopia de sonda de varredura, as amostras de *b*-Ti exibiram maior rugosidade superficial do que os outros fios metálicos e os fios CRFV. A dureza (CRFV 7 –  $13,2 \pm 2,2$ ; CRFV 13 –  $26,6 \pm 16,7$ ) e o módulo de elasticidade (CRFV 7 –  $2,7 \pm 0,8$  GPa; CRFV 13 –  $5,7 \pm 3,8$  GPa) dos fios de CRFV obtidos pelo método dinâmico de microedentação foram muito inferiores aos dos fios metálicos ( $p < 0,05$ ). As forças de fricção contra os suportes compósitos poliméricos de CRFV-13 e CRFV-7 foram  $3,45 \pm 0,49$  e  $3,60 \pm 0,38$  N, respectivamente; as forças de fricção contra os suportes cerâmicos de GFRP-13 e GFRP-7 foram  $3,39 \pm 0,58$  e  $3,87 \pm 0,48$  N, respectivamente. Para ambos os tipos de suporte, as forças de fricção dos fios CRFV e o fio Ni-Ti foram quase a metade daquelas dos fios SS, Co-Cr e *b*-Ti. Em conclusão, não houve diferença significativa nas propriedades da superfície entre CRFV 13 e CRFV 7; presumivelmente porque ambos compartilham a mesma matriz de policarbonato.



Grammatikos *et al.* (2016), avaliaram os efeitos do envelhecimento higrotérmico sobre a durabilidade de uma folha plana de pultrudado, imersas em água destilada a 25°C, 40°C, 60°C e 80°C durante um período de 224 dias. Temperaturas elevadas aumentam sensivelmente o comportamento do coeficiente de captação e de difusão de umidade. A mudança foi medida através dos planos das propriedades mecânicas de tensão e cisalhamento e examinadas após 28, 56, 112 ou 224 dias. Propriedade de tração manteve-se praticamente inalterada pelo envelhecimento, enquanto a propriedade de cisalhamento da matriz revelou uma queda inicial que foi recuperada substancialmente depois de aumentar o tempo de envelhecimento higrotérmico. Alterações de propriedade visco-elásticas, devido aos mecanismos de sobreposição de plastificação, adicional de reticulação, entre outros procedimentos, foram registrados. Microscopia Eletrônica de Varredura e micrografias indicam que a interface fibra/matriz permaneceu praticamente intacta, mesmo após o envelhecimento quente/úmido mais agressivo. Análise por espectroscopia de energia dispersiva demonstrou ausência de degradação química sobre as superfícies das fibras e espectroscopia por infravermelho revelou alteração química superficial na matriz após envelhecimento. A microscopia óptica revelou trincas na matriz em amostras envelhecidas a 80 ° C durante 112 dias. Por último, exames de Tomografia Computadorizada do material mostrou imperfeições internas que, sem dúvida, foram aumentadas pela presença de umidade. Após armazenagem a 60 ° C por 112 dias, tomografia computadorizada detectou bolsas de água nas imperfeições do material.

## 2.2 Caracterização dos materiais para seu uso clínico

Della Bona e Anusavice (2002) testaram a hipótese de que o mecanismo de condicionamento das cerâmicas, de acordo com o tipo de condicionador e microestrutura do material, tem a capacidade de afetar a microestrutura da cerâmica. Realizaram análises quantitativas e qualitativas de 15 cerâmicas odontológicas utilizando microscopia eletrônica de varredura, difração de raios-X, perfilometria óptica e espectroscopia por energia dispersiva. Todas as amostras de cerâmica foram polidas com pasta diamantada de 1  $\mu\text{m}$ . Foram utilizados os seguintes condicionadores e tempos de ataque: bifluoreto de amônio (ABF) durante 1 minuto, ácido fluorídrico 9,6% (HF) durante 2 minutos, e fluoreto de fosfato acidulado 4% (APF) durante 2 minutos. O HF produziu um padrão de condicionamento irregular em que os poros eram visualizados topograficamente. O condicionamento com ABF resultou na formação de sulcos na superfícies das cerâmicas, e o condicionamento com APF causou um acúmulo de precipitado. Diante dos achados, o mecanismo de condicionamento mostrou ser diferente para os três agentes, com o HF produzindo o padrão de condicionamento mais adequado em todas as cerâmicas dentárias examinadas.

Della Bona *et al.* (2007), caracterizaram a microestrutura, composição e propriedades físicas de uma vitrocerâmica de alumina reforçada com zircônia (IZ) e o efeito de tratamento de superfície por topografia. Os corpos de prova cerâmicos foram fabricados de acordo com as instruções ISO 6872 e polida através de uma pasta abrasiva de 1  $\mu\text{m}$  de alumina. Foram realizadas análises quantitativa e qualitativa usando microscopia eletrônica de varredura (MEV), espectroscopia por energia

dispersiva (EDS) e estereologia. O módulo de elasticidade e o coeficiente de Poisson foram determinados utilizando pulso ultrassônico, e a densidade utilizando um picnômetro de hélio. Foram utilizados os seguintes tratamentos de superfície: AP – cerâmicas apenas com polimento; HF - condicionamento com ácido fluorídrico 9,5% durante 90 s; SB - jateamento com partículas de 25 µm de óxido de alumínio durante 15 s; SC - jateamento partículas de óxido de alumínio revestido por sílica 30 µm durante 15 s. Um perfilômetro óptico foi utilizado para examinar a rugosidade de superfície e MEV e EDS foram usadas para medir a quantidade de sílica depois de todos os tratamentos. A média dos valores das propriedades do IZ foram as seguintes:  $\rho=4,45 \pm 0,01 \text{ g/cm}^3$ ;  $\nu=0,26$  e  $E=245 \text{ GPa}$ . A média dos valores da rugosidade de superfície foram semelhante para tratamento com polimento e ácido hidrófluorídrico, mas aumentou significativamente após tratamento com SC e SB ( $p \leq 0,05$ ). A concentração superficial de Si (K) aumentou 76% depois do tratamento com SC. O HF é um tratamento de superfície inadequada para unir resinas com IZ. Tratar IZ com SB ou SC gera maiores valores de rugosidade. Tratamento com SC mostrou um aumento significativo na concentração superficial de sílica, o que pode aumentar a ligação à resina por meio de união provocada pelo silano.

Borba *et al.* 2011, avaliaram o efeito do desenho dos corpos de prova na resistência à flexão e o modo de falha de estruturas de cerâmica, testando a hipótese de que o material cerâmico sob tensão, controla o desempenho mecânico da estrutura. Três cerâmicas utilizadas como infraestrutura para próteses parciais fixas (YZ -Vita In-Ceram YZ; IZ - Vita In-Ceram Zirconia; AL - Vita In-Ceram AL) e duas cerâmicas de cobertura (VM7 e VM9) foram estudados. Os espécimes em forma de

barra foram produzidos em três modelos diferentes (n = 10): monolítica, duas camadas (porcelana-infraestrutura) e três camadas (TRI) (porcelana-estrutura-porcelana). Para o desenho de bicamadas, os espécimes foram testados em ambas as condições: com porcelana (PT) e a cerâmica de infraestrutura (FT) sob tensão. As amostras foram testadas em 3 pontos (flexão), em saliva artificial. As superfícies de fratura foram analisadas por meio de microscopia eletrônica de varredura (MEV) e estereomicroscópio. O módulo de Young (E) e o coeficiente de Poisson ( $\nu$ ) foram determinados usando o método de pulso-eco de ultrassom. Os resultados de módulo de Young obtidos para as porcelanas (VM7 e VM9) foram estatisticamente diferentes. Dentre as infra estruturas, YZ apresentou o maior  $\nu$ , seguido por IZ e AL. YZ apresentou o maior valor de resistência à flexão. Não houve diferença estatística no valor de resistência à flexão entre IZ e IZ-FT e entre AL e AL-FT. Valores de resistência à flexão de YZ-PT, PT-IZ, IZ-TRI, AL-PT, AL-TRI foram semelhantes aos resultados de VM7 e VM9. Foram identificados dois tipos de modo de fratura: falha total e parcial. O desempenho mecânico dos materiais foi determinada pelo material sob tração durante o teste, confirmando a hipótese do estudo.

Della Bona *et al.* (2014) caracterizaram a microestrutura e determinaram algumas propriedades mecânicas de um material de polímero infiltrado por cerâmica (PICN) (Vita Enamic, Vita Zahnfabrik) disponível para os sistemas CAD/CAM. Corpos de prova do material foram fabricados para realizar análises quantitativas e qualitativas da microestrutura do material e para determinar a tenacidade à fratura ( $K_{IC}$ ), a densidade ( $\rho$ ), Razão de Poisson ( $\nu$ ) e módulo de Young (E).  $K_{IC}$  foi determinada utilizando amostras entalhadas em V, que foram carregados

em 3 pontos até a fratura.  $p$  foi calculada utilizando princípio de Arquimedes, e  $\nu$  e  $E$  foram mensurados utilizando um aparelho ultrassônico. Análises microestruturais mostraram uma rede interpenetrante de polímero infiltrado por cerâmica. Média e desvio padrão para as propriedades avaliadas foram:  $K_{IC} = 1,09 \pm 0,05 \text{ MPa m}^{1/2}$ ,  $p = 2,09 \pm 0,01 \text{ g / cm}^3$ ,  $\nu = 0,23$  e  $0,002$   $E = 37,95 \pm 0,34 \text{ GPa}$ . Com o estudo, concluiu-se que o material PICN mostrou propriedades mecânicas entre porcelanas e compósitos, refletindo os seus componentes microestruturais.

### **2.3 Teste de microtração para cerâmicas odontológicas**

Sano *et al.* (1994), testaram a hipótese nula de que não existe qualquer relação entre a área de superfície unida à dentina e a resistência adesiva à tração das interfaces de união. O estudo foi realizado em terceiros molares humanos, dos quais foi removida a porção de esmalte oclusal e restaurada com resina composta. Após a confecção dos corpos de prova e armazenagem por 24 horas. As amostras foram seccionadas paralelamente ao longo do eixo do dente em 10-20 secções finas (palitos) cuja parte superior foi composta de resina composta e a parte inferior de dentina. Estas pequenas secções sofreram acabamento com pontas diamantadas em alta velocidade em uma forma de ampulheta com a porção mais estreita na interface de união. A resistência à tração foi obtida usando uma máquina de ensaios universal. Como resultado, a resistência à tração da interface foi inversamente proporcional à área de superfície de adesão. Em áreas de superfície abaixo de  $0,4 \text{ mm}^2$ , as forças de união à tração foram cerca de 55 MPa para o adesivo Clearfil Liner Bond 2

(Kuraray), 38 MPa para o adesivo Scotchbond MP (3M), e 20 MPa para o Vitremer (3M). Nessas áreas de superfície pequenas, todas as falhas foram adesivas. Este novo método permite a mensuração da resistência de união dos materiais sem que ocorram falhas coesiva da dentina. Ele também permite múltiplas medições dentro de um único dente.

Camargo *et al.* (2007), realizaram uma revisão de literatura sobre o teste de microtração. Segundo eles, esse teste consiste em uma importante ferramenta para o estudo da resistência adesiva, sendo introduzido por Sano *et al.*, em 1994. A nova proposta veio solucionar as limitações dos ensaios tradicionais de cisalhamento e tração, tais como fraturas predominantemente coesivas nos substratos testados, além de permitir a localização das áreas de adesão e uma diminuição na dimensão dos corpos de prova. Entretanto, a confecção dos corpos-de-prova para execução do teste mostrou-se crítica, e suas particularidades se refletem nos resultados de resistência adesiva obtidos. Uma série de fatores devem ser considerados na análise dos resultados: substrato envolvido, formato do corpo-de-prova, método de corte para sua obtenção, área de adesão e características das superfícies fraturadas. Existe uma variedade de protocolos para execução do teste, o que dificulta a comparação entre os resultados obtidos. Cabe, portanto, realizar uma discussão crítica sobre os relatos encontrados na literatura.

Heintze (2013), efetuou um estudo sobre resistência de união à dentina e microinfiltração. Segundo o autor, os sistemas adesivos devem fornecer uma adequada resistência de união, selamento dos túbulos dentinários, redução da sensibilidade pós-operatória, além de selamento marginal. No laboratório, inúmeros parâmetros que devem prever o desempenho dos materiais e técnicas operatórias são avaliados. Estes

parâmetros incluem testes de resistência de união de vários tipos, avaliação de infiltração, análise bidimensional reparadora do dente, e mapeamento da micromorfologia da interface de união. Muitos desses testes não são sistematicamente validados e mostram, portanto, diferentes resultados entre diferentes institutos de pesquisa. Sendo assim, a correlação com os fenômenos clínicos, foi apenas parcialmente estabelecida até hoje. Há alguma evidência, que os testes de tração e microtração podem ser correlacionados com maior fidelidade com a retenção de restaurações cervicais na clínica, quando comparado aos testes de união de cisalhamento e microcisalhamento. Há uma evidência moderada de que os testes de microinfiltração com penetração do corante não se correlaciona com qualquer um dos parâmetros clínicos (hipersensibilidade pós-operatória, retenção, e coloração marginal). A lógica que ajuda o pesquisador a selecionar e aplicar métodos de ensaio clinicamente relevantes no laboratório é apresentada no estudo.

Bellan *et al.* (2017), avaliaram a força de união pelo teste de microtração de materiais restauradores em CAD/CAM à dentina usando diferentes estratégias de adesão. Trinta e duas coroas foram fabricadas usando os materiais Vita Mark II, Vita Suprinity, Vita Enamic e Lava Ultimate, e cimentadas à dentina usando diferentes cimentos resinosos (RelyX ARC, RelyX Unicem 2 e RelyX Ultimate), resultando em 12 grupos. Os espécimes foram armazenados em 100% de umidade relativa a 37°C durante 24 h. Após isso, as amostras foram seccionadas verticalmente para a obtenção de microbarras, que foram submetidas a um teste de microtração. As amostras foram analisadas em MEV para determinar o modo de falha. De acordo com a ANOVA 2-fatores e o teste de Tukey ( $\alpha = 0,05$ ), o efeito de união foi significativo ( $p = 0,001$ ).

Independentemente da estratégia de cimentação, um maior resultado de união foi obtido com Lava Ultimate e Vita Enamic, significativamente diferentes de Vita Mark II e Vita Suprinity ( $p < 0,05$ ). Para Vita Mark II, Vita Suprinity, Vita Enamic e Lava Ultimate, o resultado obtido com RelyX Unicem 2 não foi significativamente diferente do obtido com RelyX ARC ou RelyX Ultimate. Todos os grupos obtiveram pelo menos três tipos de falha. A estratégia adesiva com cimento resinoso autoadesivo foi comparável ao cimento resinoso convencional na adesão de novos materiais CAD/CAM à dentina.

#### **2.4 Teste de compressão para cerâmicas odontológicas**

Abdullah *et al.* (2016), compararam o adaptação marginal, ajuste interno, resistência à fratura e modo de fratura de coroas provisória de CAD/CAM e coroas provisórias diretas. Um primeiro pré-molar superior direito foi preparado seguindo as orientações para coroa de cerâmica pura. Os materiais testados foram ( $n=10$ ): VITA CAD-Temp®, Polyetheretherketone "PEEK", Telio CAD-Temp e Protemp™ 4 (grupo controle). As coroas cimentadas foram submetidos a um ensaio de carga estática após armazenagem em água durante 24 horas, sem sofrer qualquer tipo de fadiga e ciclo térmico. As amostras foram carregadas sob uma carga de compressão a uma velocidade de 1 mm/min utilizando a máquina de ensaios universal com uma célula de carga de 2.500 N, utilizando um pistão de aço com 4,24 mm de diâmetro, posicionado centralmente no plano oclusal do corpo de prova. Em cada coroa foi investigada a adaptação marginal e interna, resistência à fratura e o modo de fratura. A análise estatística foi realizada utilizando o software GraphPad Prism



versão 6.0. Os valores da média da adaptação marginal foram de: VITA CAD-Temp® 60,61 ( $\pm$  9,99)  $\mu\text{m}$ , PEEK 46,75 ( $\pm$  8,26)  $\mu\text{m}$ , Telio CAD-Temp 56,10 ( $\pm$  5,65)  $\mu\text{m}$ , e Protemp™ 4 193,07 ( $\pm$  35,96)  $\mu\text{m}$  ( $P < 0,001$ ). A média da adaptação interna foi de: VITA CAD-Temp® 124,94 ( $\pm$  22,96)  $\mu\text{m}$ , PEEK 113,14 ( $\pm$  23,55)  $\mu\text{m}$ , Telio CAD-Temp 110,95 ( $\pm$  11,64)  $\mu\text{m}$  e, Protemp™ 4 143,48 ( $\pm$  26,74)  $\mu\text{m}$ . A média de resistência à fratura foi de: VITA CAD-Temp® 361,01 ( $\pm$  21,61) N; PEEK 802,23 ( $\pm$  111,29) N; Telio CAD-Temp 719,24 ( $\pm$  95,17) N; Protemp™ 4 416,40 ( $\pm$  69,14) N. Uma análise de variância mostrou uma diferença estatisticamente significativa para a fenda marginal, ajuste interna, e resistência à fratura entre todos os grupos ( $p < 0,001$ ). No entanto, o modo de fratura mostrou-se semelhante para todos os grupos. Coroas provisórias fabricadas em CAD/CAM demonstraram ajuste superior e uma melhor resistência em relação a coroas provisórias diretas.

Alkharrat *et al.* (2017), investigaram *in vitro* os efeitos da infraestrutura de suporte de próteses fixas e as condições de carga no comportamento de fratura com infraestruturas em zircônia recoberta por dissilicato de lítio. Com base em um modelo para prótese fixa de 3 elementos na região molar (dente na região do elemento 15, implante na região do elemento 17), 16 estruturas foram fabricadas. Outros 16 estruturas foram obtidas de forma semelhante, usando um modelo no qual o dente foi substituído por um implante. Os espécimes foram submetidos a 10.000 ciclos térmicos entre 6°C e 60°C e 1.200.000 ciclos de mastigação com uma magnitude de força de 100 N. Todas as amostras foram posteriormente carregadas até a fratura em uma máquina de ensaio universal. Metade das infraestruturas foram sujeitadas a carga central e axial no pântico, e a outra metade a cargas excêntricas e oblíquas em uma

cúspide do pântico. Não foram observadas falhas após o envelhecimento artificial. As cargas de fratura das restaurações dento-implanto-suportadas foram  $1636 \pm 158$  e  $1086 \pm 156$  N para carga axial e oblíqua, respectivamente. Próteses fixas suportadas por implante foram fraturadas à  $1789 \pm 202$  e  $1200 \pm 68$  N, respectivamente. As diferenças foram significativas para aplicação de carga ( $p < 0,001$ ) e tipo de suporte ( $p = 0,020$ ). Para os dois tipos de aplicação de carga, o modo de fratura diferenciou substancialmente: fratura completa foi observada para carga centrada e axial, enquanto a falha mista coesa/adesiva foram observadas para muitas estruturas carregadas excêntrica e obliquamente. Os autores concluíram que a alta incidência de lascamento de restaurações totalmente cerâmicas implanto suportadas pode ser reduzida pelo uso de um revestimento de dissilicato de lítio e a infraestrutura confeccionada em CAD/CAM.

### **3. PROPOSIÇÃO**

#### **3.1 Objetivo Geral**

Avaliar as características mecânicas e adesivas de um compósito reforçado com fibras de vidro (CRFV), comparando-o com a dentina humana, testando a hipótese de que esse material possui comportamento mecânico e adesivo semelhantes à dentina.

#### **3.2 Objetivos Específicos**

1 – Determinar a densidade, razão de Poisson, módulo de elasticidade e dureza do CRFV, e comparar os valores obtidos com a dentina humana, testando a hipótese de igualdade dos dois materiais.

2 – Avaliar a topografia do CRFV com e sem condicionamento com ácido hidrófluorídrico (HF) 10% em diferentes tempos, testando a hipótese de que o condicionamento ácido gera modificações topográficas no material.

3 – Comparar a resistência de união do CRFV a um material cerâmico com a resistência de união da dentina a um material cerâmico, testando a hipótese de que os valores de união são semelhantes.

4 – Avaliar a carga de fratura em compressão de uma cerâmica feldspática cimentada sobre CRFV e dentina, testando a hipótese de que os valores obtidos são semelhantes para os dois substratos.

## 4. MATERIAIS E MÉTODOS

Para a realização desta pesquisa, o projeto foi qualificado e enviado para apreciação do Comitê de Ética em Pesquisa (CEP) da Universidade de Passo Fundo (UPF), e aprovado sob o número de parecer 2.033.250 (anexo). Os dentes humanos, utilizados nesta pesquisa, foram obtidos no Banco de dentes da UPF.

### 4.1 Avaliação da densidade ( $\rho$ ), módulo de elasticidade ( $E$ ) e razão de Poisson ( $\nu$ )

A mensuração da densidade, módulo de elasticidade e razão de Poisson dos corpos de prova (CP) de dentina e CRFV foi efetuada no laboratório de materiais dentários da University of Mississippi Medical Center (UMMC), com o auxílio do professor Jason Griggs. Para uma comparação dos dados provenientes do CRFV e dentina com um material já utilizado em pesquisas como substituto da dentina (CLELLAND *et al.*, 2006; WANG *et al.*, 2007; YI & KELLY, 2008; DIBNER & KELLY *et al.*, 2010, KELLY *et al.* 2010), corpos de prova desse material (NEMA GRADE G10, Piedmont Plastics Inc., Charlotte, EUA) também foram obtidos e testados.

A dentina foi obtida de molares humanos extraídos. Cinco molares hígidos (n=5) foram higienizados com o auxílio de curetas periodontal, e, para a exposição de dentina, tiveram suas cúspides seccionadas 2 mm abaixo da cúspide mais proeminente, com o auxílio de um disco diamantado dupla face (KG Sorensen, Cotia, SP, Brasil) em baixa rotação, acoplado a uma peça de mão. Esse procedimento foi efetuado sob refrigeração de água. Após isso, a porção coronária foi seccionada próxima da junção amelocementária. O esmalte circundante foi removido com o auxílio de broca diamantada (FG 2155F, KG Sorensen, Cotia, SP, Brasil) em alta rotação, sob refrigeração, e com auxílio de microscopia endodôntica para correta localização da junção amelodentinária. Em seguida, os blocos de dentina tiveram suas superfícies regularizadas em lixas d'água na sequência de granulometria 600, 800, 1200 e 2000 até atingirem uma espessura final de 2 mm, mensurados com um paquímetro digital (500-196 30B, Mitutoyo, Japão). Por se tratar de um material biológico, as amostras foram imersas em hipoclorito de sódio 5, 25% durante 5 minutos para descontaminação e remoção de material orgânico, abundantemente lavadas e armazenadas em um recipiente lacrado contendo água destilada.

O compósito reforçado por fibras de vidro (CRFV, Isocompósitos, Três Cachoeiras, RS, Brasil) pode ser fornecido em diferentes matrizes. Para o presente experimento, optou-se pela utilização de uma matriz isoftálica. As barras do material fornecidas pela empresa passaram por um processo de usinagem em torno mecânico na Faculdade de Engenharia Mecânica da UPF, até a obtenção de barras em formato cilíndrico com 12 mm de diâmetro. Em seguida, as barras cilíndricas eram posicionadas em uma cortadeira metalográfica (Miniton, Strues APS, Cotia, SP, Brasil)

para as secções transversais como o auxílio de um disco de corte (IsoMet 15LC, Buehler, EUA). Cinco corpos de prova (CP) foram obtidos para a mensuração do  $E$  e  $\nu$  com as amostras “a seco” ( $n=5$ ), e cinco para a mensuração com as amostras “hidratadas” ( $n=5$ ), sendo estas amostras armazenadas em água destilada a  $37^{\circ}\text{C}$  durante 15 dias. Em todos os casos, os CP tiveram suas superfícies regularizadas em lixas d’água na sequência de granulometria 400, 600, 800, 1200, 2000 até atingirem uma espessura final de 2 mm, mensuradas com paquímetro digital. A obtenção dos corpos de prova de NEMA G10 seguiu o mesmo protocolo descrito para CRFV, sendo também confeccionados amostras para avaliação das propriedades mecânicas deste substrato “hidratado” ( $n=5$ ).

#### 4.1.1 Densidade ( $\rho$ )

Com a confecção dos corpos de prova, como descrito anteriormente, a  $\rho$  dos substratos foi avaliada por meio do Princípio de Arquimedes, seguindo a norma ASTM B962 (2008). As massas dos CP secos e imersos em água destilada foram mensurados em uma balança analítica. A partir disso, a densidade foi calculada a partir da equação 1:

$$\rho = \frac{m_{ar}}{m_{ar} - m_{\acute{a}gua}} \cdot \rho_{\acute{a}gua} \quad (1)$$

Onde  $m_{ar}$  e  $m_{\acute{a}gua}$  são as massas dos CP ao ar e imersas em água respectivamente, e  $\rho_{\acute{a}gua}$  é a densidade da água em temperatura ambiente.

#### 4.1.2 Módulo de Elasticidade ( $E$ ) e Razão de Poisson ( $\nu$ )

Com os corpos de prova confeccionados, o  $E$  e  $\nu$  foram avaliados pelo método dinâmico em um aparelho de transmissão de ondas ultrassônicas (pulso-eco) (Pulser-Receiver 5900PR, Panametrics, USA), com o auxílio de dois transdutores de onda, um longitudinal (V208-RM, Panametrics, EUA) e outro transversal (V222-BB-RM, Panametrics, EUA), ambos de 20 MHz. O tempo de voo do pulso ultrassônico foi determinado em um osciloscópio (TDS 1002, Tektronix, EUA). As equações 2 e 3 foram utilizadas para o cálculo das velocidades longitudinal e transversal do pulso ultrassônico:

$$V_T = \frac{2b}{t_T} \quad (2)$$

$$V_L = \frac{2b}{t_L} \quad (3)$$

Onde  $V$  é a velocidade,  $b$  é a espessura da amostra e  $t$  é o tempo de voo do pulso ultrassônico.  $T$  e  $L$  referem-se as ondas transversais e longitudinais, respectivamente.

Com os cálculos das velocidades obtidos, obteve-se o Módulo Elástico e a Razão de Poisson pelas equações 4 e 5, propostas na norma ASTM E494-95 (2001):

$$E = \rho \cdot \left( \frac{3 \cdot V_T^2 \cdot V_L^2 - 4 \cdot V_T^4}{V_L^2 - V_T^2} \right) \quad (4)$$

$$\nu = 0,5 \cdot \frac{V_L^2 - 2 \cdot V_T^2}{V_L^2 - V_T^2} \quad (5)$$

Onde  $\rho$  é a densidade.



Os valores de  $\rho$ ,  $E$  e  $\nu$  obtidos para a dentina, CRFV e NEMA G10 foram comparados estatisticamente por Anova 1-fator e Tukey ( $\alpha=0,05$ ).

#### 4.2 Dureza Knoop (*HK*)

Para mensuração da microdureza Knoop do CRFV, foram confeccionadas 10 amostras com aproximadamente 4 mm de espessura final, obtidas e regularizadas da maneira já descrita anteriormente. As amostras foram levadas a um aparelho microdurômetro (Shimadzu HMV-G20ST, Kyoto, Japão), onde endentações em forma de losango foram efetuadas. Após teste piloto, a carga selecionada foi de 100 g, e o tempo de penetração foi de 15 s. Dez endentações por amostra foram efetuadas, com uma distância de 1 mm entre cada penetração. Os valores resultantes de micro dureza são resultantes de acordo com a fórmula 6, proposta na norma ASTM D1474 (2008):

$$HK = \frac{P}{C_p \cdot L^2} \quad (6)$$

Onde  $P$  é a carga aplicada em Kgf,  $L$  é o comprimento da impressão,  $C$  é uma constante de correção ao formato do penetrador ( $C=0,07028$ ).

### **4.3 Análise topográfica quantitativa (rugosímetro) e qualitativa (MEV)**

Para avaliação da rugosidade superficial do CRFV em diferentes tempos de condicionamento com ácido hidrófluorídrico 10% (HF 10%), foram obtidos doze discos a partir do cilindro padrão do material. Para isso, o cilindro (12 mm de diâmetro) foi posicionado em uma cortadeira metalográfica, e seccionado por um disco de corte, à uma velocidade de 150 RPM. As superfícies das amostras foram padronizadas com lixas d'água na sequência de granulometria de 320, 600, 800, 1200 e 2000, resultando em uma espessura final de 4 mm. As amostras foram aleatoriamente distribuídas em 4 grupos, conforme o tempo de condicionamento de superfície com HF 10% (Condac Porcelana, FGM, Joinville - SC, Brasil): 15, 30, 45 e 60 s (n=3). Após o condicionamento, os CP passaram por uma limpeza em banho sônico com álcool isopropílico para remoção de debris durante 60 s. Para a leitura, cada amostra foi posicionada em um aparelho de mensuração de rugosidade (SJ-410, Mitutoyo, Tokyo, Japão). Três leituras por amostra foram efetuadas, com uma distância percorrida de 7,5 mm da superfície. Os dados foram coletados e comparados estatisticamente pelos testes de Anova 1-fator e Tukey ( $\alpha=0,05$ ).

A avaliação qualitativa em microscópio eletrônico de varredura (MEV - VEGA 3LM Tescan, Kohoutovice, República Tcheca) foi efetuada após os mesmos tempos de condicionamento com HF 10% utilizados para a rugosidade. As amostras foram obtidas e regularizadas da mesma maneira já descrita anteriormente. Uma amostra por tempo de condicionamento foi confeccionada. Também obteve-se imagens de uma

amostra sem condicionamento. Previamente à obtenção das imagens em MEV, a superfície condicionada foi coberta com uma liga de ouro/paládio.

#### **4.4 Avaliação da resistência de união à restauração (ensaio de microtração)**

*Obtenção do substrato dentina:* Dez molares humanos (n=10) foram rigorosamente selecionados e higienizados. A face oclusal de cada molar foi seccionada 2 mm abaixo da cúspide mais proeminente. Esta superfície, que representa a face de cimentação, foi regularizada com o auxílio de lixas d'água (400, 600, 800, 1200 e 2000) para completa exposição do tecido dentinário, sem remanescente de esmalte dental. Para a obtenção de uma base com uma espessura final de 4 mm paralela com a face de cimentação já regularizada, efetuou-se uma nova secção próximo da junção amelocementária. Essa base foi regularizada até a espessura desejada com lixas. Posteriormente, a câmara pulpar foi higienizada com curetas de dentina e brocas *carbide* de calibre compatível ao seu tamanho, promovendo a remoção de remanescente orgânico. Um sistema adesivo de 3 passos (Scotch Bond Multipurpose, 3M ESPE, Sumaré, SP, Brasil) foi aplicado na câmara pulpar, e essa foi preenchida com uma resina composta (Z350 XT, 3M ESPE, Sumaré, SP, Brasil), (*Figura 1*), para a obtenção de um substrato com espessura padronizada, livre do defeito que o espaço pulpar fornece. Feito isso, as bases foram levadas até uma estufa regulada para uma temperatura de 37°C, em recipiente lacrado contendo água destilada e armazenadas até o processo de cimentação.



*Figura 1 - Bases de substrato dentinário (Câmara pulpar preenchida).*

*Obtenção do substrato CRFV:* As bases deste substrato foram obtidas através da secção em cortadeira metalográfica do cilindro do material, gerando discos com 12 mm de diâmetro e 4 mm de espessura. O teste de união foi efetuado com dois tempos de condicionamento superficial com HF 10%: 15 e 60 s, resultando em dois grupos (n=10, *Figura 2*).



*Figura 2 - Cilindro de CRFV após a usinagem em torno, com diâmetro de 12 mm, e bases de CRFV com 4mm de espessura.*

*Material restaurador:* Uma cerâmica feldspática (Vitablocs Mark II, Vita, Bad Säckingen, Germany), comercializada em blocos para

usinagem em sistemas de CAD/CAM, foi selecionada para ser cimentada sobre estes substratos. Foram obtidos 30 blocos desta cerâmica, com o auxílio de uma cortadeira metalográfica com um disco diamantado acoplado. Os cortes foram efetuados à uma velocidade de 150 RPM sob refrigeração. Posteriormente, os blocos tiveram suas superfícies regularizadas com lixas d'água (380, 600 e 800) até uma espessura final de 4 mm (*Figura 3*).



*Figura 3 - Blocos de cerâmica com 4 mm de espessura.*

O protocolo de cimentação utilizado foi:

- *Tratamento superficial da dentina*: a superfície de cimentação deste substrato foi condicionada com ácido fosfórico 37% (Condac 37%, FGM, Joinville, SC, Brasil) por 15 s, lavada com spray de ar/água durante 30 s, e seca com bolinhas de algodão. Após, aplicou-se o adesivo Adper Single Bond 2 (3M ESPE, Sumaré, SP, Brasil), compatível com o cimento resinoso selecionado, com o auxílio de aplicadores descartáveis. Aguardou-se por um tempo de 20 s para completa volatilização dos componentes do primer, e realizou-se a polimerização com um aparelho de luz LED azul (D2000, DMC, São Carlos, SP, Brasil), durante 20 s.

- *Tratamento superficial do CRFV e cerâmica:* a superfície de cimentação do CRFV foi condicionada com HF 10% nos dois tempos já descritos. Após, foi lavada com spray ar/água durante 30 s, seca com jatos de ar, e condicionada novamente com ácido fosfórico 37% para a inativação de sais deixados pelo condicionamento; lavada novamente durante 30 s e seca. A superfície da cerâmica feldspática foi condicionada por 60 s com HF 10%, lavada com spray ar/água durante 30 s, seca, condicionada novamente com ácido fosfórico 37%, lavada novamente e seca. Ambos os materiais tratados receberam a aplicação de um agente de união silano (Prosil, Dentsply, Petrópolis, RJ, Brasil), aplicado de forma ativa com microbrush (KG Sorensen, Cotia, SP, Brasil). Aguardou-se 60 s para completa volatilização do solvente, então o adesivo foi aplicado e fotopolimerizado por 20 s, como descrito anteriormente.

Em todos os grupos, o cimento resinoso (RelyX ARC, 3M ESPE, Sumaré-SP, Brasil) foi dispensado em um bloco de espatulação, e suas pastas foram misturadas de acordo com as especificações do fabricante. Após isso, o cimento foi aplicado sobre a superfície condicionada da cerâmica, e o conjunto foi posicionado na face hibridizada dos substratos, para então ser levado a um dispositivo de peso com 750 g para padronização da espessura do cimento. Os excessos foram removidos com o auxílio de uma sonda exploradora e aplicadores descartáveis, e então o conjunto foi fotoativado durante 40 s em cada face. Após as amostras foram armazenadas em recipiente contendo água destilada em estufa à uma temperatura de 37° C por no mínimo 24 h para completa polimerização do cimento resinoso.

Decorrido este tempo, os CP foram fixados em um dispositivo de PVC, o qual foi preenchido com resina acrílica quimicamente ativada

(Resina Acrílica JET, Clássico, Campo Lima, SP, Brasil). A face de cimentação de cada CP foi protegida por uma lâmina de cera 7 (Figura 4) para evitar injúria térmica decorrente da polimerização da resina acrílica. Com a fixação dos CP neste dispositivo, o conjunto foi posicionado em uma cortadeira metalográfica, e seccionado por um disco diamantado à uma velocidade de 150 RPM. Os cortes foram feitos nos eixos x e y (Figura 5), para a obtenção de microbarras com área transversal de aproximadamente 1 mm<sup>2</sup> (Figura 6) conforme metodologia descrita por Sano *et al.*, 1994.

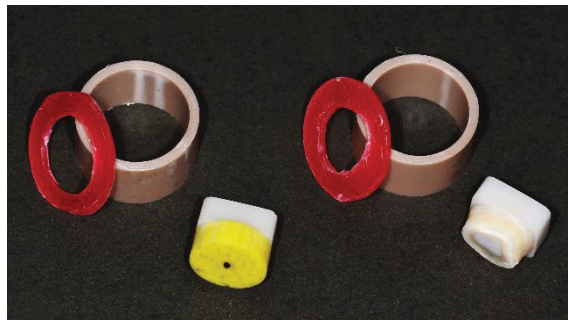


Figura 4 - Confeção do dispositivo para estabilização do conjunto substrato/cerâmica.

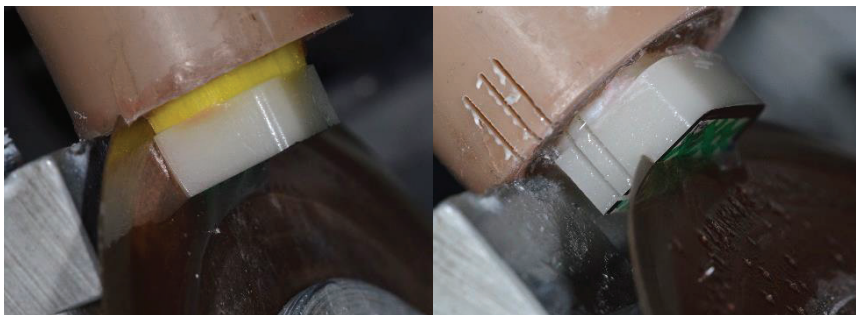
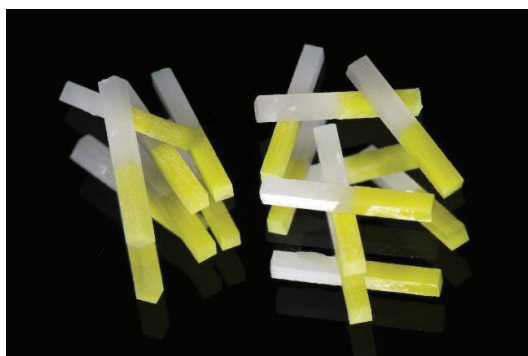


Figura 5 - Dispositivo posicionado na cortadeira metalográfica.



*Figura 6 - Microbarras transversais (palitos) com aproximadamente 1mm<sup>2</sup> de área transversal (CRFV/cerâmica).*

As microbarras passaram por uma avaliação criteriosa previamente ao ensaio de microtração. As que apresentavam algum tipo de falha foram descartadas. A área de cimentação foi obtida através da mensuração com um paquímetro digital. Para a realização do teste, cada micro barra foi posicionada em um dispositivo específico para o ensaio e unida (através de suas pontas) com uma cola a base de cianocrilato (Super Bonder Gel, Loctite, Itapevi, SP, Brasil). Esse dispositivo foi posicionado em uma máquina de ensaio universal (EMIC DL2000, São José dos Pinhais, PR, Brasil), configurada com uma célula de carga de 200 N, e uma velocidade de tração de 0,5 mm/min. O ensaio foi realizado até a falha.

O modo de falha foi classificado em uma lupa estereoscópica em: adesiva da interface cerâmica (A/C), adesiva da interface CRFV (A/CRFV), adesiva da interface dentina (A/DH), Mista (M) - pela presença de cimento em ambas as interfaces dos substratos -, ou coesiva do cimento (CC). Algumas amostras foram selecionadas para sua avaliação em MEV. Os valores de resistência à microtração foram computados e comparados por Anova 1-fator e teste de Tukey ( $\alpha=0,05$ ),



considerando os blocos como unidade experimental, e Weibull, considerando os palitos como unidade experimental. Como havia uma quantidade excessiva de palitos para a análise de Weibull, efetuou-se o sorteio de 5 blocos (dos 10 testados em cada grupo) para essa análise, através do software Bioestat (Biostat 5.3, AnalystSoft)

#### **4.5 Avaliação da carga de fratura (teste de compressão)**

Bases de CRFV e bases de dentina (n=33) foram confeccionadas para a avaliação da carga de falha do material restaurador por compressão. As bases foram confeccionadas da mesma forma já descrita. Fatias da cerâmica feldspática foram obtidas com o auxílio de uma cortadeira metalográfica, e suas superfícies foram regularizadas com lixas d'água (380, 600 e 800), até uma espessura final de 1,5 mm (*Figura 7*). O processo de cimentação das fatias de cerâmica aos substratos de dentina e CRFV pode ser encontrado no capítulo anterior.

Após a cimentação, as amostras foram armazenadas em um recipiente contendo água destilada em uma estufa configurada à uma temperatura de 37°C, para completa polimerização do cimento resinoso. Decorrido este tempo, as amostras foram submetidas a uma carga compressiva em uma máquina de ensaio universal, com uma célula de carga de 5000 N, e uma velocidade de 1 mm/min. Um recipiente preenchido com água destilada a 37°C foi utilizado para a realização do teste imerso em água. A carga foi aplicada por um pistão de aço inoxidável e ponta plana, com um diâmetro de aproximadamente 3 mm, no centro do CP, uma tira de poliéster foi posicionada entre o pistão e a cerâmica para diminuição das tensões do pistão. O teste era interrompido ao primeiro

som audível da trinca, o qual também foi detectado com o auxílio de um software de captação acústica (Audacity 2.0, Audacity). Os dados foram comparados estatisticamente por uma análise de Weibull.



*Figura 7 - Fatias de cerâmica feldspática com 1,5 mm de espessura.*

## 5. RESULTADOS

### 5.1 Densidade, Módulo Elástico e Razão de Poisson

Os resultados da densidade e das constantes elásticas, bem como a comparação estatística dos valores, estão ilustrados na *Tabela 1*. Como não há dados de dentina seca, e os dados do grupo NEMA G10 seco são provenientes da literatura, não efetuou-se comparação estatística do módulo de elasticidade e razão de Poisson nessa condição. Para as três características testadas ( $\rho$ ,  $E$  e  $\nu$ ), houve diferença significativa entre os materiais ( $p=0,000$ ). Ambos materiais resinosos reforçados por fibra de vidro (CRFV e NEMA G10) tiveram  $\rho$ ,  $E$  e  $\nu$  estatisticamente diferentes da dentina. CRFV e NEMA G10 tiveram valores estatisticamente semelhantes de  $\rho$  e  $E$ .

Tabela 1 - Médias da densidade, módulo Elástico e razão de Poisson dos substratos. Tukey ( $\alpha=0,05$ ).

SUBSTRATO	DENSIDADE (g/cm <sup>3</sup> )	MÓDULO ELÁSTICO (GPa)		RAZÃO DE POISSON	
		SECO	ÚMIDO	SECO	ÚMIDO
DENTINA	2,15 ± 0,03 A	-	21,68 ± 1,00 A	-	0,33 ± 0,01 A
CRFV	1,90 ± 0,03 B	13,11 ± 0,28	13,11 ± 0,50 B	0,43 ± 0,003	0,44 ± 0,004 C
NEMA G10	1,90 ± 0,01 B	14,9*	13,10 ± 0,30 B	0,31*	0,40 ± 0,002 B

\* Dados removidos de Yi e Kelly 2008.

\*\* Letras iguais indicam ausência de diferença estatística.

## 5.2 Análise topográfica, rugosidade superficial e dureza

### 5.2.1 Avaliação qualitativa em MEV

As figuras 8 à 12 ilustram a topografia das amostras de CRFV sem condicionamento, e após o condicionamento com HF 10% por diferentes tempos. Na *Figura 8*, que representa a imagem sem condicionamento, não são visíveis os limites entre fibras de vidro e matriz resinosa. Nota-se uma camada interferente de debris, decorrente do preparo superficial da amostra.

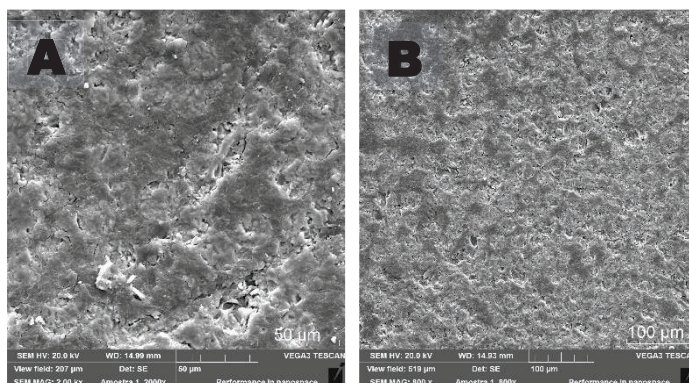
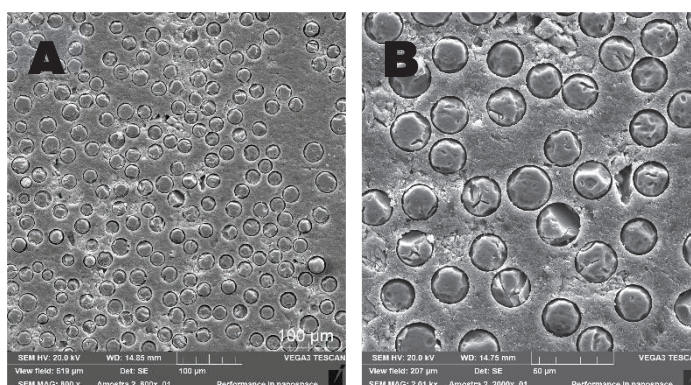
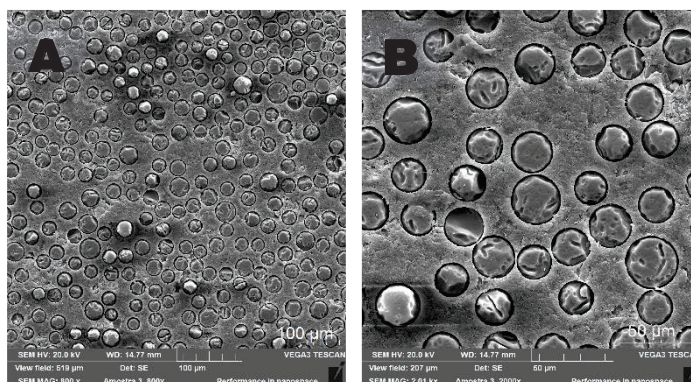


Figura 8 - CRFV sem condicionamento ácido.

Com a realização do condicionamento com HF 10% percebe-se a remoção da camada interferente de debris, ocorrendo exposição das fibras na matriz resinosa. Na *Figura 10*, *Figura 11* e *Figura 12*, correspondentes aos tempo de 30, 45, e 60 s, respectivamente, nota-se uma maior degradação das fibras colágenas com o aumento do tempo de condicionamento.



*Figura 9 – CRFV após 15s de condicionamento com HF.*



*Figura 10 - CRFV após 30s de condicionamento com HF.*

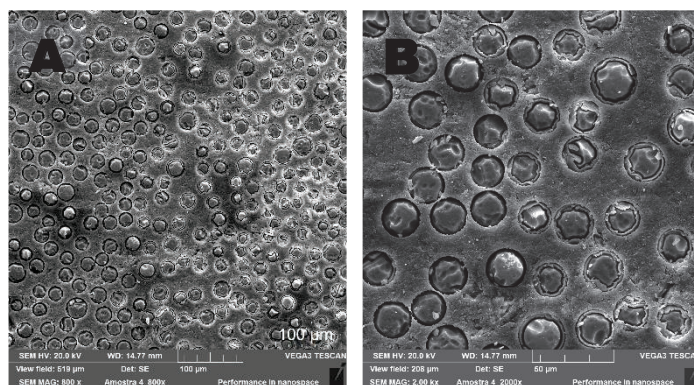


Figura 11 - CRFV após 45s de condicionamento com HF.

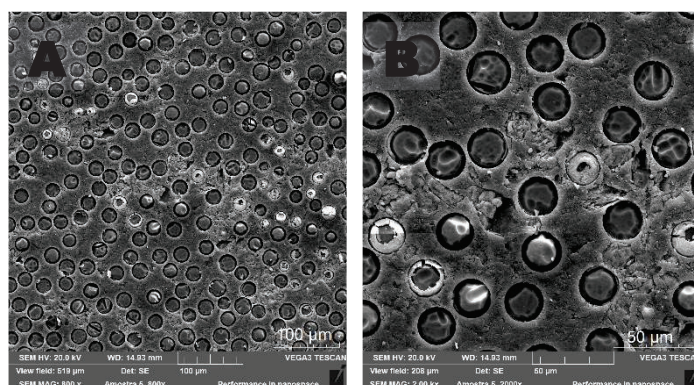


Figura 12 - CRFV após 60s de condicionamento com HF.

### 5.2.2 Rugosidade

A média e desvio padrão de rugosidade (Ra) das amostras de CRFV condicionadas em diferentes tempos estão ilustrados na *Tabela 2*. Observa-se que os valores de Ra aumentaram conforme aumentou o tempo de condicionamento da superfície, resultando em diferença estatística ( $p=0,021$ ) entre o grupo 60 s e os grupos 15 e 30 s.



Tabela 2 - Média e desvio padrão de Ra, e agrupamento estatístico pelo teste de Tukey ( $\alpha=0,05$ )

TEMPO DE COND.	RUGOSIDADE (RA)
15 s	0,656 ± 0,11 B
30 s	0,658 ± 0,08 B
45 s	0,683 ± 0,18 AB
60 s	0,830 ± 0,25 A

\*Letras diferentes nas colunas representam diferença estatística.

### 5.2.3 Resultados da Dureza Knoop (HK)

A dureza Knoop do CRFV, mensurada em amostras que não sofreram condicionamento superficial com HF 10%, foi de  $HK = 53,14 \pm 8,02$  GPa.

### 5.3 Resistência de união adesiva (Ensaio de Microtração)

Os resultados médios de resistência adesiva obtidos para os grupos dentina, CRFV 15 e CRFV 60, bem como o desvio padrão, módulo de Weibull ( $m$ ) e resistência características ( $\sigma_0$ ), estão ilustrados na *Tabela 3* e no *Gráfico 1*. Não há diferença entre as médias de resistência adesiva dos grupos estudados ( $p=0,105$ ). O módulo ( $m$ ) obtido para a dentina foi menor do que o  $m$  obtido para CRFV 15 e CRFV 60. Isso pode ser visto pela ausência de sobreposição nos intervalos de confiança (IC) dos grupos. Os valores de resistência característica dos grupos possuem seus intervalos de confiança sobrepostos, não havendo diferença entre eles.

Tabela 3 - Média, Módulo de Weibull ( $m$ ) e Resistência Característica ( $\sigma_0$ ) da união dos substratos a uma cerâmica feldspática.

SUBSTRATO	CARGA ADESIVA (MPa)		$m$ (IC)	$\sigma_0$ (IC)
	Média	Desvio Padrão		
DENTINA	10,94 A	1,95	2,69 (2,30 – 3,14)	11,65 (10,76 – 12,62)
CRFV 15	10,14 A	1,02	3,55 (3,16 – 3,99)	11,93 (11,40 – 12,49)
CRFV 60	9,60 A	0,78	3,58 (3,20 – 4,01)	10,92 (10,44 – 11,42)

\* Letras diferentes na coluna, representa diferença estatística.

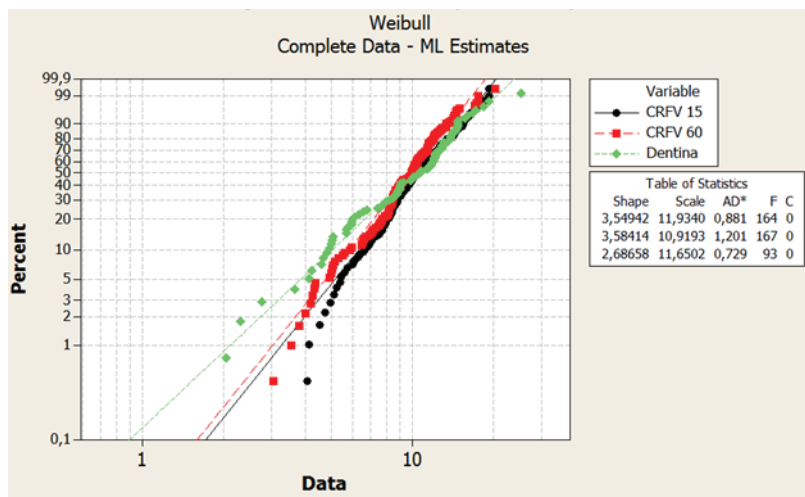


Gráfico 1 - Distribuição de Weibull da resistência de união dos diferentes substratos ao material restaurador.

A Tabela 4 ilustra as porcentagens do padrão de falha para os substratos. A falha predominante foi na interface adesiva com a cerâmica para os três grupos, indicando uma boa adesão do CRFV ao cimento resinoso. CRFV 15 teve a maior porcentagem deste tipo de falha. A

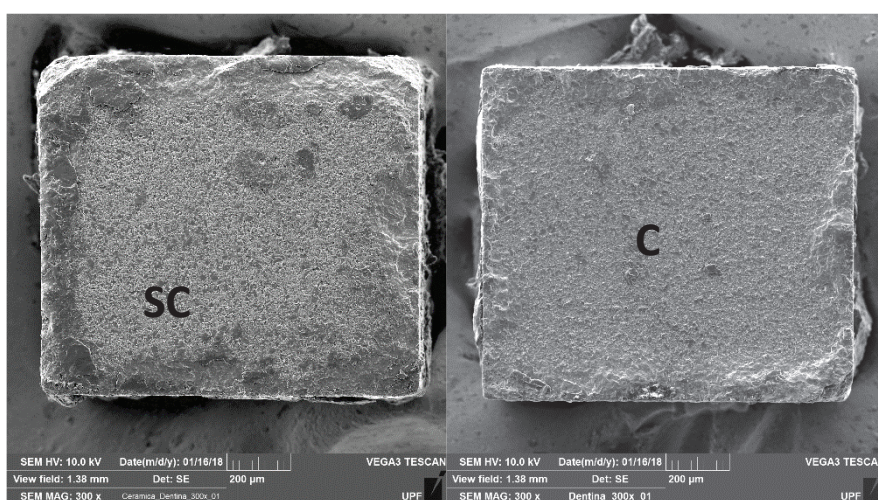


dentina apresentou uma maior porcentagem de falha na interface entre cimento e substrato, comparado aos demais grupos (30,7%).

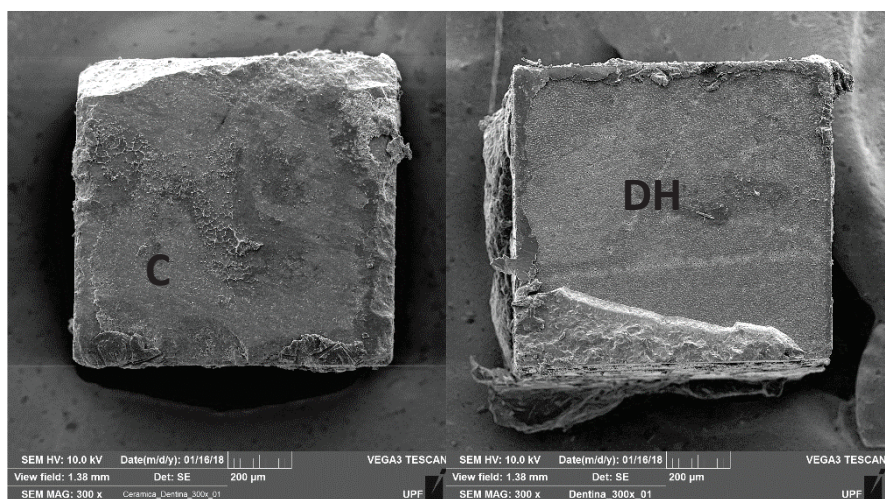
*Tabela 4 - Padrão de falha dos grupos testados em microtração.*

SUBSTRATO	PADRÃO DE FALHA %			
	A/C	A/CRFV - A/Dent.	M	CC
DENTINA	59,8	30,7	9,5	0
CRFV 15 s	79,8	4,2	15,5	0,6
CRFV 60 s	59,6	8,3	31,8	0,3

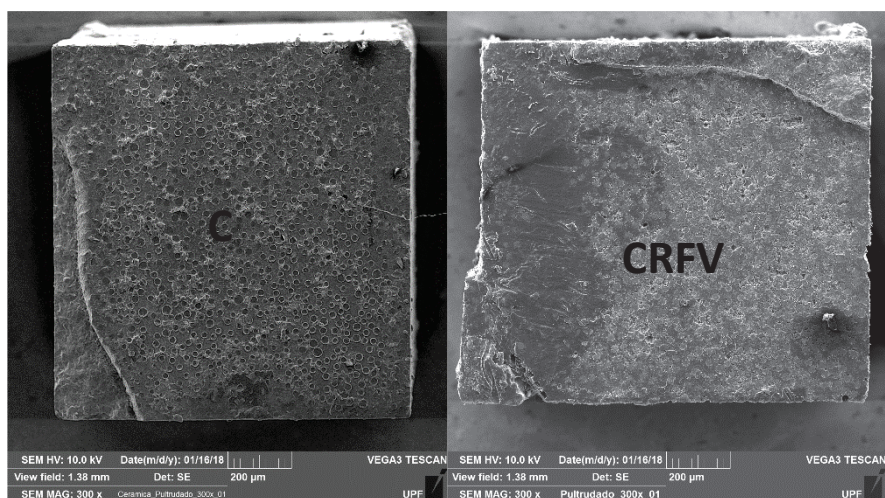
As figuras 13 à 17, são imagens representativas dos modos de falha obtidos no teste de microtração.



*Figura 13 - Falha do tipo adesiva cerâmica, onde o cimento se descolou do material restaurador. SC – Substrato cerâmico; C – Cimento.*

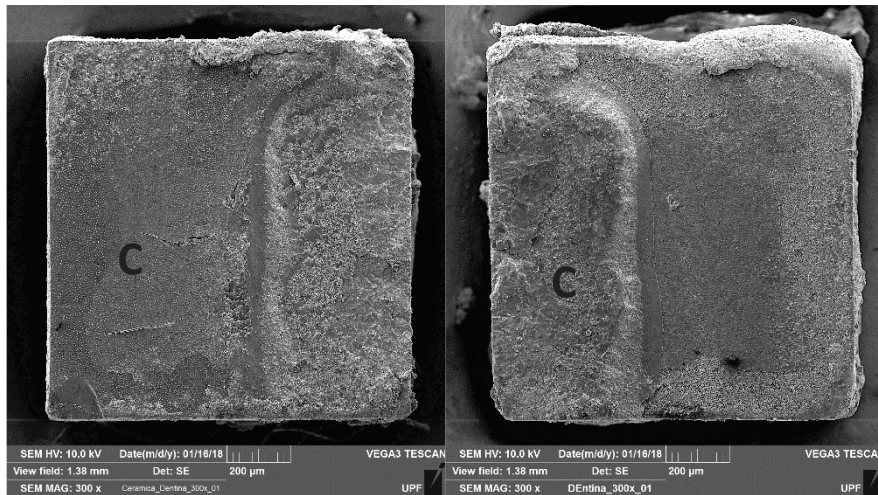


*Figura 14 - Falha do tipo adesiva dentina, onde houve predominância da área onde o cimento se desprende da dentina. C – Cimento; DH – Dentina humana.*

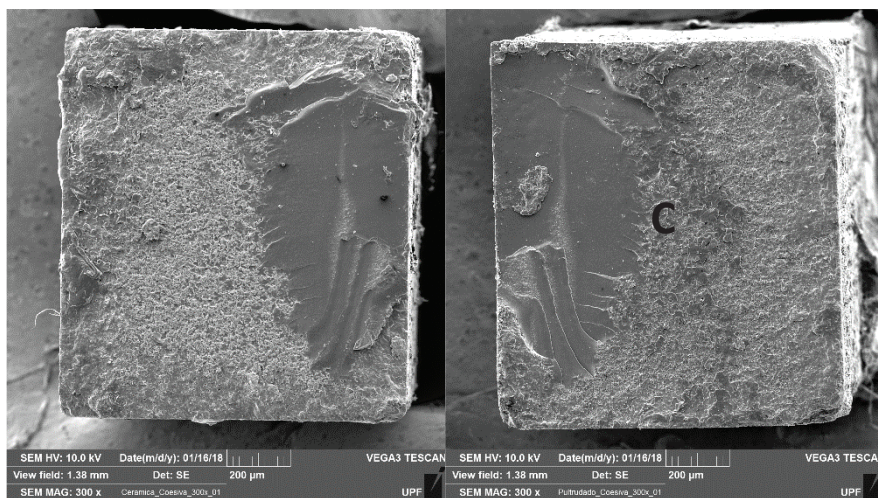


*Figura 15 - Falha do tipo adesiva CRFV, onde houve um desprendimento do cimento na interface com o CRFV. C – Cimento; CRFV – Compósito.*





*Figura 16 - Exemplo de falha do tipo mista. C - Cimento.*



*Figura 17 - Exemplo de falha do tipo coesiva do substrato.*

#### 5.4 Carga de fratura (Ensaio de compressão)

A comparação dos resultados obtidos para a carga de fratura estão ilustrados na *Tabela 5 e Gráfico 2*. Houve diferença em relação à média de carga de fratura da cerâmica sobre os diferentes substratos. A carga de fratura foi maior para o substrato dentinário, em relação ao CRFV. O  $m$  do grupo CRFV foi superior ao  $m$  do grupo dentina. As *Figura 17 e 18* representam o modo padrão de falha da cerâmica sobre os substratos, que foi 100% radial.

*Tabela 5 - Resultados da média, módulo de Weibull e resistência característica para carga de falha à fratura.*

SUBSTR.	CARGA COMPRESSIVA (N)		MÓDULO DE WEIBULL ( $m$ )	RESISTÊNCIA CARACTERÍSTICA	PADRÃO DE FALHA
	Média	SD			
DENTINA	424,7	71,0	5,53 (4,38 – 6,99)	455,43 (426,08 – 486,79)	100% Radial
CRFV	258,9	25,4	10,35 (8,08 – 13,26)	270,68 (261,37 – 280,33)	100% Radial

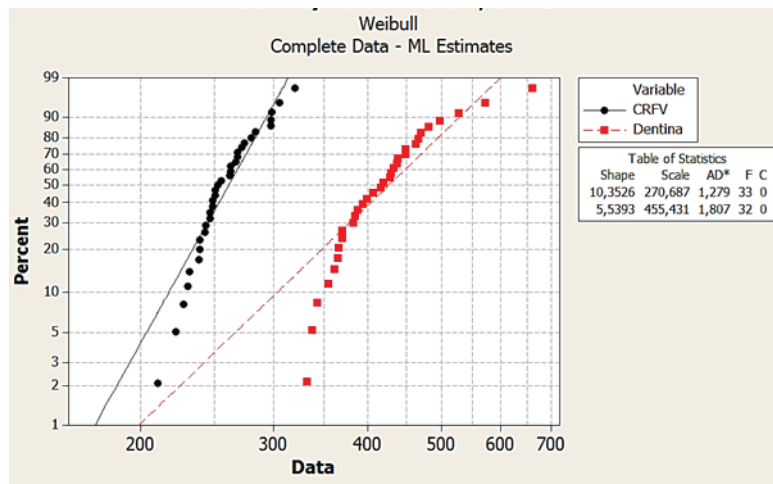


Gráfico 2 - Distribuição de Weibull para resistência a carga de fratura.

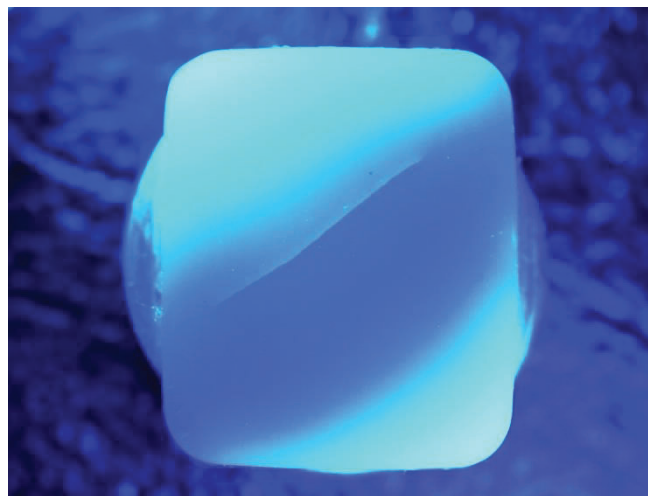


Figura 18 - Trinca radial no substrato CRFV.



*Figura 19 - Trinca radial no Substrato dentina humana.*

## 6. DISCUSSÃO

### 6.1 Densidade, Módulo Elástico e Razão de Poisson

Conhecer as propriedades físicas dos dentes e dos tecidos, a partir dos quais eles são formados, é importante para ajudar a entender o comportamento mecânico da estrutura dental (MEREDITH *et al.*, 1996; KINNEY *et al.*, 1996), e então compreender os efeitos da carga mastigatória (KINNEY *et al.*, 1999) e orientar no desenvolvimento de materiais restauradores (XU *et al.*, 1998; MIYAZAKI *et al.*, 2002).

A microestrutura da dentina consiste em uma fase tubular rica em minerais, denominada dentina peritubular, ao lado de uma fase de rede fibrilar rica em colágeno denominada dentina intertubular, reforçada com cristais de hidroxiapatita (MARSHALL *et al.*, 1997, ZISKIND *et al.*, 2011). Cada componente desta estrutura apresenta diferentes constantes elásticas, tornando a dentina um material híbrido e anisotrópico (ZISKIND *et al.*, 2011; ZAYSTEV *et al.*, 2015).

Em relação a caracterização da densidade e propriedades elásticas dos substratos, notamos que a densidade da dentina obtido neste estudo ( $2,15 \pm 0,03 \text{ g/cm}^3$ ) encontra-se próximo aos valores da densidade da dentina reportados por Pashley *et al.* (1985) e Fosse *et al.* (1992),  $1,80 \text{ g/cm}^3$  e  $2,30 \text{ g/cm}^3$ , respectivamente. Porém, estudos relacionam a

densidade da dentina com a quantidade de túbulos dentinários presente na amostra, a idade do paciente, e a área que foi removida da estrutura (PASHLEY *et al.*, 1985; FOSSE *et al.*, 1992;). Para este estudo, foi considerada a densidade da dentina correspondente à porção pulpar, uma vez que essa porção foi utilizada para os demais testes.

Comparando a densidade dos substratos CRFV e NEMA G10, percebe-se que não há diferença estatística entre eles, e ambos são menores quando comparados com a densidade do tecido dentinário mensurado nesse estudo. Apesar disso, os valores são bastante próximos, e são inclusive superiores aos valores encontrados para a dentina em estudo prévio ( $1,80 \text{ g/cm}^3$  - PASHLEY *et al.*, 1985).

Conhecer o módulo de elasticidade da dentina é importante para compreender seu comportamento diante de cargas mastigatórias. Por ser um material bastante heterogêneo e que depende de fatores como idade do paciente e área que foi removida da estrutura, há uma grande inconsistência nos valores de  $E$  existentes na literatura. Os valores de  $E$  para a dentina variam muito segundo achados da literatura, de 10,4 GPa até valor de 30 GPa, conforme os estudos de Craig & Peyton (1952), Gilmore *et al.* (1969), Huo *et al.* (2000), Palamara *et al.* (2000), Kinney *et al.* 1999, Kinney *et al.* (2001). Esses valores vão de encontro aos achados neste estudo ( $21,68 \pm 1,00 \text{ GPa}$ ). Essa disparidade também pode ser justificada pelas diferentes metodologias utilizadas para sua avaliação (PEYTON *et al.*, 1952). A razão de Poisson é definida como a razão da contração lateral pelo alongamento por uma tensão axial em um sólido (TSCHOEGL *et al.*, 2002). Teoricamente, um valor típico para materiais isotrópicos é de 0,25, mas o máximo pode ser tão alto quanto 0,50 (DELLA BONA *et al.*, 2009).



Este estudo realizou a mensuração do módulo Elástico e razão de Poisson da dentina, pela mesma metodologia que os substratos resinosos. Percebeu-se, pela avaliação dos valores obtidos com os materiais hidratados (nas mesmas condições da dentina hidratada), um menor valor no  $E$  dos materiais, em comparação com a dentina. Essa característica pode ter influenciado o resultado de outro teste realizado nesse estudo, que foi o teste de compressão de um material restaurador cimentado sobre esse substrato. Mesmo assim, os valores de  $E$  obtidos para o substrato experimental CRFV, hidratado, foi estatisticamente semelhante ao valor do substrato NEMA G10, tratado em inúmeros estudos com um “análogo da dentina” (CLELLAND *et al.*, 2006; WANG *et al.*, 2007; YI & KELLY, 2008; KELLY *et al.*, 2010; DIBNER & KELLY, 2013). Acredita-se, assim, que, em vista da semelhança nos valores de  $\rho$ ,  $E$  e  $\nu$  com o NEMA G10, o substrato CRFV pode ser empregado em estudos laboratoriais, a exemplo do G10. Porém, a denominação “análogo da dentina” deve ser evitada, pelas diferenças já mencionadas. Também, além da dentina, existem outros materiais bastante encontrados abaixo dos materiais restauradores, como: resinas compostas ( $E=5,7-25$  GPa - BRAEM *et al.*, 1986); liga metálica de níquel cromo ( $E=180$  GPa - KELLY *et al.* 2010); amálgama ( $E=27,6$  GPa - PILO *et al.*, 2002); e cimento resinoso ( $E=6,8-10,8$  GPa – BRESCHIAN PEST *et al.* 2002).

O compósito experimental testado é obtido pelo processo de pultrusão (*Figura 19*), sendo conhecido também como perfil pultrudado. Segundo Almeida (2004), seu módulo elástico é 17,5 GPa, valor este que vai de encontro ao valor obtido no presente estudo.

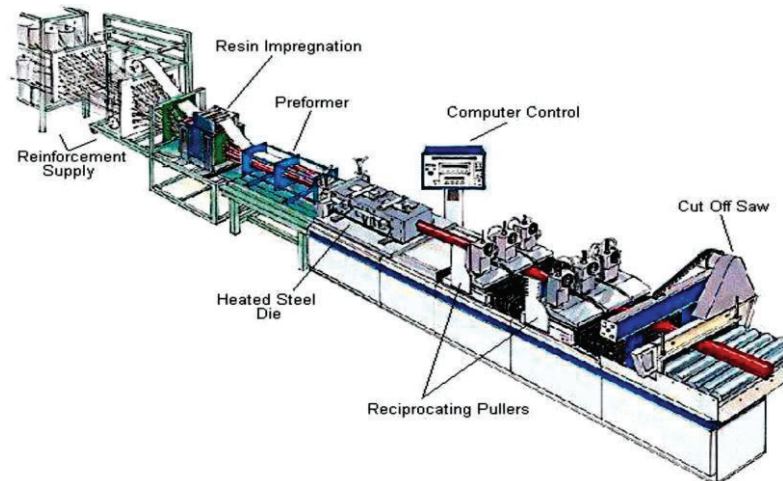


Figura 20 - Representação esquemática do sistema de Pultrusão.

Para sua obtenção, as fibras são saturadas por uma resina termoativada em uma banheira, e progressivamente tensionadas para dentro de uma matriz conformada com a geometria desejada do perfil (SUMERAK, 1997). Em comparação com o material G10, a matriz resinosa é diferente. Neste último, ela é uma matriz de resina epóxi, enquanto que o CRFV possui uma matriz resinosa isoftálica ou ortoftálica. Isso pode justificar a pequena diferença na  $v$  dos dois materiais.

## 6.2 Análise topográfica, rugosidade superficial e dureza

A retenção química e mecânica é necessária para uma união confiável (MOKHTARPOUR *et al.*, 2008). O condicionamento químico de cerâmicas com HF foi sugerido como um tratamento de superfície para a união de materiais resinosos; desde então, diferentes tempos de

condicionamento e concentração de ácido passaram a ser testados (WOLF *et al.*, 1993; CHEN *et al.*, 1998; CANAY *et al.*, 2001; DELLA BONNA & ANUSAVICE, 2002; HOOSHMAND *et al.*, 2008; NAVES *et al.*, 2010).

Partindo do princípio de adesão entre materiais orgânicos e inorgânicos, realizou-se a avaliação de diferentes tempos de condicionamento da superfície com HF 10%, uma vez que o CRFV possui fibras de vidro, estas que por sua vez são sensíveis ao condicionamento ácido e reagem com um agente de união silano (HAYAKAWA *et al.* 1992, AIDA *et al.* 1995, CHEN *et al.* 1998, OZCAN & VALLITU 2003). De acordo com Van Noort e Barbour (2013), o condicionamento superficial com HF em estruturas vítreas leva à uma maior rugosidade da superfície e um aumento da energia superficial. No presente estudo, as imagens em MEV após diferentes tempos de condicionamento deixam isso bastante claro. A Figura 8, sem condicionamento, mostra uma superfície onde os limites das fibras de vidro e a matriz resinosa não estão bem claros. Esta camada pode inclusive agir como um interferente para adesão com os materiais dentários. Já na figura 9, nota-se um condicionamento da superfície do CRFV com HF, expondo as fibras de vidro.

Nas *Figura 10 à Figura 12*, visualizamos a superfície do CRFV condicionado em tempos maiores. Nos tempos de 45 s e 60 s, percebe-se uma degradação periférica das fibras dentro da matriz, decorrida do elevado tempo de condicionamento. Essa maior degradação também se refletiu nos valores de rugosidade (Ra), que aumentaram com o aumento no tempo de condicionamento.

Em relação a dureza do CRFV, que resultou em um valor de 53,14  $\pm$  8,02, pode-se afirmar que o resultado é bastante próximo dos valores

obtidos para a dentina reportados na literatura: 46,3 (BORGES *et al.*, 2007), 47,2 (YILMAZ *et al.*, 2016), e 46,65 (TORRES *et al.*, 2017).

### **6.3 Resistência de união (Ensaio de Microtração)**

A determinação da resistência de união dos materiais adesivos à dentina é de grande importância e interesse (SANO *et al.*, 1994). A união aos materiais restauradores é requisito importante para o substrato; sendo assim, uma simulação laboratorial irá se aproximar da realidade clínica se o substrato utilizado reproduzir essa união. Na presente pesquisa, o substrato experimental resultou em resistência adesiva a um material restaurador cerâmico semelhante à dentina, nos dois tempos de condicionamento testados (15 e 60 s).

A distribuição de Weibull vem sendo amplamente utilizada para avaliar a probabilidade de falha de materiais. O módulo de Weibull ( $m$ ) fornece um indicativo de confiabilidade da interface e homogeneidade dos dados, e a resistência característica ( $\sigma_0$ ) fornece uma ideia de resistência adesiva na interface (WEIBULL, 1951; QUIN & QUIN 2009; PINHEIRO *et al.*, 2014). Ao avaliar esses dados, verificou-se que o  $m$  obtido com a cimentação sobre CRFV, independentemente do tempo de condicionamento, é significativamente maior quando comparado com a dentina. Isso se deve, mais uma vez, à característica heterogênea do substrato dentinário.

Mesmo sem diferença estatística, pôde-se notar que os dados do grupo CRFV 15 estão mais próximos à dentina do que os dados do grupo CRFV 60, provavelmente pela degradação provocada por esse elevado tempo em contato com o HF. Assim, 15 segundos foi tempo suficiente

para promover adesão ao CRFV. A boa adesão ao CRFV, em ambos os tempos de condicionamento, também pode ter refletido no baixo percentual de falhas do tipo adesiva/CRFV. O percentual de falha do tipo adesiva cerâmica foi a mais encontrada para todos os substratos. A falha do tipo adesiva no substrato dentinário (adesiva/dentina), encontrada em 30,7% dos corpos de prova desse grupo, é justificada pela umidade presente nesse substrato. A falha do tipo mista, encontrada em 31,8% dos CP do grupo CRFV 60, pode ser atribuída à degradação periférica da fibra devido ao alto tempo de condicionamento.

#### **6.4 Resistência à carga de fratura**

Nota-se uma diferença nos valores de carga de fratura da cerâmica feldspática utilizada nesse estudo quando cimentada sobre a dentina (média de 424,7 N) e sobre o CRFV (média de 258,9), implicando em uma resistência característica menor para o CRFV. Isso pode ser justificado pelo menor módulo elástico do CRFV, comparado ao da dentina. Materiais de menor  $E$  sofrem maior deflexões quando carregados em compressão (MIYAZAKI *et al.*, 2002). Esses achados precisam ser considerados quando o CRFV for utilizado como substrato em testes de laboratório. O fato do CRFV ser mais homogêneo do que a dentina também se refletiu no  $m$  do grupo cimentado sobre ele, que foi significativamente maior.

Assim sendo, o presente estudo caracterizou de forma detalhada um material fabricado no Brasil (Três Cachoeiras, Rio grande do Sul) com grande potencial de ser utilizado como substrato em testes laboratoriais. Suas características se assemelham a um material constantemente

denominado “análogo da dentina”. Por gerar dados de adesão e carga de fratura mais homogêneos do que a dentina, a utilização desse material pode eliminar o viés “tipo de dentina” dos trabalhos. Como algumas características desse material diferiram da dentina, a denominação “análogo” deve ser tratada com cuidado.

## 7. CONCLUSÃO

Diante dos resultados obtidos nesta pesquisa, pode-se concluir que o CRFV possui densidade, Razão de Poisson e Módulo de Elasticidade diferentes da dentina, e Dureza Knoop semelhante à dentina, rejeitando a primeira hipótese específica do estudo. O CRFV é passível de condicionamento ácido, e a rugosidade superficial tem um aumento gradativo com o aumento do tempo de condicionamento, aceitando a segunda hipótese específica do estudo.

As características adesivas do CRFV são semelhantes às da dentina após seu condicionamento com HF 10%, aceitando a terceira hipótese específica. O tempo de condicionamento de 15 s é suficiente para a promoção dessa adesão. O teste de compressão de uma cerâmica feldspática sobre CRFV gera valores de resistência mais baixos do que a dentina, rejeitando a quarta hipótese específica. Sendo assim, a hipótese geral do estudo foi parcialmente aceita. O CRFV pode ser utilizado como substrato padronizado em testes laboratoriais, sempre considerando seu menor módulo de elasticidade comparado à dentina. Suas características se assemelham às de um compósito reforçado por fibras comumente utilizado para esse fim.

## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ABDULLAH, A.O.; TSITROU, E.A.; POLLINGTON, S. Comparative in vitro evaluation of CAD/CAM vs conventional provisional crowns. *J Appl Oras Sci*, v. 24, n. 3, p. 258-263, 2016.

ABOUSHELIB, M. N.; ELSAFI, M. H. Survival of resin infiltrated ceramics under influence of fatigue. *Dent Mater*. v. 32, n. 4, p. 529-534, 2015.

AIDA, M.; HAYAKAWA, T.; MIZUKAWA, K. Adhesion of composite to porcelain with various surface condition. *J Prosthet Dent*. v. 73, n. 5, p. 464-470, 1995.

ALKHARRAT, A. R.; SCHMITTER, M.; RUES, S.; RAMMELSBQER, P. Fracture behavior of all-ceramic , impalnt-supported, e tooth-implant-supported fied dental prostheses. *Clin Oral Investiq*. v. 21, n. 9, p. 1-11, 2017.

ALMEIDA, S.P.S.; *Avaliação das propriedades mecânicas de compósitos pultrudados de matriz polimérica com reforço de fibra de vidro*. 2004. 87 f. Dissertação (Mestrado em Ciências e, Engenharia Civil) - Instituto Alberto Luiz Coimbra de Pós-Graduação e Pesquisa de Engenharia, Universidade Federal do Rio de Janeiro. 2004.

ASTM B962 Standard Test Methods for Density of Compacted or Sintered Powder Metallurgy (PM) Products Using Archimedes' Principle. 2008.

ASTM D1474 Standard test Methods for Indentation Hardness of organic Coatings. 2008.



ASTM E494-95 Standard practice for measuring ultrasonic velocity in materials. 2001.

BELLAN, M. C.; JERZEWSKI, P. F.; CUNHA, S.; TAVARES, J. G.; SPOHR, A. M.; MOTA, E. G. Microtensile bond strength of CAD/CAM materials to dentin under different adhesive strategies. *Braz Oral Res.* v. 31, p. 1-9, 2017.

BONFIGLIO, P.; POMPOLI, F. A simplified compression test for the estimation of the Poisson's ratio of viscoelastic foams. *Poly Test.* v. 61, p.324-332, 2017.

BORBA, M.; ARAÚJO, M.D.; LIMA, E.; YOSHIMURA, H.; CESAR, P.F.; GRIGGS, J.A.; DELLA BONA, A. Flexural strength and failure modes of layered ceramic structures, *Dent Mater*, v. 27, n. 12, p. 1259-1266, 2011.

BORGES, A. F. S.; BITAR, R. A.; KANTOVITZ, K. R.; CORRER, A. B.; MARTIN, A. A.; PUPPIN-RONTANI, R. M. New perspectives about molecular arrangement of primary and permanent dentin. *Applied Surface Science.* v. 254, n. 5, p. 1498–1505, 2007.

BOSCHIAN PEST, L.; CAVALLI, G.; BERTANI, P.; GAGLIANI, M. Adhesive post-endodontic restoration with fiber post: push-out test and SEM observation. *Dent Mater.* v. 18, n. 8, p. 596-602, 2002.

BRAEM, M.; LAMBRECHTS, P.; VAN DOREN, V.; VANHERLE, G. The impact of composite structure on its elastic response. *J Dent Res.* v. 65, n. 5, p. 648-653, 1986.

CAMARGO, M.A.; SILVEIRA, B.L.; DELFINO, C.S.; ZARONI, W.C.S.; MATOS, A.B. Microtensile bond strength: a literature overview. *Rev Inst Ciênc Saúde*, v. 25, n. 3, p. 313-318, 2007.

CANAY, S.; HERSEK, N.; ERTAN, A. Effect of different acid treatments on a porcelain surfasse. *J Oral Rehabil*, v. 28, n. 1, p. 28-95, 2001.

CASSOLINO, L.C.; PEREIRA, A.H.A. Módulos elásticos: visão geral e métodos de caracterização. ATCP Engenharia Física. Disponível em: [atcp.com.br](http://atcp.com.br)

CHEN, J. H.; MATSUMURA, H.; ATSUTA, M. Effect of etchant, etching period and silane priming on bond strength to porcelain of composite resin. *Oper Dent*. v. 23, n. 5, p. 250-257, 1998.

CHEN, J.H.; MATSUMURA, H.; ATSUTA, M.; Effect of different etching periods on the bond strength of a composite resin to a machinable porcelain. *J Dent*, v. 26, n. 1, p. 53-58, 1998.

CLELLAND, N.L.; WARCHOL, N.; KERBY, R.E.; KATSUBE, N.; SEGHI, R.R. Influence of interface surface conditions on indentation failure of simulated bonded ceramic onlays. *Dent Mater*, v. 22, n. 2, p. 99-106, 2006.

CORAZZA, P.H.; Influência da angulação do preparo coronário na resistência à fratura de restaurações cerâmicas à base de Y-TZP. 133f. Dissertação (Mestrado em Odontologia Restauradora) – Faculdade de Odontologia de São José dos Campos, UNESP – Universidade Estadual Paulista, São José dos Campos, 2012.

CRAIG, R. G.; PEYTON, F. A. Elastic and mechanical properties of human dentin. *J Dent Res*. v. 37, n. 4, p. 710-718, 1952.

DELLA BONA, A.; ANUSAVICE, J. K.; HOOD, J. A. A. Effect of ceramic surface treatment on tensile bond strength to a resin cement. *Int J Prosthodont*. v. 15, n. 3, p. 248-253, 2002.

DELLA BONA, A.; ANUSAVICE, K.J. Microstructure, composition, and etching topography of dental ceramics. *Int J Prosthodont*, v. 15, n. 2, p. 159-167, 2002.

DELLA BONA, A.; CORAZZA, P.H.; ZHANG, Y. Characterization of a polymer-infiltrated-ceramic-network material. *Dent Mater*, v. 30, n. 5, p. 564-569, 2014.

DELLA BONA, A.; DONASSOLLO, T.A.; DEMARCO, F.F.; BARRET, A.A.; MECHOLSKY JR, J.J. Characterization and surface treatment effects on topography of a glass-infiltrated alumina/zirconia-reinforced ceramic. *Dent Mater*, v. 23, n. 6, p. 769-775, 2007.

DELONG, R. DOUGLAS W. H. An artificial oral environment for testing dental materials. *IEEE Trans Biomed Eng.* v. 38, n. 4, p. 339-345, 1991.

DIBNER, A.C.; KELLY, J.R. Strength fatigue of bilayered ceramics under cyclic loading as a function of core veneer thickness ratio. *J Prosthet Dent*, v. 115, n. 3, p. 335-340, 2016.

DURAND, L.B.; GUIMARÃES, J.C.; MONTEIRO JUNIOR, S.; BARATIERI, L.N. Effect of ceramic thickness and composite bases on stress distribution of inlays – a finite elements analysis. *Braz Dent J*, v. 26, n. 2, p. 146-151, 2015.

FISCHER, H.; MAIER, H. R.; MARX, R. Improved reability of leucite reinforced glass by ion Exchange. *Dent Mater.* v. 16, n. 2, p. 120-128, 2000.

FOSSE, G.; SAELE, P. K.; EIDE, R. Numerical density and distributional pattern of dentin tubules. *Acta Odontol Scand.* v. 50, n. 4, p. 201-210, 1992.

GILMORE, R. S.; POLLACK, R. P.; KATZ, J. L. Elastic properties of bovine dentine and enamel. *Arch Oral Biol.* v.15, n. 8, p. 787-796, 1969.

GOLDBERG, A. J.; BURSTONE, C.J. The use of continuous fiber reinforcement in dentistry. *Dent Mater.* v. 8, n. 3, p. 197-202, 1992.

GRAMMATIKOS, S.A.; EVERNDEN, M.; MITCHELS, J.; ZAFARI, B.; MOTTRAM, J.T.; PAPANICOLAU, G.C. On the response to hygrothermal aging os pultruded FRPs used in the civil engineering sector. *Mater Design*, v. 96, n. 1, p. 283-295, 2016.

HAYAKAWA, T.; HORIE, K.; AIDA, M.; KANAYA, H.; KOBAYASHI, T.; MURATA, Y. The influence of surface conditions and silane agents on the bond of resin to dental porcelain. *Dent Mater.* v. 8, n. 4, p. 238-40, 1992.

HEINTZE, S.D.; Clinical relevance of tests on bond strength, microleakage and marginal adaptation. *Dent Mater*, v. 29, n. 1, p. 59-84, 2013.

HOOSHMAND, T.; PARVIZI, S.; KESHVAD A. Effect of surfasse acid etching on the biaxial flexural stregh of two hot-pressed glass ceramics. *J Prothodontot*, v. 17, n. 5, p. 415-419, 2008.

HUO, B.; ZHENG, Q. S.; ZHANG, Q.; WANG, J. D. Effect of dentin tubules to the mechanical properties of dentin. Part II: Experimental study. *Acta Mechan Sinica*. v. 16, n. 1, p. 75-82, 2000.

INAMI, T.; TANIMOTO, Y. YAMAGUCHI, M.; SHIBATA, Y.; NISHIYAMA, N.; KASAI, K. Surface topography, hardness, and frictional properties of GFRP for esthetic orthodontic wires. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater*. v. 104, n. 1, p. 88-95, 2016.

KELLY, J. R.; RUNGRUANGANUNT, P.; HUNTER, B.; VAILATI, F. Development of a clinically validated bulk failure test for ceramic crowns. *J Prosthet Dent*, v. 104, n. 4, p. 228- 238, 2010.

KINNEY, J. H.; MARSHALL, S. J.; MARSHALL, G. W. The mechanical properties of human dentin: a critical review and re-evaluation of the dentalliterature. *Crit Ver Oral Biol Med*. v. 14, n. 1, p. 13-29, 2003.

KINNEY, J.H.; BALOOCH, M.; MARSHALL, G.W.; MARSHALL, S.J. A micromechanics model of the elastic properties of human dentine. *Arch Oral Biol*, v. 44, n. 10, p. 813-822, 1999.

KINNEY, J.H.; BALOOCH, M.; MARSHALL, S.J.; MARSHALL, G.W.; WEIHS, T.P. Hardness and Young's modulus of human peritubular and intertubular dentine. *Arch Oral Biol*, v. 41, n. 1, p. 9-13, 1996.

KINNEY, J. H.; OLIVEIRA, J., HAUPT, D. L.; MARSHALL, G. W.; MARSHALL, S. J. The spatial arrangement of tubules in human dentin. *J Mater Sci. Mater Med*. v. 12, n. 8, p. 743-751, 2001.

LORENZONI, F.C.; MARTINS, L.M.; SILVA, N.R.F.A.; COELHO, P.G.; GUESS, P.C.; BONFANTE, E.A.; THOMPSON, V.P.; BONFANTE, G. Fatigue life and failure of crowns systems witch a modified framework design. *J Dentistry*, v. 38, n. 8, p. 625-634, 2010.

MARSHALL, G. W.; MARSHALL, S. J.; KINNEY, J. H.; BALOOCH, M. The dentin substrate: structure and properties related to bonding. *J Dent.* v. 26, n. 6, p. 441-458, 1997.

MEREDITH, N.; SHERRIFF, M.; SETCHELL, D. J.; SWANSON, S. A. V. Measurement of the microhardness and Young's modulus of human enamel and dentine using na indentation technique. *Archs oral Biol.* v. 41, n. 6, p. 539-545, 1996.

MIYAZAKI, M.; INAGE, M.; ONOSE, H. Use the ultrasonic device for determination of elastic modulus of dentin. *J Oral Sci.* v. 44, n. 1, p. 19-26, 2002.

MOKHTARPOUR, F.; ALAGHEHMAND, H. Effect of hydrofluoric acid surfasse treatments on microshear bond strength of CAD/CAM ceramics. *Electron Physician.* v. 9, n. 10, p. 5487-5493, 2017

MONTERIO, J. B.; OLIANI, M. G.; GUILARDI, L. F.; PROCHNOW, C.; PEREIRA, G. K.R.; BOTTINO, M. A.; DE MELO, R. M.; VALANDRO, L. F. Fatigue failure load of zirconia-reinforced lithium silicate glass ceramic cemented dentin analogue: Effect of etching time and hydrofluoric acid concentration. *J Mech behav Biomed Mater.* v. 77, p. 375-382, 2017.

NAVES, L. Z.; SOARES, C. J.; MORAES, R. R.; GONÇALVES, L. S.; SINHORETI, M. A., SOBRINHO, L. C. Surface/interface morphology and bond strength to glass ceramic etched for different periods. *Oper Dent.* v. 35, n. 4, p. 420-427, 2010.

OZCAN, M.; VALLITU, P. K. Effect of surface conditioning methods on the bond strength of luting cement to ceramics. *Den Mater.* v. 19, n. 8, p. 725-731, 2003.

PALAMARA, J. E.; WILSON, P. R.; THOMAS, C. D.; MESSER, H. H. A new imaging technique for measuring the surface strains applied to dentine. *J Dentist.* v. 28, n. 2, p. 141-146, 2000.

PASHLEY, D.; OKABE, A.; PARHAM, P. The relationship between dentin microhardness and tubule density. *Endod Dent Tramadol.* v. 1, n. 5, p. 176-217, 1985.

PEYTON, F. A.; MAHLER, D. B.; HERSHENOV, B. Physical properties of dentin. *J Dent Res*. v. 31, n. 3, p. 366-370, 1952.

PILO, R.; CARDASH, H. S.; LEVIN, E.; ASSIF D. Effect of stiffness of the nucleus in vitro fracture of endodontically treated crowned teeth. *J Prothet Dent*. v. 88, n. 3, p. 302-306, 2002.

PINHEIRO, B. C. A.; ESTEVÃO, G. M.; VITOR, R. R. Aplicação da estatística de Weibull na avaliação da tensão de ruptura a flexão de revestimentos cerâmicos. *Rev Estat UFOP*. v. 3, n. 3, p. 169-173, 2014.

QUINN, G. D.; QUINN, J. D. A practical and systematic review of Weibull statistics for reporting strengths of dental materials. *Dent Mater*. v. 26, n. 2, p. 135-147, 2010.

RASMUSSEN, S.T.; PATCHIN, R.E. Fracture properties of human enamel and dentin in aqueous environment. *J Dent Res*, v. 63, n. 12, p. 1362-1368, 1984.

REES, J. S.; JACOBSEN, J.; HICKMAN, J. The elastic modulus of dentin determined by static and dynamic methods. *Clin Mater*. v. 17, n. 1, p. 11-15, 1994.

RENSON, C. E.; BRADEN, M. Experimental determination of the rigidity modulus, Poisson's ratio and elastic limit in shear of human dentine. *Arch Oral Biol*. v. 20, n. 1, p. 43-47, 1975.

REKOW, D.; THOMPSON, V. P. Near-surface damage—a persistent problem in crowns obtained by computer-aided design and manufacturing. *Proc Inst Mech Eng*. v. 219, n. 4, p. 233-243, 2005.

REZVANI, M.B.; ATAI, M.; HAMZE, F.; HAJREZAI, R. The effect of silica nanoparticles on the mechanical properties of fiber-reinforced composite resins. *J Dent Res Dent Clin Dent Prospects*, v. 10, n. 2, p. 112-117, 2016.

SANO, H.; SHOHO, T.; SONODA, H.; TAKATSU, T.; CIUCCHI, B. CARVALHO, R.; PASHLEY, D.H. Relationship between surface area for adhesion and tensile bond strength-evaluation of a microtensile-tensile bond test. *Dent Mater*, v. 10, n. 4, p. 236-240, 1994.

SCHERRER, S.S.; RIIJK, W.G. The fracture resistance of all-ceramic crowns on supporting structures with diferente elastic moduli. *J Prothodont*, v. 6, n. 5, p. 462-467,1993.

SHEMBISH, F. A.; TONG, H.; KAIZER, M.; JANAL, M. N.; THOMPSON V. P.; OPDMAN, N. J., ZHANG, Y. Fatigue resistance of CAD/CAM resin composite molar crowns. *Dent Mater*. v. 32, n. 4, p. 499-509, 2016.

SUMERAK, J. E.; The Pultrusion Process for Continuous Automed Manufacture engineered Composite Profiles. In: MALLICK, J. K.; Composite Engineering Handbook. New York: Marcel Deckker Inc. 1997. p. 549-577.

TINSCHERT. J.; ZWEZ, D.; MARX, R.; ANUSAVICE, K. J. Structural reliability of alumina-, feldspa-, leucite-, mica- and zirconia-based ceramics. *J Dent*. v. 28, n. 7, p. 529-535. 2000.

TORRES, C. P.; SILA, J. M. G.; OLIVEIRA, M. A. H. M; SOARES, L. E. S.; DIBB, R. G. P.; BORSATTO, M. C. FT-Raman spectroscopy,  $\mu$ EDXRF spectrometry, and microhardness analysis of the dentin of primary and permanent teeth. *Microsc Res Tech*. v. 73, n. 5, p. 1-6. 2017.

TSUJIMOTO, A.; BARKMEIER W.W.; TAKAMIZAWA, T.; WATANABE, H.; JOHNSON, W.W.; LATTA, M.A.; MIYAZAKI, M. Relationship between mechanical properties and bond durability of short fiber-reinforced resin composite with universal adhesive. *Eur J Oral Sci*, v. 124, n. 4, p. 480-489, 2016.

VAN NOORT, R.; BARBOUR, M. E. *Introdução aos materiais dentários*. 4º ed. São Paulo: Elsevier. 2013.

VENTURINI, A. B.; PROCHNOW, C.; MAY, L. G.; KLEVERLAAN, C. J.; VALANDRO, L. F. Fatigue failure load of feldspathic ceramic crowns after hydrofluoric acid etching at different concentrations. *J Prosthet Dent*. v. 119, n. 2, p. 278-285, 2017.

WANG, Y.; KATSUBE, N.; SEGHI, R.R.; ROKHLIN, S.I. Statistical failure analysis of adhesive resin cement bonded dental ceramics. *Eng Fract Mech*, v. 74, n. 12, p. 1838-1856, 2007.

WEBBER, B.; MCDONALD, A.; KNOWLES, J. An in vitro study of the compressive load at fracture of Procera AllCeram crowns with varying thickness of veneer porcelain. *J Prothet Dent*, v. 83, n. 2, p. 154-160, 2003.

WEIBULL, W. A statistical distribution function of wide applicability. *Journal of Applied Mechanics*. v.18, n.3, p. 293-297, 1951.

WEIBULL, W. *A statistical theory of the strength of materials*. Generalstabens litografiska anstalts förlag. 1939.

WOLF, D. M.; POWERS, J. M.; O'KEEFE, K. L. Bond strength of composite to etched and sandblast porcelain. *Am J Dent*, v. 6, n. 3, p. 155-158, 1993.

XU, H. H. K., SMITH, D. T.; JAHANMIR, S.; ROMBERG, E.; KELLY, J. R.; THOMPSON, V. P.; REKOW, E, D. Indentation damage and mechanical properties of human enamel and dentin. *J Dent Res*. v. 77, n. 3, p. 473-472, 1998.

Yi, Y.J.; KELLY, J.R; Effect of occlusal contact size on interfacial stresses and failure of a bonded ceramic: FEA and monotonic loading analyses, *Dent Mater*, v. 24, n. 3, p. 403409, 2008.

YILMAZ, S.; DUMANI, A.; YOLDAS, O. The effect of antibiotic pastes on micrihardness of dentin. *Dent Traumatol*. v. 32, n. 1, p. 27-31, 2016.


ZAYSTEV, D; IVASHOV, A.; PANFILOV, P. Anisotropy of the mechanical properties of human dentin under shear testing. *Mat Let*. v. 138, n. 2015, p. 219-221, 2014.

ZISKIND, D.; HASDAY, M.; COHEN, S, R.; WAGNER, H. D. Young's modulus of peritubular and intertubular human dentin by nano-indentation tests. *J Struct Biol*. v. 174, n. 1, p. 23-30, 2011.



## **APÊNDICES**

## APÊNDICE 1 – Comprovante Plataforma Brasil

<b>UNIVERSIDADE DE PASSO FUNDO/ PRÓ-REITORIA DE PESQUISA E PÓS-</b>	
---	--

### COMPROVANTE DE ENVIO DO PROJETO

#### DADOS DO PROJETO DE PESQUISA

**Título da Pesquisa:** COMPORTAMENTO MECÂNICO E ADESIVO DE UM COMPÓSITO REFORÇADO COM FIBRAS DE VIDRO PARA A UTILIZAÇÃO COMO

**Pesquisador:** Érlon Grando

**Versão:** 1

**CAAE:** 66855117.7.0000.5342

**Instituição Proponente:** FUNDAÇÃO UNIVERSIDADE DE PASSO FUNDO

#### DADOS DO COMPROVANTE

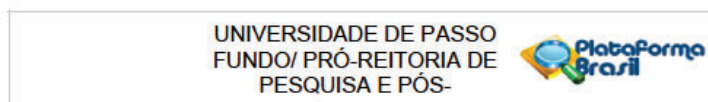
**Número do Comprovante:** 033305/2017

**Patrocinador Principal:** Financiamento Próprio

Informamos que o projeto COMPORTAMENTO MECÂNICO E ADESIVO DE UM COMPÓSITO REFORÇADO COM FIBRAS DE VIDRO PARA A UTILIZAÇÃO COMO ANÁLOGO DA DENTINA que tem como pesquisador responsável Érlon Grando, foi recebido para análise ética no CEP Universidade de Passo Fundo/ Pró-Reitoria de Pesquisa e Pós-Graduação - VRPPG/ UPF em 10/04/2017 às 09:38.

<b>Endereço:</b> BR 285- Km 292 Campus I - Centro Administrativo
<b>Bairro:</b> Divisão de Pesquisa / São José <b>CEP:</b> 99.052-900
<b>UF:</b> RS <b>Município:</b> PASSO FUNDO
<b>Telefone:</b> (54)3316-8157 <b>E-mail:</b> cep@upf.br

## APÊNDICE 2 – Parecer Consubstanciado do CEP.



### PARECER CONSUBSTANCIADO DO CEP

#### DADOS DO PROJETO DE PESQUISA

**Título da Pesquisa:** COMPORTAMENTO MECÂNICO E ADESIVO DE UM COMPÓSITO REFORÇADO COM FIBRAS DE VIDRO PARA A UTILIZAÇÃO COMO ANÁLOGO DA DENTINA

**Pesquisador:** Érlon Grando

**Área Temática:**

**Versão:** 1

**CAAE:** 06855117.7.0000.5342

**Instituição Proponente:** FUNDACAO UNIVERSIDADE DE PASSO FUNDO

**Patrocinador Principal:** Financiamento Próprio

#### DADOS DO PARECER

**Número do Parecer:** 2.033.250

#### Apresentação do Projeto:

Para a realização de testes mecânicos e adesivos com materiais odontológicos, utiliza-se, rotineiramente, o substrato dentinário. No entanto, a dificuldade em encontrar-se dentes humanos padronizados para tal fim tornou-se um ponto de discussão entre os pesquisadores nos últimos anos. Além disso, o trabalho se torna um pouco mais burocrático, tendo em vista a obrigatoriedade de uma aprovação do comitê de ética em pesquisa, uma vez que é usado material biológico humano. Com a finalidade de buscar um novo substrato e assim, poder contribuir para a padronização de pesquisas com materiais dentários, este estudo avaliará as propriedades mecânicas, físicas e adesivas de um possível substrato análogo à dentina humana.

#### Objetivo da Pesquisa:

Avaliar as características mecânicas e adesivas de um perfil pultrudado, comparando-o com a dentina humana, testando a hipótese de que esse material possui comportamento mecânico e adesivo semelhante ao da dentina

#### Avaliação dos Riscos e Benefícios:

A validação desse material para ser utilizado em pesquisas odontológicas de resistência mecânica, beneficiaria muitas instituições nacionais, e forneceria à comunidade científica internacional mais uma opção de substrato análogo à dentina humana.

**Endereço:** BR 285- Km 292 Campus I - Centro Administrativo  
**Bairro:** Divisão de Pesquisa / São José **CEP:** 99.052-900  
**UF:** RS **Município:** PASSO FUNDO  
**Telefone:** (54)3316-8157 **E-mail:** oep@upf.br

### APÊNDICE 3 – Declaração do Banco de Dentes FOUPE.



UNIVERSIDADE DE PASSO FUNDO  
Faculdade de Odontologia  
Banco de Dentes  
CAMPUS I – Km 171 – BR 285 – Bairro São José – Caixa Postal 511  
CEP: 99001-970 – Passo Fundo/RS – Fone: (54)3316-8371 – Fax: (54)3316-8435

#### DECLARAÇÃO AO COMITÊ DE ÉTICA EM PESQUISA

Para fim de avaliação pelo Comitê de Ética em Pesquisa (CEP), o Banco de Dentes da Faculdade de Odontologia da Universidade de Passo Fundo (BD-FO-UPF) compromete-se a auxiliar pesquisadores na realização de seus projetos.

Sendo assim, após a aprovação do CEP, nossa contribuição constituirá no oferecimento de 45 molares hígidos, para execução do trabalho de pesquisa intitulado "Comportamento Mecânico e Adesivo de um Compósito Reforçado com Fibras de Vidro para a Utilização como Análogo da Dentina", do aluno do curso de mestrado Erlon Grando Merlo orientado pelo Prof. Dr. Pedro Henrique Corazza, da Faculdade de Odontologia da Universidade de Passo Fundo.

Passo Fundo, 14 de março de 2017.

Prof. Ms. Paulo do Prado Funk  
Coordenadora Geral do Banco de Dentes  
Paulo do Prado Funk  
Grupo de Odontologia  
CRO-RS 7950

Recebido em: 20/03/2017

Assinatura do Pesquisador:

**ARTIGO SUBMETIDO**

**Artigo submetido à Dental Materials**

**Mechanical behavior and adhesive potential of glass fiber-reinforced  
resin-based composites**

Érlon Grando Merlo<sup>a</sup>, Álvaro Della Bona<sup>a</sup>, Jason A. Griggs<sup>b</sup>, Kartikeya  
Singh Jodha<sup>b</sup>, Pedro Henrique Corazza<sup>a\*</sup>

<sup>a</sup> - Post-graduation Program in Dentistry, Dental School, University of  
Passo Fundo, Campus I, BR 285, Km 171, Passo Fundo, Brazil.

<sup>b</sup> - Department of Biomedical Materials Science, University of Mississippi  
Medical Center, 2500 North State Street, Jackson, MS 39216-4505, USA.

**\* Corresponding author:**

Pedro Henrique Corazza

Address: Post-graduation Program in Dentistry, Dental School, University  
of Passo Fundo, Campus I, BR 285, Km 171, Passo Fundo, Brazil.

Tel: +55 (54) 3316 8402

e-mail: [pedrocorazza@yahoo.com.br](mailto:pedrocorazza@yahoo.com.br)

*Mechanical behavior and adhesive potential of glass fiber reinforced  
resin-based composites*

**Abstract**

*Objectives:* To characterize experimental glass fiber-reinforced resin-based composites (GFIR- isophthalic; and GFOR- orthophthalic), evaluating their mechanical behavior and adhesive potential to ceramic in comparison to human dentin and a traditional glass fiber-reinforced epoxy resin (G10).

*Methods:* Density ( $\rho$ ), elastic modulus ( $E$ ), and Poisson's ratio ( $\nu$ ) were evaluated using 2-mm thick specimens from GFIR, GFOR, human dentin and G10. Biaxial flexural strength ( $\sigma_f$ ), Knoop hardness (HK) and surface topography under scanning electron microscopy (SEM) were assessed for GFIR and GFOR specimens. G10 was also tested for  $\sigma_f$ . For the adhesive potential, ceramic specimens (n=10) bonded to GFIR, GFOR or human dentin were tested for microtensile bond strength (MTBS). Disc-shaped ceramics were cemented onto dentin, GFIR, GFOR and G10 (n=15) and loaded to failure. Data were statistically evaluated using Weibull, ANOVA, and Tukey's test ( $\alpha=0.05$ ).

*Results:* The experimental resins (GFIR and GFOR) showed similar values of HK (53.1 and 52.7 GPa),  $\nu$  (0.44 and 0.43) and  $\sigma_f$  (41.2 MPa and 40.7 MPa). Considering the human dentin values for  $\rho$  and  $E$ , the corresponding values obtained from GFIR, GFOR and G10 were different, with GFOR values being closer to dentin than GFIR and G10. G10 had statistically greater  $\sigma_f$  than GFIR and GFOR. Mean bond strength of ceramic to GFIR, GFOR and dentin were statistically similar. The fracture load of resin-cemented ceramic was influenced by substrate.

*Significance:* The experimental materials (GFIR and GFOR) showed similar adhesion characteristics to human dentin, however GFOR showed a better potential to be used as a dentin analogue.

**Keywords:** Glass-fiber composites, dentin, dentin analogue, mechanical properties, elastic modulus, bond strength.



## 1. Introduction

Manufacturers are constantly improving the physical and chemical properties of restorative dental materials such as ceramics and composite resins. Along with such changes comes the development of better laboratory tests. The properties of materials are assessed *in vitro* using several methods, such as failure load tests (i.e., compression, flexural, impact)[1], bond strength tests (i.e., microtensile, tensile, shear, push-out) [2, 3], or fatigue tests (step-stress, staircase, boundary) [4, 5]. Most of them aim to simulate clinical use conditions.

In most laboratory tests to simulate dental service it is necessary to bond restorative materials to different substrate materials, which ideally should behave as the target tissue, *e.g.* as a dentin analogue. The clinical significance of a study increases as the mechanical characteristics of such substrate material approaches the characteristics of the target substrate (e.g. dentin, composite resin, fiberglass post, metal core) [1, 6-9]. The indication of a material for clinical use requires understanding the mechanical properties of dentin, meaning how masticatory forces are distributed along the tooth and how restorative procedures affect such stress distribution [10-13]. Understanding the adhesive behavior at the bonding interface between dental tissue and

restoration material and the effect of masticatory stresses on such interface are essential for developing materials that meet the current clinical needs [10].

Human dentin is a complex biological structure[14, 15], and its microstructure consists of a tubular phase rich in minerals, called peritubular dentin, along with a fiber network rich in type I collagen, called intertubular dentin, reinforced with hydroxyapatite crystals[15-17]. Each component of this structure has different elastic properties, which makes dentin a hybrid and anisotropic material [17, 18]. According to Kinney *et al.* (1996) [12], the mean elastic modulus of peritubular dentin is 29.8 GPa, while for intertubular dentin the values range from 17.1 to 21.1 GPa, with the lowest values obtained for dentin near the pulp. In a literature review, Kinney *et al.* (2003) [10] found that values obtained for the elastic modulus of dentin range between 2 and 30 GPa. Further studies assessing this dentin property reported values between 10.4 GPa and 30 GPa[19-23]. Such variation is associated to a great variation in dentin type, mostly related to the age and location, and measuring methods.

Over the years, obtaining human teeth for research has been an increasing challenge. This may be related to the importance given to preventive dentistry, the evolution of dental materials, and the public

health policies to prevent early extractions. Thus, teeth obtained under ethical consensus for research often present carious lesions, extensive restorations, fractures, endodontic treatment, or prosthetic components, hindering their use in laboratory tests that need sound dentin.

Thus, due to the aforementioned structure variations and difficulty to obtain sound dentin, researchers have sought materials with similar mechanical properties to replace such substrate in laboratory tests. Clelland *et al.* (2006)[24] were pioneers in using a glass fiber-reinforced composite to simulate dentin. Wang *et al.* (2007) [25] examined the effect of resin cement on the probability of failure of ceramic restorations, using as the substrate a glass fiber-reinforced polymer (Garolite G10) with an elastic modulus of 12.6 GPa and a Poisson's ratio of 0.35. Yi *et al.* (2008)[26] used a glass fiber-reinforced epoxy resin polymer (G10) with an elastic modulus of 14.9 GPa and a Poisson's ratio of 0.31 to simulate a dentin substrate. Later, Kelly *et al.* (2010)[1] developed an *in vitro* failure test for single ceramic restorations using NEMA G10 as the substrate to simulate dentin. The authors reported that G10 did not differ significantly from wet dentin in terms of elastic behavior and bond strength. In addition, other studies assessing the mechanical properties of restorative materials use other materials to simulate the substrate in a clinical condition, such

as composite resins[6, 8, 27-30] ( $E = 3 - 25$  GPa) and metal bases (usually nickel chromium) [1, 7, 31, 32] ( $E = 180$  GPa).

Nevertheless, industry widely uses epoxy-based and polyester-based (mainly orthophthalic and isophthalic types) resins combined to glass fibers to fabricate composites. Physical properties such as toughness, heat deflection point, hydrolytic stability and chemical strength of isophthalic resins are reported to be greater than for orthophthalic resin, which has lower molecular weight[33, 34]. There is no report, in the dental literature, on the use of these polyester-based resins reinforced by glass fiber to simulate dentin. Therefore, the present study aimed to characterize two experimental glass fiber-reinforced resin-based composites (GFIR- isophthalic resin and GFOR- orthophthalic resin) evaluating their mechanical behavior and adhesion to ceramic in comparison to human dentin and to a glass fiber-reinforced epoxy resin (G10). The study hypotheses were: (1) the experimental glass-fiber reinforced resins have similar physical properties o dentin, and (2) the adhesive potential of the experimental materials is similar to the dentin.

## **2. Materials and Methods**

The present study was approved (# 2.033.250) by the local Ethics in Research Committee. Human molar teeth used in this study were obtained from the certified tooth bank of the University. Four substrates were evaluated: two experimental materials, a glass fiber-reinforced isophthalic resin (GFIR) and a glass fiber-reinforced orthophthalic resin (GFOR) (Isocompósitos, Três Cachoeiras, RS, Brazil); a glass fiber-reinforced epoxy resin (G10) (NEMA G10, International Paper, Hampton, SC, USA); and human dentin from molar teeth.

Disc-shaped specimens (2 mm in thickness and 12 mm in diameter) of GFIR, GFOR and G10 were fabricated by cutting the material bars with a low-speed diamond saw under water irrigation in a precision cutting machine (Miniton, Struers APS, Cotia, SP, Brazil). Same cutting parameters and machine were used to obtain 2-mm thick specimens of human dentin from molar teeth. A first cut was done parallel to the occlusal surface to eliminate the occlusal enamel of the tooth, followed by a second cut above the cement-enamel junction, obtaining specimens in the desired thickness (2 mm). Surrounding enamel was removed with diamond burs (FG 2155F, KG Sorensen, Cotia, SP, Brazil) under light microscopy. Tooth remains were returned to the University tooth bank.

Specimens from all materials were polished with metallographic SiC-papers (#600 to #1200) to obtain flat, parallel surfaces.

#### *Elastic constants*

The elastic constants of GFIR and GFOR specimens were measured in wet and dry conditions (n=5). G10 specimens were evaluated in wet condition, and the constants in dry condition were provided by previous report [26]. Dentin specimens were assessed in wet condition. For the wet condition, specimens were stored in distilled water for 15 days[35].

Density ( $\rho$ ) of the specimens was determined by the Archimedes principle, using an analytical balance (AccuSeries II, Fisher Scientific, Pittsburgh, PA, USA) and the density accessory kit (Fisher Scientific) following ASTM B962 standard [36]:

$$\rho = \frac{m_{air}}{m_{air} - m_{water}} \cdot \rho_{water}$$

(1)

Where  $m_{air}$  and  $m_{water}$  are the specimen weight in air and immersed in water, respectively, and  $\rho_{water}$  is the water density at room temperature.

The elastic modulus ( $E$ ) and Poisson's ratio ( $\nu$ ) were determined using the dynamic method in an ultrasonic wave transmission device (pulse-echo) (Pulser-Receiver 5900PR, Panametrics, USA), aided by two wave transducers - a longitudinal (V208-RM, Panametrics, USA) and a transverse (V222-BB-RM, Panametrics, USA) - both with 20 MHz frequency. The time-of-flight of the ultrasonic pulse was determined in an oscilloscope (TDS 1002, Tektronix, USA). Equations 2 and 3 were used to calculate both longitudinal and transverse velocities of the ultrasonic pulse [37]:

$$V_T = \frac{2b}{t_T}$$

(2)

$$V_L = \frac{2b}{t_L}$$

(3)

Where  $V$  is the pulse velocity,  $b$  is the thickness of the sample, and  $t$  is the time-of-flight of the ultrasonic pulse.  $T$  and  $L$  refer to transverse and longitudinal waves, respectively.

Finally, the elastic modulus ( $E$ ) and Poisson's ratio ( $\nu$ ) were obtained by the equations 4 and 5, proposed in the ASTM E494-05 standard (2001) [37]:

$$E = \frac{\rho V_T^2 (3V_L^2 - 4V_T^2)}{V_L^2 - V_T^2}$$

(4)

$$\nu = \frac{1 - 2 \left(\frac{V_T}{V_L}\right)^2}{2 \left[1 - \left(\frac{V_T}{V_L}\right)^2\right]}$$

(5)

The elastic constants of the substrates were compared using one-way ANOVA and Tukey's test ( $\alpha=0.05$ ).

#### *Flexural strength*

GFIR, GFOR and G10 specimens (n=10) were produced (12 mm in diameter) and polished to 1.2 mm of thickness as described above. For biaxial flexural test, the disc-shaped specimens were positioned on three equidistant stainless steel balls (3.2 mm in diameter) placed in a circle with 5 mm of radius. A piston (1.4 mm in diameter) applied load at the specimen center with a crosshead speed of 0.5 mm/min. The biaxial flexural strength ( $\sigma_f$ ) [38] was calculated using the equation (6):



$$\sigma_f = 0,238 \frac{7P(X - Y)}{b^2}$$

(6)

where  $\sigma_f$  is the maximum tensile stress (in MPa);  $P$  is the load of fracture (in N);  $b$  is the specimen thickness at fracture origin (in mm);  $X$  and  $Y$  are as follows:

$$X = (1 + \nu)\ln(r_2 / r_3) + [(1 + \nu) / 2](r_2 / r_3)^2$$

$$Y = (1 + \nu)[1 + \ln(r_1 / r_3)^2] + (1 - \nu)(r_1 / r_3)^2$$

where  $\nu$  is Poisson's ratio;  $r_1$  is the radius of supporting circle (in mm);  $r_2$  is the radius of loaded area (in mm);  $r_3$  is the radius of specimen (in mm).

#### *Knoop hardness*

Ten blocks of GFIR and GFOR were fabricated, and their surfaces were polished as described above. A microhardness tester (Shimadzu HMV-G20ST, Kyoto, Japan) with a Knoop indenter was used (load: 100 g; 15 s dwell time) for Knoop hardness (HK). Ten indentations parallel to fibers were done per block, assuring that indentations were kept, at least, 1 mm apart from each other (n=100). HK was calculated using equation 7, according to ASTM D1474 standard [39]:

$$HK = \frac{P}{C_p \cdot L^2}$$

(7)

where  $P$  is the applied load (0.1 Kgf),  $L$  is the indentation length (in  $\mu\text{m}$ ), and  $C_p$  is a correction constant to the indenter shape ( $C=0.07028$ ). Mean HK values were calculated.

#### *SEM topographic analysis*

GFIR and GFOR specimens ( $n=5$ ) were fabricated and polished as described above. Specimen surfaces were acid etched using 10% hydrofluoric acid (HF) (CONDAC Porcelana 10%, FGM, Joinville, SC, Brazil) for 15 s, 30 s, 45 s, 60 s or unetched. HF was removed from surface using air/water spray for 1 min. All specimens were cleaned in a sonic bath with isopropyl alcohol for 5 min, dried, and coated with a gold/palladium alloy for surface characterization under scanning electron microscopy (SEM - VEGA 3LM Tescan, Kohoutovice, Czech Republic). Randomly selected images from three different areas of each specimen were used to calculate the glass fiber content using ImageJ software (NIH, Bethesda, Maryland, USA).

*Fracture load ( $L_f$ ) and microtensile bond strength (MTBS) of a feldspathic ceramic bonded to substrate material*

GFIR, GFOR, G10 and human dentin 4 mm thick structures were prepared as described above. For the human dentin substrate structures, the second cut near the cement-enamel junction reached the pulp chamber, which was cleaned for any debris and filled with a resin-based composite (Filtek Z350, 3M, Saint Paul, MN, USA) that was flattened and polished using metallographic SiC-papers (#600 to #1200). Bonding surface from GFIR, GFOR, and G10 structures were HF etched for 15 s, and dentin was etched with 37% phosphoric acid (Condac 37%, FGM, Joinville, SC, Brazil) for 15 s. All etched surfaces were washed with air/water spray for 60 s, and dried with hydrophilic paper. An adhesive system (Adper Single Bond 2, 3M ESPE, St Paul, MN, USA) was applied according to manufacturer's instructions and light activated (D2000, DMC, São Carlos, SP, Brazil) for 20 s.

Disc-shaped specimens were fabricated from feldspathic ceramic blocks (VitaBlocs Mark II, Vita Zahnfabrik, Bad Säckingen, Germany) and polished with metallographic SiC-papers (#600 to #1000) to obtain 4 mm thick specimens for the MTBS test (n=10) and 1.5 mm

thick for  $L_f$  test (n=15). Ceramic bonding surface was HF etched for 60 s, washed with air/water spray for 60 s, and dried with air blast for 30 s. A silane bonding agent (Prosil, Dentsply, Petrópolis, RJ, Brazil) was applied on the etched ceramic surfaces and allowed to evaporate for 3 min before applying the adhesive system as described above. MTBS was not done with G10 because MTBS values for such interface was previously reported [1]. All treated ceramic surfaces from both thicknesses (4 mm thick for MTBS and 1.5 mm thick for  $L_f$ ) were luted with a dual resin cement (RelyX ARC, 3M ESPE, St Paul, MN, USA) and positioned onto the treated substrate structures, applying a load of 750 g for 180 s as an attempt to standardize cement thickness [40]. Cement excess was removed with a brush, and cement was light activated for 40 s from all sides. Ceramic bonded to substrate blocks were stored in 37°C distilled water for 24 h before testing. Blocks for MTBS test were sectioned with a diamond saw under water irrigation using a precision cutting machine, as described above, to obtain bar-shaped specimens with a cross section of, approximately, 1 mm<sup>2</sup> [2, 41]. Specimens from outer layer of the blocks were discarded. The remaining specimens were visual examined and excluded in the presence of any surface defect. Specimens were attached to a MTBS test device using cyanoacrylate gel (Super Bonder Gel, Loctite,

Itapevi, SP, Brazil). The device was positioned in a universal testing machine (EMIC DL2000, São José dos Pinhais, PR, Brazil), and loaded to failure using a load cell of 200 N at a crosshead speed of 0.5 mm/min. Maximum failure load ( $L$ , in N) was recorded and MTBS (in MPa) was calculated ( $MTBS = L/A$ ) considering the specimen cross sectional area ( $A$ , in  $mm^2$ ). Fracture pattern was evaluated under optical microscopy and were classified as follows[41]: adhesive at the ceramic/cement interface (C/C), adhesive at the cement/substrate interface (C/S), and within the cement layer, leaving cement remains on both ceramic and substrate (COMB).

Ceramic bonded to substrate blocks for  $L_f$  test were subjected to a compressive load in a universal testing machine (EMIC DL2000) with a load cell of 5000 N at a crosshead speed of 1 mm/min. Test was performed in 37°C water [42]. Load was applied at the center of the ceramic disc using a stainless steel piston with flat tip and diameter of 3 mm. A polyethylene strip (0.01 mm of thickness) was positioned between the piston and the ceramic to reduce the concentration of contact stress [9, 30]. The test was interrupted at the first audible sound of failure, which was detected with a sound capture software (Audacity 2.0, Audacity)[43, 44]. Failures were evaluated using transillumination with blue light and

classified according to crack origin as radial crack or conical crack [1, 9, 24].

Data from MTBS and  $L_f$  tests were statistically analyzed using one-way ANOVA and Tukey's post-hoc test ( $\alpha=0.05$ ). Data from MTBS considered the blocks as the experimental unit. Weibull analysis [45, 46] considered MTBS values from specimens that failed at C/S and COMB.

### 3. Results

Table 1 shows mean and standard deviation values for density ( $\rho$ ), elastic modulus ( $E$ ), Poisson's ratio ( $\nu$ ), and flexural strength ( $\sigma_f$ ) of the substrates, along with their statistical grouping. Glass fiber-reinforced resin materials (GFIR, GFOR and G10) showed values for  $\rho$ ,  $E$  (wet), and  $\nu$  (wet) statistically different from dentin ( $p=0.000$ ). GFOR showed  $\rho$  and  $E$  values closer to dentin compared to GFIR and G10, which were statistically similar. G10 showed statistically greater mean  $\sigma_f$  value than the experimental materials (GFIR and GFOR). Mean Knoop hardness (HK) of GFIR and GFOR were  $53.14 \pm 8.02$  GPa and  $52.74 \pm 8.73$  GPa, respectively.

Figure 1 (A-E) and Figure 2 (A-E) show the surface images of GFIR and GFOR, respectively, after no etching (control), 15 s, 30 s, 45 s, and 60 s of 10% HF etching. Both materials were etch-sensitive with fiber-matrix interface the preferable etching structural feature. HF etching for 15 s (Figures 1B and 2B) was sufficient to expose the glass fibers and remove superficial contamination. Increasing the etching time increased glass fiber degradation. The calculated proportion of glass fibers was 41.09% in GFIR, and 44.27% in GFOR.

Table 2 and Figure 3 summarize the bond strength data and failure rates from the experimental groups. There was no statistical difference among the bond strength values for the evaluated structures ( $p=0.391$ ). For Weibull modulus ( $m$ ) and characteristic strength ( $\sigma_0$ ) values it was considered only C/S and COMB failed specimens, and they were not statistically different, since the 95% coefficient intervals (95%CI) overlapped. The predominant failure pattern for the feldspathic ceramic bonded to dentin and GFIR groups was C/C, and C/S failures were predominant for ceramic bonded to GFOR.

Table 3 shows the fracture load data ( $L_f$  test). Ceramic bonded to either human dentin or GFOR showed statistically similar values of  $L_f$ . Mean  $L_f$  value of dentin bonded to ceramic was significantly different from G10 and GFIR bonded to ceramic. Radial cracks within the ceramic was the only failure pattern observed for all experimental groups (Figure 4).



#### **4. Discussion**

This study characterized two experimental glass fiber-reinforced resin-based composites (GFRs), evaluating their mechanical behavior and their adhesion to a feldspathic ceramic. As the main purpose of the study was to search for a dentin analogue to use as substrate in laboratory experiments, evaluations were compared to human dentin and to G10, which is a substrate reported as dentin analogue. The experimental composites (GFIR and GFOR) were fabricated by the pultrusion process, where glass fibers are saturated by a thermal activated resin, and the composite is passed through a heated steel die [47]. According to the manufacturer, GFRs materials are composed by approximately 50% of resin matrix (isophthalic, for GFIR; or orthophthalic, for GFOR) and 50% of roving glass fibers (glass threads). The present study calculated the glass fiber content that showed 41.09% for GFIR, and 44.27% for GFOR, which are slightly lower than claimed by the manufacturer. Even with slightly different glass fiber content, both experimental materials had similar biaxial flexural strength and Poisson's ratio, but different elastic modulus. It has been reported that orthophthalic and isophthalic polyester have lower chemical and corrosion resistance than vinyl ester and epoxy resins [34, 48], however, density and elastic modulus from GFIR were

similar to G10. Yet, these same properties from GFOR were closer to dentin. Considering the mechanical behavior and the adhesion to a feldspathic ceramic, GFOR showed greater potential to be used as a dentin analogue, partially confirming the study hypotheses.

Several methods have been reported to assess the elastic properties of materials [49]. The reported elastic modulus of human dentin varies from 2 to 30 GPa [13, 16, 19-23, 49]. The heterogeneity of human dentin according to tooth region, patient age and habits [50, 51] contribute to such high variation. The present study found a value of 21.68 GPa for the elastic modulus of wet dentin using ultrasonic wave time of flight method, in close agreement with data from Miyazaki *et al.* (2002)[52], who reported 18.5 GPa for vertically sectioned specimens and 21.8 GPa in horizontal section. Thus, the elastic modulus of GFRs (13.11 GPa for GFIR, 14.7 GPa for GFOR and 13.10 GPa for G10) were lower than the elastic modulus of dentin (21.68 GPa), but within the reported range of values. Worth noting that some studies have found elastic modulus values for dentin rather close to ones found for this study GFRs, such as: Peyton *et al.* (1952) (11.6 GPa) [49], Renson *et al.* (1975) (12.8 GPa)[53], Sano *et al.* (1994) (13-15 GPa)[2], Rees *et al.* (1994) (14.3 – 15.8 GPa)[54], Meredith *et al.* (1996) (8.7 – 11.2 GPa)[11], and Palamara *et al.* (2000)

(10.4 GPa)[22]. Yet, other dental materials are often found as substrate under indirect restorations, such as composite resins ( $E$ : 5.7 - 25 GPa)[28], nickel chromium alloy ( $E$ : 180 GPa)[1], and resin cement ( $E$ : 6.8-10.8 GPa)[55]. Such wide variation in elastic moduli may pose a challenge on laboratory simulations, where this property needs a value.

Poisson's ratio is the ratio of lateral shrinkage and stretching by axial stress in a solid [56]. A typical value for isotropic materials is 0.25, but it may be as high as 0.5 [57, 58]. Poisson's ratio for the experimental GFRs used in the present study were 0.43 to 0.44, which are higher than the  $\nu$  value of wet dentin and for G10 reported by Yi and Kelly (2008)[26].

Chemical and mechanical retentions are desired for a reliable bond to dental material [59]. HF etching of ceramics is often used as surface treatment for bonding to resinous materials. Different etching times and acid concentrations have been evaluated [60-65]. As glass fibers from GFIR and GFOR are sensitive to HF etching and react with a silane bonding agent [61, 66-68], different etching times were evaluated. SEM images of the materials topography after five etching conditions show a qualitative difference among them. Etching for 15 s (Figures 1B and 2B) seemed to be enough time to show glass fiber exposure due to etching at the glass fiber-matrix interface. Etching for greater time resulted in

peripheral degradation of the fibers. Based on the SEM images, 15 s was selected as the etching time for bond strength tests. MTBS data showed statistically similar values for ceramic bonded to any of the three the substrates (dentin, GFIR and GFOR). Thus, etching time of 15 s is sufficient for obtain bond to GFIR and GFOR similar to the bond strength to the dentin, confirming the second study hypothesis. The Weibull analysis of C/S and COMB failed specimens showed in similar  $m$  and  $\sigma_0$  values, suggesting that differences on the matrix and glass fiber content between GFIR and GFOR did not influenced on bond strength.

Knoop hardness (HK) values found for GFIR (53.14 GPa) and GFOR (52.74 GPa) were similar to HK for dentin. Craig *et al.* (1959)[69] found values between 35 and 73 HK. Fusayama *et al.* (1966)[70] showed that dentin hardness increases as the measurements approach the dentin-enamel junction (DEJ), reporting Knoop hardness between 20 and 70 (HK). Other studies[71-73] report values ranging between 46.3 and 47.2 HK.

Mean  $L_f$  values of ceramic cemented onto GFOR and dentin were similar. Greater values found for G10 as substrate is probably due to the superior mechanical properties of the epoxy resins[48] compared to the polyesters, and the directions of the glass fibers (fiber in many

directions). This was also demonstrated in the biaxial flexural strength test of the substrates, where the mean value of epoxy resin was approximately twice the values obtained for the experimental GFRs. GFIR as substrate showed the lowest mean  $L_f$  value, which is probably associated to its lower  $E$  and glass fiber content. Thus,  $L_f$  of ceramic cemented onto the evaluated substrates was not influenced by a specific property, such as elastic modulus, but if a difference was shown it was due to the association of evaluated properties.

## **5. Conclusion**

Considering the experimental materials (GFIR and GFOR) and their evaluated properties, they showed similar adhesion potential as of human dentin, however GFOR showed a better potential to be used as a dentin analogue.

### **Acknowledgments**

The authors thank the company ISOCOMPÓSITOS and the manager, Mr. Antonio Carvalho, for the study support, Capes (Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior) and CNPq (grant #302587/2017-9).

## References

- [1] Kelly JR, Rungruanganunt P, Hunter B, Vailati F. Development of a clinically validated bulk failure test for ceramic crowns. *J Prosthet Dent* 2010;104:228-38.
- [2] Sano H, Shono T, Sonoda H, Takatsu T, Ciucchi B, Carvalho R, et al. Relationship between surface area for adhesion and tensile bond strength-Evaluation of a micro-tensile bond test. *Dent Mater* 1994;10:236-40.
- [3] Heintze SD. Clinical relevance of tests on bond strength, microleakage and marginal adaptation. *Dent Mater* 2013;29:59-84.
- [4] Corazza PH, Duan Y, Kimpara ET, Griggs JA, Della Bona A. Lifetime comparison of Y-TZP/porcelain crowns under different loading conditions. *J Dent* 2015;43:450-7.
- [5] Ottoni R, Griggs JA, Corazza PH, Della Bona Á, Borba M. Precision of different fatigue methods for predicting glass-ceramic failure. *J Mech Behav Biomed Mater* 2018;88:497-503.
- [6] Lorenzoni FC, Martins LM, Silva NRFA, Coelho PG, Guess PC, Bonfante EA, et al. Fatigue life and failure modes of crowns systems with a modified framework design. *J Dent* 2010;38:626-34.



- [7] Scherrer S, De Rijk W. The fracture resistance of all-ceramic crowns on supporting structures with different elastic moduli. *Int J Prosthodont* 1993;6:462-7.
- [8] Shembish FA, Tong H, Kaizer M, Janal MN, Thompson VP, Opdam NJ, et al. Fatigue resistance of CAD/CAM resin composite molar crowns. *Dent Mater* 2016;32:499-509.
- [9] Dibner AC, Kelly JR. Fatigue strength of bilayered ceramics under cyclic loading as a function of core veneer thickness ratios. *Journal Prosthet Dent* 2016;115:335-40.
- [10] Kinney J, Marshall S, Marshall G. The mechanical properties of human dentin: a critical review and re-evaluation of the dental literature. *Crit Rev Oral Biol Med* 2003;14:13-29.
- [11] Meredith N, Sherriff M, Setchell D, Swanson S. Measurement of the microhardness and Young's modulus of human enamel and dentine using an indentation technique. *Arch Oral Biol* 1996;41:539-45.
- [12] Kinney J, Balooch M, Marshall S, Marshall Jr G, Weihs T. Hardness and Young's modulus of human peritubular and intertubular dentine. *Arch Oral Biol* 1996;41:9-13.

- [13] Xu H, Smith D, Jahanmir S, Romberg E, Kelly J, Thompson V, et al. Indentation damage and mechanical properties of human enamel and dentin. *J Dent Res* 1998;77:472-80.
- [14] Marshall Jr GW. Dentin: Microstructure and characterization. *Quintessence Int* 1993;24:606-17.
- [15] Marshall Jr GW, Marshall SJ, Kinney JH, Balooch M. The dentin substrate: structure and properties related to bonding. *J Dent* 1997;25:441-58.
- [16] Kinney J, Balooch M, Marshall G, Marshall S. A micromechanics model of the elastic properties of human dentine. *Arch Oral Biol* 1999;44:813-22.
- [17] Ziskind D, Hasday M, Cohen SR, Wagner HD. Young's modulus of peritubular and intertubular human dentin by nano-indentation tests. *J Struct Biol* 2011;174:23-30.
- [18] Zaytsev D, Ivashov A, Panfilov P. Anisotropy of the mechanical properties of human dentin under shear testing. *Mater Lett* 2015;138:219-21.
- [19] Craig RG, Peyton FA. Elastic and Mechanical Properties of Human Dentin. *J Dent Res* 1958;37:710-8.

- [20] Gilmore RS, Pollack RP, Katz JL. Elastic properties of bovine dentine and enamel. *Arch Oral Biol* 1970;15:787-96.
- [21] Kinney J, Oliveira J, Haupt D, Marshall G, Marshall S. The spatial arrangement of tubules in human dentin. *J Mater Sci Mater Med* 2001;12:743-51.
- [22] Palamara J, Wilson P, Thomas C, Messer H. A new imaging technique for measuring the surface strains applied to dentine. *J Dent* 2000;28:141-6.
- [23] Bo H, Quanshui Z. Effect of dentin tubules to the mechanical properties of dentin. Part II: Experimental study. *Acta Mechanica Sinica* 2000;16:75-82.
- [24] Clelland NL, Warchol N, Kerby RE, Katsube N, Seghi RR. Influence of interface surface conditions on indentation failure of simulated bonded ceramic onlays. *Dent Mater* 2006;22:99-106.
- [25] Wang Y, Katsube N, Seghi RR, Rokhlin SI. Statistical failure analysis of adhesive resin cement bonded dental ceramics. *Eng Fract Mech* 2007;74:1838-56.
- [26] Yi Y-J, Kelly JR. Effect of occlusal contact size on interfacial stresses and failure of a bonded ceramic: FEA and monotonic loading analyses. *Dent Mater* 2008;24:403-9.

- [27] Aboushelib MN, Elsafi MH. Survival of resin infiltrated ceramics under influence of fatigue. *Dent Mater* 2016;32:529-34.
- [28] Braem M, Lambrechts P, Van Doren V, Vanherle G. The Impact of Composite Structure on Its Elastic Response. *J Dent Res* 1986;65:648-53.
- [29] Durand LB, Guimarães JC, Monteiro Junior S, Baratieri LN. Effect of ceramic thickness and composite bases on stress distribution of inlays- a finite element analysis. *Braz Dent J* 2015;26:146-51.
- [30] Venturini AB, Prochnow C, May LG, Kleverlaan CJ, Valandro LF. Fatigue failure load of feldspathic ceramic crowns after hydrofluoric acid etching at different concentrations. *J Prosthet Dent* 2018;119:278-85.
- [31] Pilo R, Cardash HS, Levin E, Assif D. Effect of core stiffness on the in vitro fracture of crowned, endodontically treated teeth. *J Prosthet Dent* 2002;88:302-6.
- [32] Webber B, McDonald A, Knowles J. An in vitro study of the compressive load at fracture of Procera AllCeram crowns with varying thickness of veneer porcelain. *J Prosthet Dent* 2003;89:154-60.
- [33] Kandelbauer A, Tondi G, Zinke OC, Goodman SH. Unsaturated polyesters and vinyl esters. *Handbook of thermoset plastics*: Elsevier; 2014. p. 111-72.

- [34] Carra G, Carvelli V. Long-term bending performance and service life prediction of pultruded Glass Fibre Reinforced Polymer composites. *Compos Struct* 2015;127:308-15.
- [35] Junior SAR, Ferracane JL, Bona AD. Influence of surface treatments on the bond strength of repaired resin composite restorative materials. *Dent Mater* 2009;25:442-51.
- [36] ASTM B962. Standard Test Methods for Density of Compacted or Sintered Powder Metallurgy (PM) Products Using Archimedes' Principle. 2008.
- [37] ASTM E494-95. Standard practice for measuring ultrasonic velocity in materials. 2001.
- [38] Normalizacion OId. International Standard ISO 6872: Dentistry-ceramic Materials. 2008.
- [39] ASTM D1474 Standard test Methods for Indentation Hardness of organic Coatings. 2008.
- [40] Corazza PH, Feitosa SA, Borges ALS, Della Bona A. Influence of convergence angle of tooth preparation on the fracture resistance of Y-TZP-based all-ceramic restorations. *Dent Mater* 2013;29:339-47.
- [41] Della Bona A, Anusavice KJ, Shen C. Microtensile strength of composite bonded to hot-pressed ceramics. *J Adhes Dent* 2000;2:305-13.

- [42] Kelly J, Hunter B, Brenyo M, Peterson I. Simulating clinical failure during in vitro testing of all-ceramic crowns. *J Dent Res* 1998;77:778.
- [43] Alessandretti R, Borba M, Benetti P, Corazza PH, Ribeiro R, Della Bona A. Reliability and mode of failure of bonded monolithic and multilayer ceramics. *Dent Mater* 2017;33:191-7.
- [44] Weber KR, Benetti P, Della Bona A, Corazza PH, Medeiros JA, Lodi E, et al. How does the piston material affect the in vitro mechanical behavior of dental ceramics? *J Prosthet Dent* 2018;120:747-54.
- [45] Weibull W. A statistical distribution function of wide applicability. *J Appl Mech* 1951;103:293-7.
- [46] Quinn JB, Quinn GD. A practical and systematic review of Weibull statistics for reporting strengths of dental materials. *Dent Mater* 2010;26:135-47.
- [47] Sumerak JE. The pultrusion process for continuous automated manufacture of engineered composite profiles. In: Mallick PK, editor. *Composites Engineering Handbook*. New York: CRC Press; 1997. p. 549-77.
- [48] Fiore V, Valenza A. Epoxy resins as a matrix material in advanced fiber-reinforced polymer (FRP) composites. In: Bai J, editor. *Advanced*

Fibre-Reinforced Polymer (FRP) Composites for Structural Applications:  
Elsevier Inc. Chapters; 2013. p. 88-121.

[49] Peyton F, Mahler D, Hershenov B. Physical properties of dentin. *J Dent Res* 1952;31:366-70.

[50] Fosse G, Saele PK, Eide R. Numerical density and distributional pattern of dentin tubules. *Acta Odontol Scand* 1992;50:201-10.

[51] Pashley D, Okabe A, Parham P. The relationship between dentin microhardness and tubule density. *Dent Traumatol* 1985;1:176-9.

[52] Miyazaki M, Inage H, Onose H. Use of an ultrasonic device for the determination of elastic modulus of dentin. *J Oral Sci* 2002;44:19-26.

[53] Renson C, Braden M. Experimental determination of the rigidity modulus, Poisson's ratio and elastic limit in shear of human dentine. *Arch Oral Biol* 1975;20:43-8.

[54] Rees J, Jacobsen P, Hickman J. The elastic modulus of dentine determined by static and dynamic methods. *Clin Mater* 1994;17:11-5.

[55] Boschian Pest L, Cavalli G, Bertani P, Gagliani M. Adhesive post-endodontic restorations with fiber posts: push-out tests and SEM observations. *Dent Mater* 2002;18:596-602.

- [56] Tschoegl NW, Knauss WG, Emri I. Poisson's Ratio in Linear Viscoelasticity – A Critical Review. *Mech Time Depend Mater* 2002;6:3-51.
- [57] Della Bona A, Donassollo TA, Demarco FF, Barrett AA, Mecholsky JJ, Jr. Characterization and surface treatment effects on topography of a glass-infiltrated alumina/zirconia-reinforced ceramic. *Dent Mater* 2007;23:769-75.
- [58] Anusavice KJP, Ralph W. Phillips' Science of Dental Materials. 11<sup>a</sup> ed. Rio de Janeiro: Elsevier; 2005.
- [59] Mokhtarpour F, Alaghehmand H, Khafri S. Effect of hydrofluoric acid surface treatments on micro-shear bond strength of CAD/CAM ceramics. *Electron Physician* 2017;9:5487-93.
- [60] Wolf D, Powers J, O'keefe K. Bond strength of composite to etched and sandblasted porcelain. *Am J Dent* 1993;6:155-8.
- [61] Chen JH, Matsumura H, Atsuta M. Effect of different etching periods on the bond strength of a composite resin to a machinable porcelain. *J Dent* 1998;26:53-8.
- [62] Canay S, Hersek N, Ertan A. Effect of different acid treatments on a porcelain surface. *J Oral Rehabil* 2001;28:95-101.



- [63] Bona AD, Anusavice KJ. Microstructure, composition, and etching topography of dental ceramics. *Int J Prosthodont* 2002;15:159-67.
- [64] Hooshmand T, Parvizi S, Keshvad A. Effect of Surface Acid Etching on the Biaxial Flexural Strength of Two Hot-Pressed Glass Ceramics. *J Prosthodont* 2008;17:415-9.
- [65] Naves LZ, Soares CJ, Moraes RRd, Gonçalves LS, Sinhoreti MAC, Correr-Sobrinho L. Surface/interface morphology and bond strength to glass ceramic etched for different periods. *Oper Dent* 2010;35:420-7.
- [66] Hayakawa T, Horie K, Aida M, Kanaya H, Kobayashi T, Murata Y. The influence of surface conditions and silane agents on the bond of resin to dental porcelain. *Dent Mater* 1992;8:238-40.
- [67] Aida M, Hayakawa T, Mizukawa K. Adhesion of composite to porcelain with various surface conditions. *J Prosthet Dent* 1995;73:464-70.
- [68] Özcan M, Vallittu PK. Effect of surface conditioning methods on the bond strength of luting cement to ceramics. *Dent Mater* 2003;19:725-31.
- [69] Craig RG, Gehring PE, Peyton FA. Relation of Structure to the Microhardness of Human Dentin. *J Dent Res* 1959;38:624-30.

- [70] Fusayama T, Okuse K, Hosoda H. Relationship between Hardness, Discoloration, and Microbial Invasion in Carious Dentin. *J Dent Res* 1966;45:1033-46.
- [71] Borges AFS, Bitar RA, Kantovitz KR, Correr AB, Martin AA, Puppin-Rontani RM. New perspectives about molecular arrangement of primary and permanent dentin. *Appl Surf Sci* 2007;254:1498-505.
- [72] Torres CP, Miranda Gomes-Silva J, Menezes-Oliveira MAH, Silva Soares LE, Palma-Dibb RG, Borsatto MC. FT-Raman spectroscopy,  $\mu$ -EDXRF spectrometry, and microhardness analysis of the dentin of primary and permanent teeth. *Microsc Res Tech* 2018;81:509-14.
- [73] Yilmaz S, Dumani A, Yoldas O. The effect of antibiotic pastes on microhardness of dentin. *Dent Traumatol* 2016;32:27-31.

## Captions to Tables and Figures

### *Tables*

Table 1 - Mean values, standard deviation, and statistical grouping of density, elastic modulus, and Poisson's ratio for dentin, GFIR, GFOR and G10.

Table 2 - Mean and standard deviation (SD), Weibull modulus ( $m$ ), characteristic strength ( $\sigma_0$ ) and the respective 95% confidence intervals (CI), along with failure rate found for microtensile bond strength test of ceramic bonded to human dentin, GFIR and GFOR.

Table 3 - Mean and standard deviation (SD) values of fracture load test ( $L_f$ ) of a feldspathic ceramic cemented on different substrates.

### *Figures*

Figure 1 - SEM images from the surface of GFIR with no etching (A) and after 10% HF etching for 15 s (B), 30 s (C), 45 s (D), and 60 s (E) (magnification: 2000 $\times$ ).

Figure 2 - SEM images from the surface of GFOR with no etching (A) and after 10% HF etching for 15 s (B), 30 s (C), 45 s (D), and 60 s (E) (magnification: 2000 $\times$ ).

Figure 3 - Weibull distribution of bond strength data presented on Table 2.

Figure 4 - Radial crack shown by blue light transillumination.

**Tables list**

**Table 1** - Mean values, standard deviation, and statistical grouping of density, elastic modulus, and Poisson's ratio for dentin, GFIR, GFOR and G10.

Subst.	Density (g/cm <sup>3</sup> )*	Elastic modulus (GPa)		Poisson's ratio		Flexural strength (MPa)
		Dry	Wet*	Dry	Wet*	
Dentin	2.15 ± 0.03 A	-	21.68 ± 1.00 A	-	0.33 ± 0.01 C	-
GFIR	1.89 ± 0.02 C	13.11 ± 0.28	13.11 ± 0.50 C	0.43 ± 0.003	0.44 ± 0.004 A	41.18 ± 2.12 B
GFOR	1.95 ± 0.02 B	15.07 ± 0.3	14.70 ± 0.33 B	0.43 ± 0.001	0.43 ± 0.002 A	40.66 ± 4.03 B
G10	1.90 ± 0.01 C	14.9**	13.10 ± 0.30 C	0.31**	0.40 ± 0.002 B	84.14 ± 8.32 A

\* Similar letters in the same column indicate no statistical difference ( $\alpha=0.05$ ).

\*\* Values from Yi and Kelly 2008 [27].

**Table 2** - Mean and standard deviation (SD), Weibull modulus ( $m$ ), characteristic strength ( $\sigma_0$ ) and the respective 95% confidence intervals (CI), along with failure rate found for microtensile bond strength test of ceramic bonded to human dentin, GFIR and GFOR.

Substrate	Bond strength	$m$ (CI)	$\sigma_0$ (CI)	Failure pattern %		
	Mean±SD*			C/C	C/S	COMB
Dentin	10.94±1.95 A	2.57 (2.14 – 3.08)	11.05 (10.06 – 12.15)	59.8	30.7	9.5
GFIR	10.14±1.02 A	3.02 (2.50 – 3.66)	11.37 (10.45 – 12.36)	79.8	4.2	16
GFOR	9.87±2.05 A	3.12 (2.60 – 3.74)	11.30 (10.40 – 12.28)	29	50	21

\* Similar letters in the same column indicate no statistical difference.

**Table 3.** Mean and standard deviation (SD) values of fracture load test ( $L_f$ ) of a feldspathic ceramic cemented on different substrates.

Substrate	n	Mean±SD of Lf (N)*	Failure pattern
Dentin	15	419.5 ± 49.4 B	100% radial
GFIR	15	257.60 ± 22.8 C	100% radial
GFOR	15	461.1 ± 61.1 AB	100% radial
G10	15	482.9±53.7 A	100% radial

\* Different letters in the same column indicate statistical difference ( $\alpha=0.05$ ).

**Figures list**

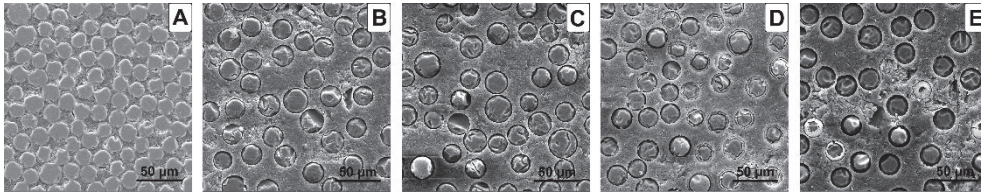


Figure 1 - SEM images from the surface of GFIR with no etching (A) and after 10% HF etching for 15 s (B), 30 s (C), 45 s (D), and 60 s (E) (magnification: 2000×).

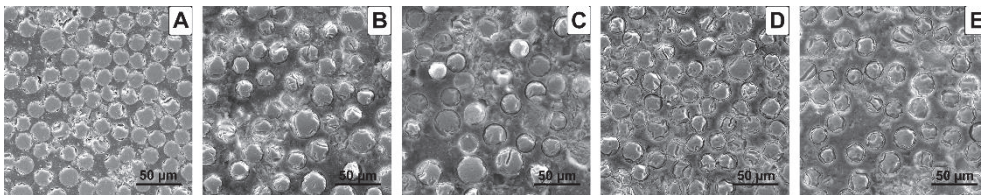


Figure 2 - SEM images from the surface of GFOR with no etching (A) and after 10% HF etching for 15 s (B), 30 s (C), 45 s (D), and 60 s (E) (magnification: 2000×).

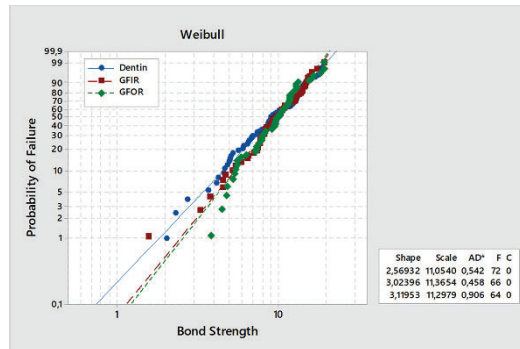


Figure 3 - Weibull distribution of bond strength data presented on Table 2.

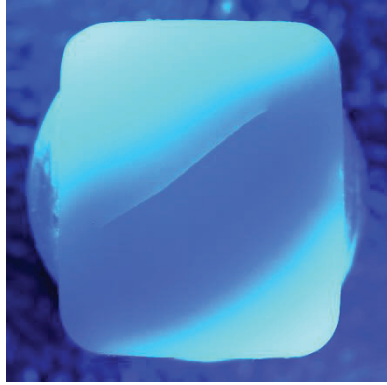


Figure 4 - Radial crack shown by blue light transillumination.