

Silvio César Gonçalves

***Análise da superfície de cerâmicas vítreas
polidas ou glazeadas submetidas a soluções
ácidas na presença ou não da película adquirida.***

ARAÇATUBA – SP

2018

Silvio César Gonçalves

***Análise da superfície de cerâmicas vítreas
polidas ou glazeadas submetidas a soluções
ácidas na presença ou não da película adquirida.***

*Dissertação apresentada à Faculdade de
Odontologia de Araçatuba da Universidade
Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho” –
UNESP, como parte dos requisitos para a
obtenção do título de Mestre em Ciência
Odontológica – Área de Biomateriais.*

Orientadora: Profa. Adjunto Denise Pedrini

Coorientador: Prof. Titular Alberto Carlos Botazzo Delbem

ARAÇATUBA – SP

2018

Catálogo na Publicação (CIP)

Diretoria Técnica de Biblioteca e Documentação – FOA / UNESP

G635a Gonçalves, Silvio César.
Análise da superfície de cerâmicas vítreas polidas ou glazeadas submetidas a soluções ácidas na presença ou não da película adquirida / Silvio César Gonçalves. - Araçatuba, 2018

51 f. : il. ; tab.

Dissertação (Mestrado) – Universidade Estadual Paulista, Faculdade de Odontologia de Araçatuba

Orientadora: Profa. Denise Pedrini

Coorientador: Prof. Alberto Carlos Botazzo Delbem

1. Cerâmica 2. Propriedades físicas e químicas 3. Energia I. T.

Black D15
CDD 617.6

Claudio Hideo Matsumoto CRB-8/5550

Dados Curriculares

SILVIO CÉSAR GONÇALVES

Nascimento	17/11/1972 Araçatuba – São Paulo
Filiação	José Gonçalves Antônia Monteiro Gonçalves
2011/2014	Curso de graduação em Bacharel em Química no Centro Universitário Católico Salesiano Auxilium – Araçatuba/SP
2016/Atual	Curso de Pós-Graduação em Ciência Odontológica - área de Biomateriais, nível de Mestrado, na Faculdade de Odontologia de Araçatuba - UNESP

Dedicatória



Dedico este trabalho

À minha esposa, Flávia

Serei sempre grato pela sua parceria e cumplicidade, pelos momentos que pensei em desistir e você nunca permitir que levasse essa ideia à diante. Terei sempre gratidão pelas suas orações que me mantiveram em pé e me encorajaram em todos os momentos. Sem você ao meu lado nada faria sentido. Amo você.

Aos meus filhos, Pedro e Heloísa

Vocês são minha inspiração para levantar todos os dias e seguir minha rotina, o sorriso que ganho todas as manhãs é o combustível para todos os dias querer volta para casa o quanto antes e poder ser pai sem restrições de sentimentos. Amo cada momento e cada instante que compartilhamos. Estarei sempre aqui...

Ao meu irmão, Marco

Obrigado por tudo que faz por mim. E olha que não é pouca coisa. Sempre compreensível quando precisei de tempo, recursos e de apoio. É amigo, parceiro e conselheiro. Serei sempre grato a Deus por você. Espero um dia poder retribuir tudo que fez e faz por mim. Embora acho que jamais conseguirei em uma só vida. Te amo.

Aos meus irmãos

Sempre que posso digo que Deus me abençoou com uma família maravilhosa, tenho irmãos que foram exemplos de vida para mim. Isabel e Lúcia, além de lindas são um porto seguro que sempre encontrei. José Carlos, minha inspiração para estudar e crescer, jamais esquecerei as manhãs que chegava de viagem e ia me acordar... Era fantástico.

Aos meus pais

Obrigado por formar o homem que sou hoje. Obrigado pelo amor e carinho que sempre demonstraram e me fizeram ser apaixonados por vocês. São responsáveis diretamente pelas conquistas que tive na vida.

Agradecimentos Especiais

À Deus

Pela minha saúde, pelo amor que demonstra por mim em cada detalhe da vida. A palavra para expressar neste momento é GRATIDÃO.

A minha orientadora Denise Pedrini

Eu tenho a absoluta convicção que esse trabalho só pode ser concluído por sua causa. A sua paciência, inteligência e amizade, fizeram toda a diferença. Nestes mais de dois anos juntos só posso dizer que a minha admiração por você só aumentou. Serei sempre grato pela sua orientação e sabedoria. Você é fantástica!

Ao meu coorientador Alberto Carlos Botazzo Delbem

Obrigado professor pela paciência que teve comigo. Pelo desafio de me ajudar neste trabalho um pouco diferente da linha de pesquisa, mas que sempre encontrou saída quando tudo parecia não sair do projeto. Você será para mim exemplo de sabedoria e inteligência.

A Odontomega

Agradeço ao Marco e Adriano pela colaboração direta neste trabalho. Sempre que solicitei ajuda vocês atenderam com muita atenção e carinho. Fica aqui minha eterna gratidão.

Agradecimientos

À Faculdade de Odontologia de Araçatuba – UNESP

Na pessoa de seu diretor Prof. Tit. Wilson Roberto Poi, pela oportunidade de aprendizado e crescimento pessoal e profissional.

*Ao atual coordenador do Programa de Pós-graduação em Ciência Odontológica da Faculdade de Odontologia de Araçatuba – UNESP
Prof. Adj. Luciano Tavares Ângelo Cintra, competência e trabalho.*

*Ao Departamento de Odontopediatria da Faculdade de Odontologia
de Araçatuba – UNESP*

Pela oportunidade da realização do meu mestrado e aos professores e funcionários pelo convívio tão agradável.

*Às funcionárias da seção de Pós-graduação da Faculdade de
Odontologia de Araçatuba – UNESP*

Valéria, Cristiane e Lilian, pela presteza e suporte durante todo esse tempo.

*Aos queridos pós-graduandos do Departamento de Odontopediatria
da Faculdade de Odontologia de Araçatuba - UNESP*

Epígrafe

“Não vim até aqui pra desistir agora... Voando sem instrumentos ao sabor do vento, se depender de mim eu vou até o fim” (Humberto Gessinger)

Resumo



GONÇALVES, S.C. **Análise da superfície de cerâmicas vítreas polidas ou glazeadas submetidas a soluções ácidas na presença ou não da película adquirida.** 2018. Dissertação (Mestrado em Ciência Odontológica, área de Biomateriais) - Faculdade de Odontologia de Araçatuba, Universidade Estadual Paulista, Araçatuba, 2018.

Resumo

O objetivo deste estudo foi analisar as características de superfície da cerâmica vítrea de dissilicato de lítio com diferentes acabamentos de superfície (glaze e polimento manual mecânico) submetidas a soluções ácidas (ácido cítrico e ácido fosfórico) e armazenadas em água ou saliva humana. As superfícies foram analisadas utilizando a energia livre de superfície, rugosidade, dureza e microscopia eletrônica de varredura. Foram utilizadas pastilhas de cerâmica vítrea de dissilicato de lítio, do sistema prensado, dos quais foram obtidas amostras com 6 mm x 4 mm x 2mm (n=120). Os grupos experimentais foram divididos de acordo com o acabamento das cerâmicas (polida ou glaze), desafio (água, ácido cítrico e ácido fosfórico) e meio de armazenamento (água deionizada ou saliva humana). Foram realizados ciclos de 21 dias onde as cerâmicas permaneciam 4 horas na solução de desafio e 20 horas no meio de armazenamento, sendo renovados diariamente. Os dados foram submetidos a ANOVA a 3 critérios seguidos pelo teste de Student-Newman-Keuls. Houve rugosidade maior com o acabamento glaze ($p < 0,001$) e o desafio com ácido fosfórico levou a menor rugosidade ($p < 0,003$). A dureza foi maior para as cerâmicas com glaze e menor quando submetida ao ácido cítrico ($p = 0,536$). A superfície da cerâmica glazeada apresentou maior valor de energia livre ($p < 0,007$), porém nos desafios ácidos armazenados em saliva, o componente doador de elétrons em ambos os desafios, apresentaram menores valores ($p = 0,148$). Concluiu-se que a cerâmica glazeada apresentou maior rugosidade, dureza e energia de superfície do que a cerâmica polida, e os desafios ácidos e meio de armazenamento influenciaram estas variáveis, principalmente nas cerâmicas polidas.

Palavras Chave: Cerâmica, Propriedades físicas e químicas, Energia.

Abstract

GONÇALVES, S.C. Surface analysis of polished or glazed vitreous ceramics subjected to acid solutions in the presence or absence of the acquired film. 2018. Dissertação (Mestrado em Ciência Odontológica, área de Biomateriais) - Faculdade de Odontologia de Araçatuba, Universidade Estadual Paulista, Araçatuba, 2018.

Abstract

The objective of this study was to analyze the surface characteristics of vitreous ceramics of lithium disilicate with different surface finishes (glaze and mechanical manual polishing) submitted to acid solutions (citric acid and phosphoric acid) and stored in human water or saliva. The surfaces were analyzed using surface free energy, roughness, hardness and scanning electron microscopy. Lithium disilicate vitreous ceramic tablets were used, from which the samples were obtained with 6 mm x 4 mm x 2 mm (n=120). The experimental groups were divided according to the finishing of the ceramics (polished or glaze), challenge (water, citric acid and phosphoric acid) and storage medium (deionized water or human saliva). Twenty-one day cycles were performed where the ceramics remained 4 hours in the challenge solution and 20 hours in the storage medium, being renewed daily. Data were submitted to ANOVA at 3 criteria followed by the Student-Newman-Keuls test. There was greater roughness with the glaze finish ($p<0.001$) and the challenge with phosphoric acid led to the least roughness ($p<0.003$). Hardness was higher for ceramics with glaze and lower when submitted to citric acid ($p=0.536$). The glaze ceramic surface presented higher free energy value ($p<0.007$), but in the acidic challenges stored in saliva, the electron donor component in both challenges presented lower values ($p=0.148$). It was concluded that the glazed ceramics presented higher roughness, hardness and surface energy than the polished ceramics, and the acidic challenges and storage medium influenced these variables, especially in the polished ceramics.

Keywords: Ceramics, Physical and chemical properties, Energy.

Lista de Figuras

LISTA DE FIGURAS

- Figura 1** Ciclagem de 21 dias onde as cerâmicas permaneceram 4 horas na solução de desafio e 20 horas no meio de armazenamento. 28
- Figura 2** Fotomicrografias das superfícies das cerâmicas polidas de acordo com o meio de armazenamento (água ou saliva) e o desafio (Água, Ácido Cítrico e Ácido Fosfórico) utilizando microscopia óptica 3D (Aumento: 20 x). 32
- Figura 3** Fotomicrografias das superfícies das cerâmicas com glaze de acordo com o meio de armazenamento (água ou saliva) e o desafio (Água, Ácido Cítrico e Ácido Fosfórico) utilizando microscopia óptica 3D (Aumento: 20 x). 32
- Figura 4** Valores médios da energia apolar (γ_S^{LW}) e energia polar (γ_S^{AB}) das cerâmicas de acordo com acabamento, desafio e meio de armazenamento (n=10). Letras minúsculas distintas indicam diferença significativa entre os valores para cada variável (Student-Newman-Keuls, $p < 0,05$). Barras verticais indicam o desvio-padrão. 34
- Figura 5** Valores médios dos componentes da energia polar (γ_S^{AB}): elétron-receptor (γ_S^+ : Lewis-ácido) e elétron-doador (γ_S^- : Lewis-base) das cerâmicas de acordo com acabamento, desafio e meio de armazenamento (n=10). Letras minúsculas distintas indicam diferença significativa entre os valores para cada variável (Student-Newman-Keuls, $p < 0,05$). Barras verticais indicam o desvio-padrão. 35
- Figura 6** Fotomicrografias das superfícies das cerâmicas polidas de acordo com o meio de armazenamento (água ou saliva) e o desafio (Água, Ácido Cítrico e Ácido Fosfórico) utilizando microscopia eletrônica de varredura (Aumento: 10.000 x). 36
- Figura 7** Fotomicrografias das superfícies das cerâmicas glaze de acordo com o meio de armazenamento (água ou saliva) e o desafio (Água, Ácido Cítrico e Ácido Fosfórico) utilizando microscopia eletrônica de varredura (Aumento: 10.000x). 37

Lista de Tabelas

LISTA DE TABELAS

- | | | |
|-----------------|--|----|
| Tabela 1 | Valores médios (DP) da rugosidade e dureza de superfície das cerâmicas polidas ou com glaze de acordo com desafio e meio de armazenamento (n=10) | 31 |
| Tabela 2 | Valores médios (DP) da energia livre de superfície (γ_s : mN/m) das cerâmicas de acordo com acabamento, desafio e meio de armazenamento (n=10) | 33 |

Sumário



SUMÁRIO

RESUMO	25
INTRODUÇÃO	26
MATERIAIS E MÉTODOS	27
RESULTADOS	30
DISCUSSÃO	38
CONCLUSÕES	41
REFERÊNCIAS	41
ANEXOS	45

Análise da superfície de cerâmicas vítreas polidas ou glazeadas submetidas a soluções ácidas na presença ou não da película adquirida. *

Silvio César GONÇALVES, DDS, MS, São Paulo State University (UNESP), Department of Surgery and Integrated Clinic, School of Dentistry, Araçatuba, São Paulo, Brazil.

Alberto Carlos Botazzo DELBEM, DDS, MS, PhD, São Paulo State University (UNESP), Department of Pediatric Dentistry and Public Health, School of Dentistry, Araçatuba, São Paulo, Brazil.

Denise PEDRINI, DDS, MS, PhD, São Paulo State University (UNESP), Department of Surgery and Integrated Clinic, School of Dentistry, Araçatuba, São Paulo, Brazil.

Corresponding author:

Denise Pedrini

Faculdade de Odontologia do Campus de Araçatuba - UNESP

Rua José Bonifácio 1193 - CEP: 16015-050

Araçatuba – SP - Brasil

Phone: +55-18-3636-3201. Fax: +55-18-3636-3332

E-mail: pedrini@foa.unesp.br

*De acordo com as instruções aos autores do periódico Journal of Applied Oral Science (<http://www.scielo.br/revistas/jaos/pinstruc.htm>).

Análise da superfície de cerâmicas vítreas polidas ou glazeadas submetidas a soluções ácidas na presença ou não da película adquirida

Resumo:

O objetivo deste estudo foi analisar as características de superfície da cerâmica vítrea de dissilicato de lítio com diferentes acabamentos de superfície (glaze e polimento manual mecânico) submetidas a soluções ácidas (ácido cítrico e ácido fosfórico) e armazenadas em água ou saliva humana. As superfícies foram analisadas utilizando a energia livre de superfície, rugosidade, dureza e microscopia eletrônica de varredura. Foram utilizadas pastilhas de cerâmica vítrea de dissilicato de lítio, do sistema prensado, dos quais foram obtidas amostras com 6 mm x 4 mm x 2mm (n=120). Os grupos experimentais foram divididos de acordo com o acabamento das cerâmicas (polida ou glaze), desafio (água, ácido cítrico e ácido fosfórico) e meio de armazenamento (água deionizada ou saliva humana). Foram realizados ciclos de 21 dias onde as cerâmicas permaneciam 4 horas na solução de desafio e 20 horas no meio de armazenamento, sendo renovados diariamente. Os dados foram submetidos a ANOVA a 3 critérios seguidos pelo teste de Student-Newman-Keuls. Houve rugosidade maior com o acabamento glaze ($p < 0,001$) e o desafio com ácido fosfórico levou a menor rugosidade ($p < 0,003$). A dureza foi maior para as cerâmicas com glaze e menor quando submetida ao ácido cítrico ($p = 0,536$). A superfície da cerâmica glazeada apresentou maior valor de energia livre ($p < 0,007$), porém nos desafios ácidos armazenados em saliva, o componente doador de elétrons em ambos os desafios, apresentaram menores valores ($p = 0,148$). Concluiu-se que a cerâmica glazeada apresentou maior rugosidade, dureza e energia de superfície do que a cerâmica polida, e os desafios ácidos e meio de armazenamento influenciaram estas variáveis, principalmente nas cerâmicas polidas.

Palavras Chave: Cerâmica. Propriedades físicas e químicas. Energia.

Introdução

As cerâmicas odontológicas têm se demonstrado como a melhor opção para restauração de grandes perdas de estrutura dentária, por sua dureza, resistência e propriedades ópticas como fluorescência, opalescência e translucidez, que se assemelham com o esmalte dentário¹. Todavia, a cerâmica é um material friável que não suporta deformação plástica sob pressão. Devido a isso, nos últimos anos, tem se intensificado os estudos sobre novos compostos que possam melhorar essa deficiência que as cerâmicas apresentam. A adição de dissilicato de lítio tem demonstrado boa solução para reforçar a resistência, sem alterar as propriedades que caracterizam as cerâmicas vítreas².

Entretanto, o meio aquoso bucal e agentes erosivos podem afetar a estabilidade química e de superfície das cerâmicas dentárias²⁻⁷. A dissolução da superfície da cerâmica pode afetar a resistência à fratura⁸, alterar a cor⁹, promover o desgaste do material restaurador ou do dente antagonista¹⁰ e aumentar a rugosidade¹¹ que pode comprometer a longevidade da restauração e prejudicar as estruturas bucais adjacentes como resultado do aumento do acúmulo do biofilme dentário¹². O consumo de bebidas, refrigerantes e sucos de frutas é muito frequente na população levando à rugosidade da superfície das cerâmicas¹³. A textura brilhante ou fosca da superfície de um material depende da lisura dessa superfície. A cerâmica pode ter sua superfície polida por meio de glaze, aplicação de cerâmica de baixa fusão, ou polimento mecânico manual, utilizando borrachas de silicone. A restauração indireta pode proporcionar ajustes em sua estrutura quando instalada no remanescente dentário na cavidade bucal¹⁴. Tais ajustes são necessários para melhor adaptação da restauração. Porém, esse procedimento irá causar alteração no polimento feito inicialmente na cerâmica. Uma vez instalada, a restauração não poderá ser removida, restando ao cirurgião dentista apenas a opção de polimento manual. Assim, foi importante analisar as propriedades da superfície das cerâmicas com adição de dissilicato de lítio após contato com bebidas que fazem parte do hábito alimentar atual, e nos diferentes tipos de polimento.

O objetivo deste estudo foi analisar as características de superfície da cerâmica vítrea de dissilicato de lítio com diferentes acabamentos de superfície (glaze e polimento manual mecânico) submetidas a soluções ácidas (ácido cítrico e ácido fosfórico) e armazenadas em água ou saliva humana. As superfícies foram analisadas utilizando a energia livre de superfície, rugosidade, dureza e microscopia eletrônica de varredura. A hipótese nula foi que o tipo de acabamento, as soluções ácidas e o meio de armazenamento não alteram as características de superfície das cerâmicas.

Materiais e Métodos

Preparo das amostras

Foram utilizadas pastilhas de cerâmica vítrea de dissilicato de lítio (Rosseta SP, Gangwon-do, Korea), do sistema prensado, dos quais foram obtidas amostras com 6 mm x 4 mm x 2mm (n=120), por meio de prensagem desta cerâmica em molde de blocos de acrílico. Essas amostras foram prensadas em forno de queima de cerâmica (modelo Programat EP 5010, Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein). A pastilha de cerâmica foi colocada sob o injetor e a montagem aquecida a 910°C. O injetor pressionou a cerâmica fundida para dentro do molde. A prensagem pelo calor dependeu da aplicação de pressão externa para sinterizar e conformar a cerâmica em alta temperatura, o que auxiliou na prevenção de poros grandes, promovendo uma boa dispersão da fase cristalina dentro da matriz vítrea¹⁵. O procedimento de prensagem do material durou 20 minutos sob alta temperatura para produzir a estrutura cerâmica. Posteriormente foi dado polimento por meio de glaze (InSynC, glaze paste fluor, Chemichi AG-Landstrasse-114, FL-9490, Vaduz-Liechtenstein), que foi aplicado por meio de um pincel para aplicação cerâmica nº 4 (Defama, Porto Alegre, RS, Brasil) pela queima de cerâmica de baixa fusão em forno (Ivoclar Vivadent), na temperatura de 730°C, durante 5 minutos. O polimento manual mecânico foi realizado com borrachas abrasivas de silicone (EVE® DIAPOL, EVE Ernest Vetter GmbH-Rastatter Str, 30 D-75179- Pforzheim-Germany), na seguinte ordem: 1ª fase, grossa (R170g); 2ª fase, média (R170mf) e 3ª fase, fina (R170D). Para todas as fases utilizou-se rotação de 12000 rpm, durante 7 minutos, em motor de baixa rotação (Strong-210- Saeshin Precision Ind. CO. #93-15 Paho-Dong, Dalseo-Gu, Korea) (Anexo A).

Coleta da saliva

As coletas de saliva foram realizadas de acordo com o protocolo aprovado pelo Comitê de Ética em Pesquisa (CAAE: 80572117.8.0000.5420), após o consentimento informado assinado pelos voluntários. Amostras de saliva estimuladas com parafina de doadores saudáveis de ambos os sexos (com idade entre 22 e 35 anos, n=6) foram coletadas em frascos resfriados com gelo e posteriormente agrupadas. A coleta de saliva foi realizada pela manhã, 1 hora após o café da manhã. Imediatamente após a coleta, amostras de saliva total foram centrifugadas por 20 minutos a 4°C e 2.000× g. Os sobrenadantes foram divididos em alíquotas de 50 mL e armazenados a -80°C¹⁶ (Anexo B). Essa temperatura manteve as propriedades da saliva, sendo normalmente utilizada quando voltou ao estado normal, na temperatura ambiente.

Grupos experimentais

Os grupos experimentais (n=10) foram divididos de acordo com o acabamento das cerâmicas (polida ou glaze), desafio (água, ácido cítrico e ácido fosfórico) e meio de

armazenamento (água deionizada ou saliva humana). Foram realizados ciclos de 21 dias onde as cerâmicas permaneciam 4 horas na solução de desafio e 20 horas no meio de armazenamento, simulando três períodos de ingestão (2,5 minutos) de bebidas ácidas durante 2 anos¹⁷. As soluções e os meios de armazenamento foram renovados diariamente.

Os ciclos consistiram na imersão das amostras de cerâmicas (polidas ou glaze) em recipientes com 5 mL dos meios de armazenamento: água deionizada ou saliva humana (pH entre 6,8 e 7,2); onde permaneceram por 20 horas^{18,19}. A seguir, as amostras foram lavadas com água deionizada durante 15 segundos e secas suavemente com papel toalha. Depois foram colocadas em recipientes com 5 mL de água deionizada, ácido cítrico (pH 3,5) ou ácido fosfórico (pH 2,7), a $37\pm 1^\circ\text{C}$ durante 4 horas²⁰ para produção do desafio. A seguir, as amostras foram lavadas com água deionizada durante 15 segundos e secas suavemente com papel toalha. Depois, permaneceram estocadas durante 20 horas em 5 mL de novos meios de armazenamento (água ou saliva)¹⁷ para novo ciclo (Figura 1).

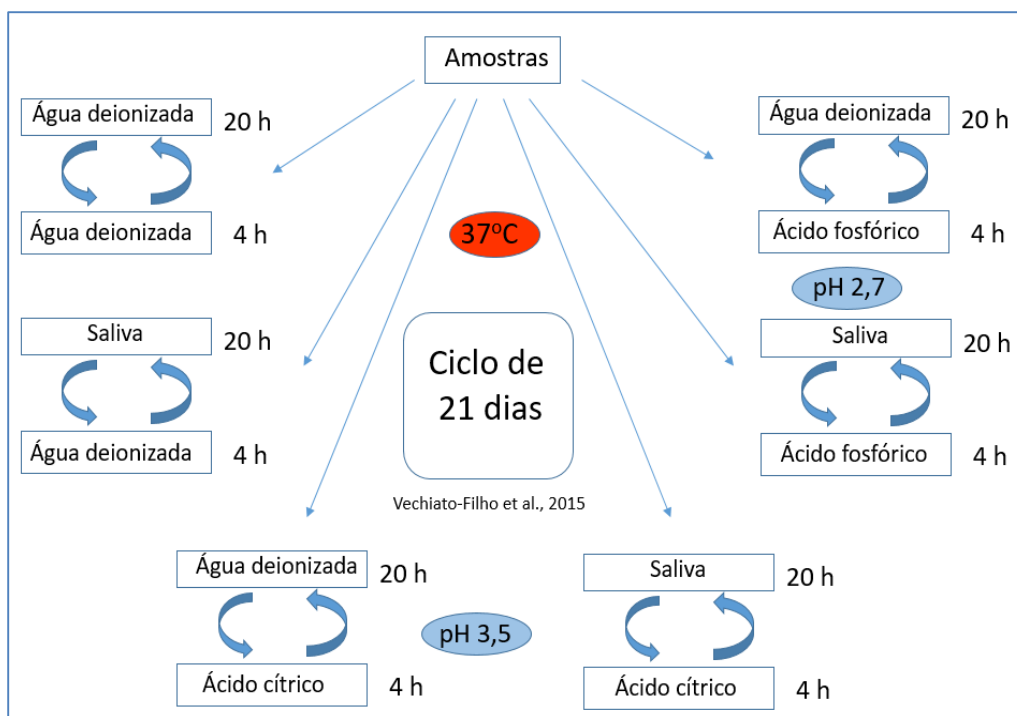


Figura 1. Ciclagem de 21 dias onde as cerâmicas permaneceram 4 horas na solução de desafio e 20 horas no meio de armazenamento.

Análise das características de superfície das cerâmicas

Energia livre de superfície

A energia livre de superfície (γ_s) da superfície dos blocos cerâmicos e seu componente apolar (γ^{LW} : Lifshitz van der Waals) e polar (γ^{AB} : ácido/base) foram determinados pelas medidas de ângulo de contato após os 21 dias de ciclos. As medições foram realizadas através de um goniômetro automático (DSA 100S, Krüss, Hamburg, Germany), utilizando três líquidos sondas com os parâmetros de energia de superfície conhecidos: água (polar), diiodometano (apolar) e etilenoglicol (polar com componente ácido e base). Para a determinação do ângulo de contato, os blocos tratados foram mantidos em ambiente a 22°C por 45 minutos para obter estabilidade da película formada²¹. A seguir, um volume de 0,5 μ L de cada líquido foi dispensado automaticamente em diferente quadrante da superfície de cada bloco utilizando uma seringa de vidro (500 μ L) e uma agulha com calibre de 0,5 mm. Após 1 segundo do gotejamento, os ângulos de contato (direito e esquerdo) foram medidos utilizando uma câmera CCD para captura das imagens e o método da tangente (Drop Shape Analysis DSA4 Software, version 2.0-01, Krüss). Cada gota foi medida 5 vezes durante 5 segundos a uma temperatura de 22°C e umidade relativa do ar de 44 ± 6 ^{21,22}. Os parâmetros de γ^{LW} e γ^{AB} e os componentes ácido (γ^+ , componente receptor) e base (γ^- , componente doador) da energia livre de superfície (mN/m), foram calculados de acordo com o modelo de van Oss, Chaudhery e Good para determinação da energia livre de interação dos substratos²¹⁻²⁴ (Anexo C).

Análise da rugosidade de superfície

Para análise da rugosidade de superfície, as amostras foram levadas individualmente ao Microscópio Óptico 3D Contour GTK (BRUKER AXS INC., Billerica, Massachusetts, EUA). Foram colocadas na plataforma para objetos e identificadas, logo após realizados os testes de parâmetros, o aparelho foi configurado em modo automatizado e as leituras foram feitas de maneira contínua. Foram realizadas 4 imagens em diferentes quadrantes em cada amostra com aumento de 20 vezes. O parâmetro de rugosidade utilizado foi o S_a , média aritmética calculada em micrometros (μ m), relativa a área da imagem captada. Após o registro, as imagens foram tratadas e os dados analisados no programa Vision64 Map software (BRUKER) (Anexo D).

Dureza de superfície

A dureza (Vickers) de superfície foi determinada utilizando microdurômetro (Shimadzu Micro Hardness Tester HMV-2000, Shimadzu Corp, Kyoto, Japan), sob carga estática de 200 gramas por um tempo de 10 segundos. Foram realizadas 3 impressões na superfície do material distantes 500 μ m entre si (Anexo E).

Microscopia eletrônica de varredura

As amostras de cada material foram levadas ao aparelho de metalização (SCD 050, BAL-TEC, Schalksmühle, Germany) para a deposição de uma camada de 20 nm de ouro. Após esse procedimento, as amostras foram levadas ao microscópio eletrônico de varredura (Digital Scanning Microscope DSM-960, Zeiss, Oberkochen, Germany). As imagens foram realizadas com aumento de 10.000 vezes (Anexo F).

Análise estatística

Os resultados foram analisados estatisticamente considerando como fatores de variação o tipo de acabamento, o desafio e o meio de armazenamento, e as variáveis, energia livre de superfície, rugosidade de superfície e dureza de superfície. Os dados foram submetidos a ANOVA a 3 critérios seguidos pelo teste de Student-Newman-Keuls. Todas as análises foram realizadas com o programa SigmaPlot versão 12.0 com nível de significância de 5%. A análise das imagens obtidas em microscopia eletrônica de varredura foi descritiva não sendo realizada a análise estatística dos dados.

Resultados

O acabamento com glaze produziu maiores valores para rugosidade quando comparado ao polimento ($p < 0,001$) (Tabela 1). O valor da rugosidade, considerando o fator desafio, foi: água=ácido cítrico > ácido fosfórico ($p = 0,003$). Diferenças entre água e saliva foram observadas nas interações com os fatores acabamento ou desafio ($p < 0,001$) (Tabela 1). O desafio com ácido cítrico apresentou os menores valores de dureza de superfície ($p < 0,001$) quando comparado à água e ácido fosfórico, e estes últimos não mostraram diferenças entre si ($p > 0,171$). O fator armazenamento não levou a diferenças na dureza de superfície ($p > 0,969$) da cerâmica (Tabela 1), porém diferenças entre as médias mostraram ser dependentes das interações com os fatores acabamento e desafio ($p < 0,001$). A dureza foi maior nas cerâmicas com glaze quando comparado ao polimento ($p < 0,001$), exceto para desafio água e armazenamento em saliva ($p > 0,819$) e desafio com ácido cítrico e armazenamento em água ($p > 0,536$).

Tabela 1 - Valores médios (DP) da rugosidade e dureza de superfície das cerâmicas polidas ou com glaze de acordo com desafio e meio de armazenamento (n=10)

Desafio	Meio de armazenamento	Rugosidade (Sa)		Dureza (Vickers)	
		Polida	Glaze	Polida	Glaze
Água	Água	0,191 ^{a,A} (0,047)	0,728 ^{a,B} (0,164)	614,3 ^{a,A} (9,6)	586,2 ^{a,B} (12,9)
	Saliva	0,306 ^{b,A} (0,052)	1,162 ^{b,B} (0,419)	599,9 ^{a,b,A} (3,2)	599,0 ^{b,A} (6,7)
Ácido Cítrico	Água	0,196 ^{a,A} (0,016)	0,659 ^{a,B} (0,196)	587,6 ^{b,A} (5,3)	585,2 ^{a,A} (3,8)
	Saliva	0,307 ^{b,A} (0,118)	0,955 ^{b,B} (0,200)	561,2 ^{c,A} (15,5)	601,8 ^{b,B} (4,4)
Ácido Fosfórico	Água	0,162 ^{c,A} (0,035)	0,495 ^{c,B} (0,077)	581,0 ^{b,A} (12,5)	599,6 ^{b,B} (8,5)
	Saliva	0,216 ^{d,A} (0,043)	0,430 ^{c,B} (0,040)	583,4 ^{b,A} (7,5)	605,8 ^{b,B} (6,1)

Letras minúsculas distintas indicam diferença significativa entre os valores na coluna. Letras maiúsculas distintas indicam diferença significativa entre a cerâmica polida e com glaze dentro de cada análise (Student-Newman-Keuls, $p < 0,05$).

Nas Figuras 2 e 3, as imagens da microscopia óptica 3D (Interferometria de luz branca) mostraram as superfícies das cerâmicas polidas e com glaze nos diferentes meios de armazenamento e desafio ácido. No armazenamento saliva, as cerâmicas apresentaram uma topografia mais irregular quando comparado às cerâmicas armazenadas em água. A mesma característica pode ser observada quando as cerâmicas foram submetidas aos desafios ácidos.

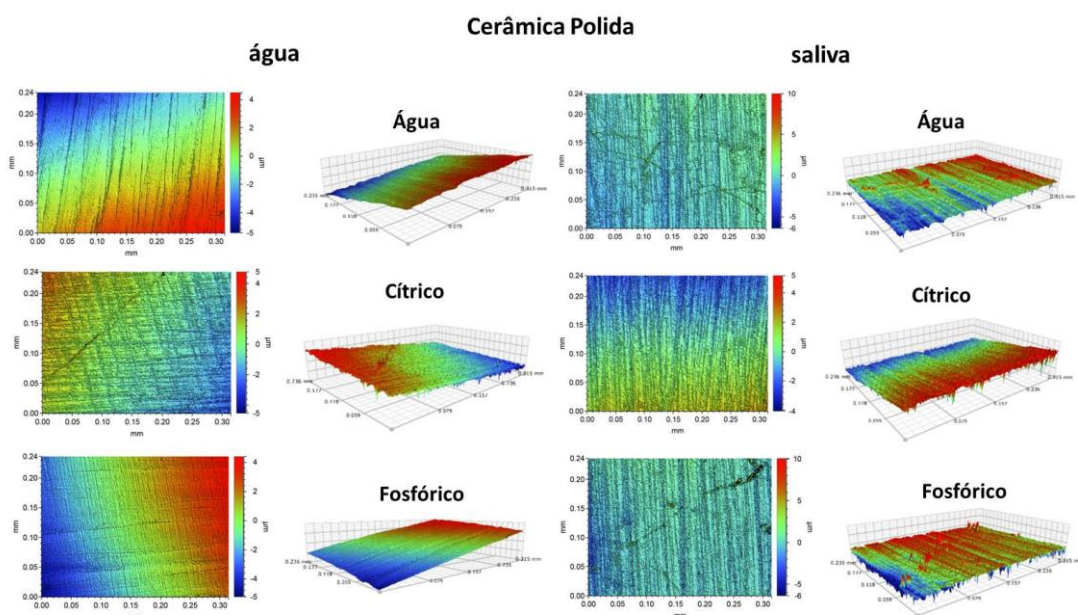


Figura 2. Fotomicrografias das superfícies das cerâmicas polidas de acordo com o meio de armazenamento (água ou saliva) e o desafio (Água, Ácido Cítrico e Ácido Fosfórico) utilizando microscopia óptica 3D (Aumento: 20 x).

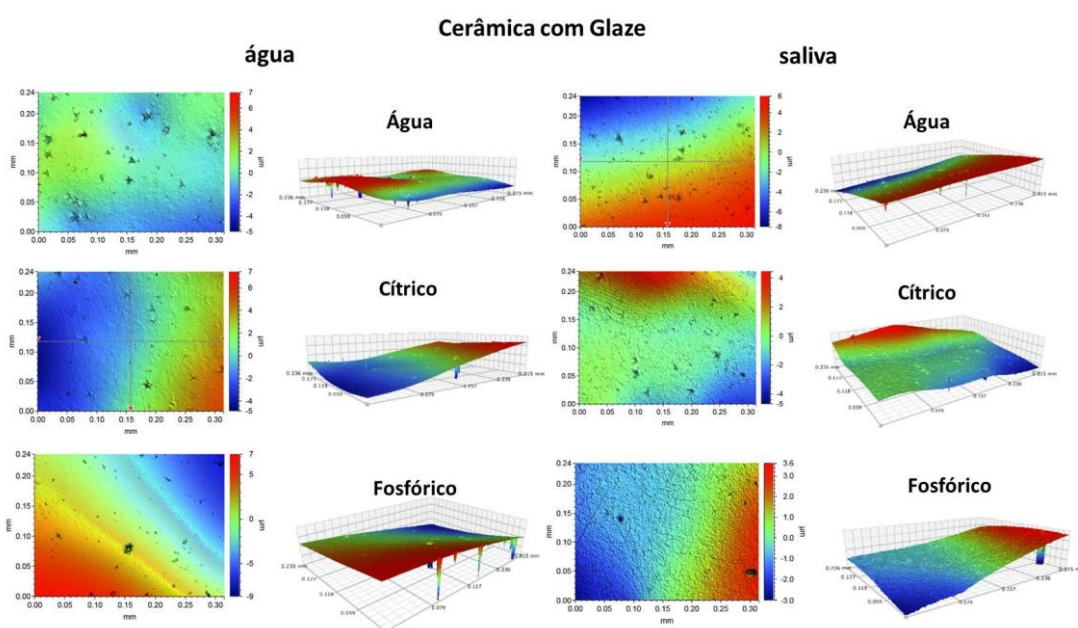


Figura 3. Fotomicrografias das superfícies das cerâmicas com glaze de acordo com o meio de armazenamento (água ou saliva) e o desafio (Água, Ácido Cítrico e Ácido Fosfórico) utilizando microscopia óptica 3D (Aumento: 20 x).

A energia livre de superfície (γ_s) não diferiu para as cerâmicas com glaze (Tabela 2) em função dos desafios ($p>0,182$), porém as cerâmicas polidas apresentaram maiores valores de γ_s quando comparado à água ($p<0,001$) nos desafios ácidos (cítrico e fosfórico), que não apresentaram diferença entre si ($p=0,655$). As cerâmicas polidas apresentaram maiores valores de γ_s quando armazenadas em saliva e nos desafios em água e ácido fosfórico ($p<0,001$).

Tabela 2 - Valores médios (DP) da energia livre de superfície (γ_s : mN/m) das cerâmicas de acordo com acabamento, desafio e meio de armazenamento (n=10)

Desafio	Meio de armazenamento	Acabamento	
		Polida	Glaze
Água	Água	30,2 ^{a,A} (3,2)	36,9 ^{a,B} (2,8)
	Saliva	33,7 ^{b,A} (2,6)	37,3 ^{a,b,B} (1,8)
Ácido Cítrico	Água	38,3 ^{c,A} (2,0)	40,2 ^{b,A} (1,4)
	Saliva	38,0 ^{c,A} (2,5)	35,7 ^{a,B} (2,4)
Ácido Fosfórico	Água	35,7 ^{b,c,A} (2,1)	38,2 ^{b,B} (2,8)
	Saliva	39,8 ^{c,A} (2,0)	38,7 ^{b,A} (2,3)

Letras minúsculas distintas indicam diferença significativa entre os valores na coluna. Letras maiúsculas distintas indicam diferença significativa entre a cerâmica polida e com glaze dentro de cada análise (Student-Newman-Keuls, $p<0,05$).

A energia apolar (γ_s^{LW}) não foi diferente entre os grupos (Figura 4) considerando os fatores desafio ($p>0,183$) e armazenamento ($p>0,456$). A cerâmica com glaze submetida ao desafio com água e armazenamento em saliva diferiu dos demais grupos ($p<0,007$). A polaridade (γ_s^{AB}) foi maior com glaze quando comparado à cerâmica polida armazenado em água, porém foi menor quando armazenada em saliva ($p<0,044$), independente do desafio. As cerâmicas polidas apresentaram maiores valores de γ_s^{AB} quando submetidas aos desafios ácidos quando comparadas à cerâmica polida em desafio água e armazenamento em água ($p<0,009$). Diferentemente, as cerâmicas com glaze não diferiram considerando os desafios ($p>0,072$). O armazenamento em saliva

reduziu os valores de γ_s^{AB} das cerâmicas com glaze nos desafios com água ($p < 0,015$) e ácido cítrico ($p < 0,003$) quando comparado ao armazenamento em água.

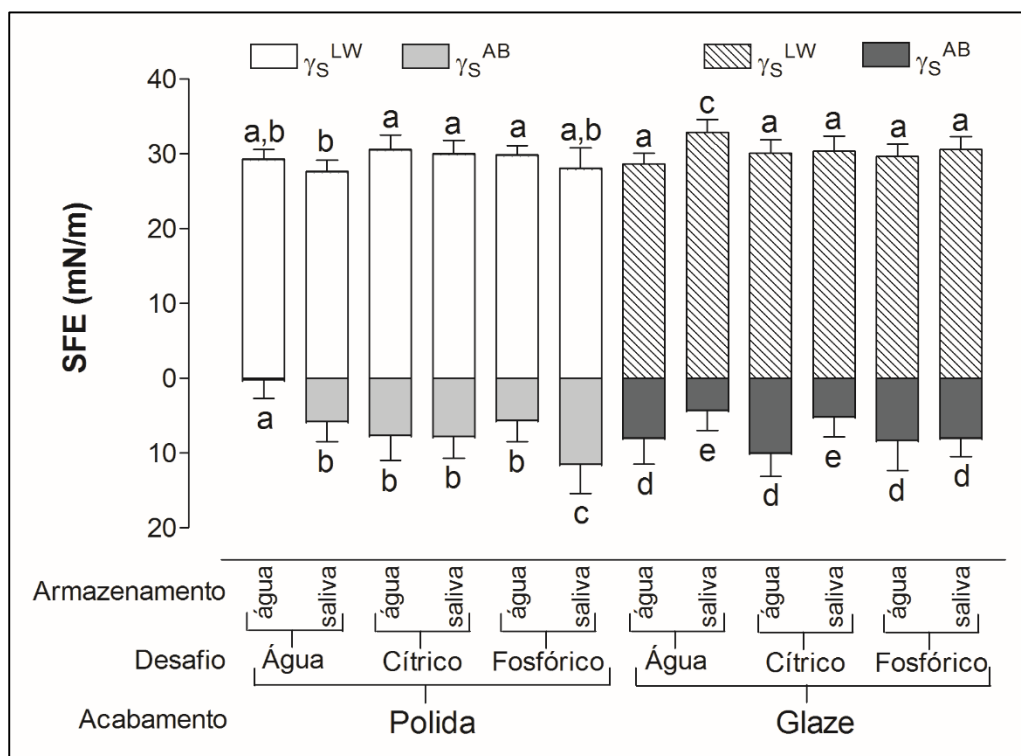


Figura 4. Valores médios da energia apolar (γ_s^{LW}) e energia polar (γ_s^{AB}) das cerâmicas de acordo com acabamento, desafio e meio de armazenamento ($n=10$). Letras minúsculas distintas indicam diferença significativa entre os valores para cada variável (Student-Newman-Keuls, $p < 0,05$). Barras verticais indicam o desvio-padrão.

O componente ácido (γ_s^+), receptor de elétrons, apresentou valores médios menores que 1,0 mN/m não sendo influenciado pelos fatores acabamento ($p > 0,148$) e armazenamento ($p > 0,183$). Os desafios ácidos levaram a maiores valores de γ_s^+ para as cerâmicas polidas armazenadas em saliva quando comparadas com as armazenadas em água ($p < 0,001$). As cerâmicas com glaze submetidas ao desafio com ácidos e armazenadas em água mostraram valores de γ_s^+ similares ($p = 0,901$) e maiores que as cerâmicas polidas ($p < 0,001$). O meio de armazenamento em saliva levou a menores valores de γ_s^+ quando comparado à água para as cerâmicas submetidas aos desafios com ácidos ($p < 0,001$), independente do acabamento (Figura 5). Os valores de γ_s^+ para as cerâmicas polidas não diferiram quando foram submetidas aos diferentes desafios e armazenadas em água ($p > 0,072$).

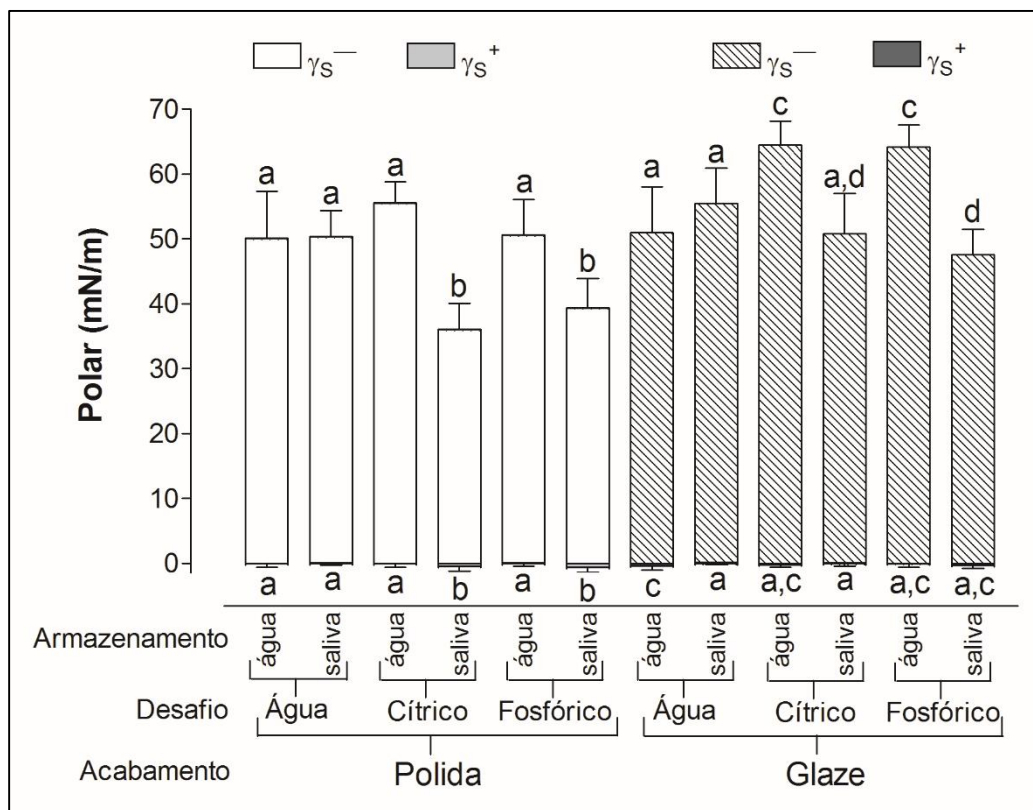


Figura 5. Valores médios dos componentes da energia polar (γ_s^{AB}): elétron-receptor (γ_s^+ : Lewis-ácido) e elétron-doador (γ_s^- : Lewis-base) das cerâmicas de acordo com acabamento, desafio e meio de armazenamento (n=10). Letras minúsculas distintas indicam diferença significativa entre os valores para cada variável (Student-Newman-Keuls, $p < 0,05$). Barras verticais indicam o desvio-padrão.

Cerâmica Polida

água

saliva

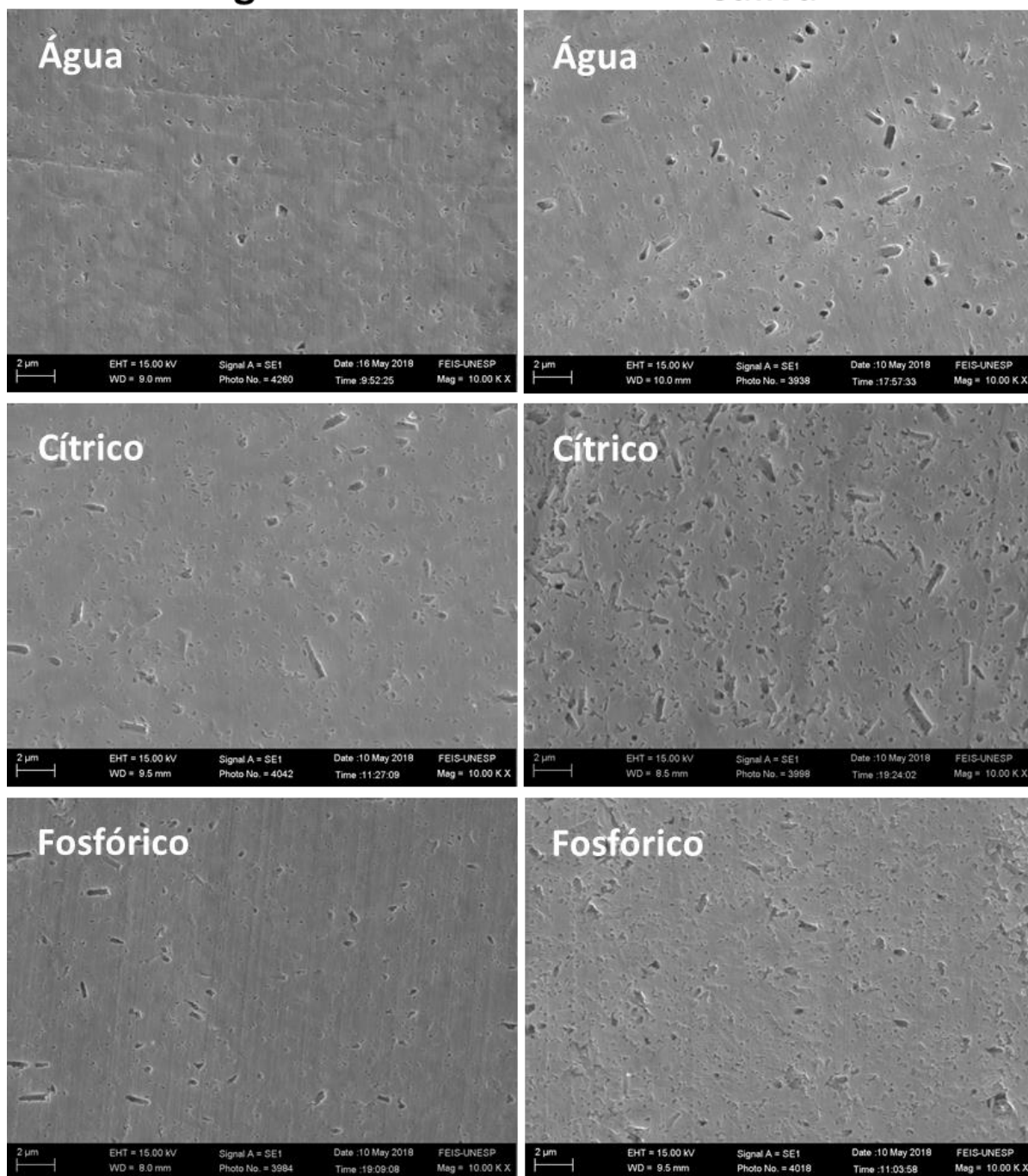


Figura 6. Fotomicrografias das superfícies das cerâmicas polidas de acordo com o meio de armazenamento (água ou saliva) e o desafio (Água, Ácido Cítrico e Ácido Fosfórico) utilizando microscopia eletrônica de varredura (Aumento: 10.000 x).

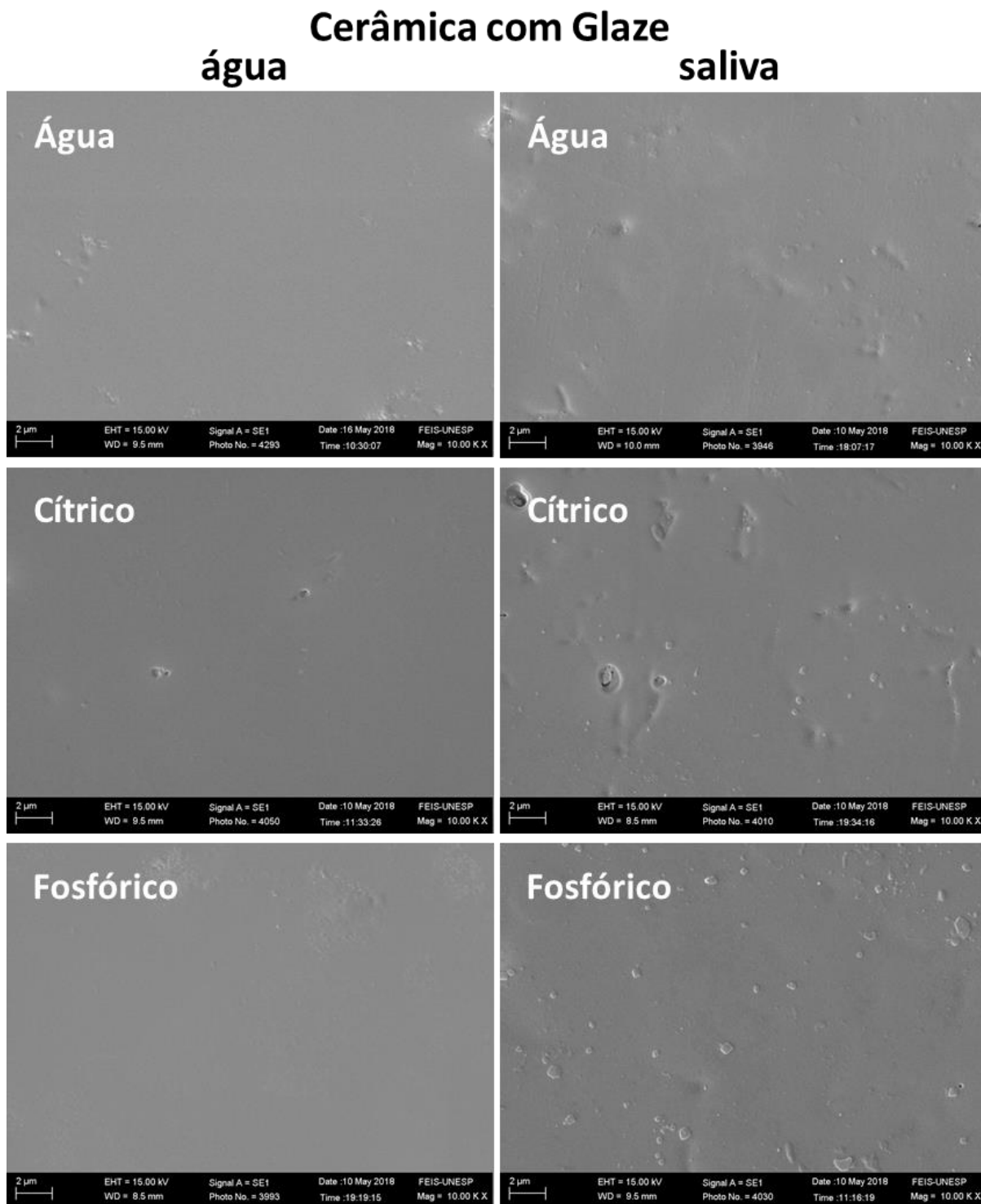


Figura 7. Fotomicrografias das superfícies das cerâmicas com glaze de acordo com o meio de armazenamento (água ou saliva) e o desafio (Água, Ácido Cítrico e Ácido Fosfórico) utilizando microscopia eletrônica de varredura (Aumento: 10.000 x).

Nas Figuras 6 e 7, as imagens da microscopia eletrônica de varredura (MEV) mostraram as superfícies das cerâmicas polidas e com glaze nos diferentes meios de armazenamento e desafio ácido. No armazenamento saliva, há um aumento de

porosidades em relação ao da água, diferença presente também nos desafios ácidos em comparação ao desafio água. A superfície do acabamento com glaze registrou menor índice de degradação em relação à polida. Essa degradação foi mais evidente nas superfícies das cerâmicas polidas em todos os desafios e armazenamentos.

Discussão

Este estudo avaliou as cerâmicas de dissilicato de lítio com diferentes tipos de acabamento, polida e glazeada, por meio da rugosidade, dureza de superfície e energia livre de superfície. Os resultados obtidos mostraram diferenças estatísticas entre os grupos, rejeitando a hipótese nula.

A rugosidade da superfície foi expressa pelos valores de S_a (média aritmética) que é um parâmetro que se limita à leitura horizontal^{25,26}. No entanto, padroniza-se a superfície a ser analisada como plana, visando possibilitar a comparação dos resultados obtidos com outros relatados na literatura, uma vez que o S_a é amplamente utilizado. Assim, superfícies com topografia diferentes poderiam apresentar o mesmo valor de rugosidade^{27,28} e, diante disso, a literatura recomenda que a análise quantitativa da rugosidade da superfície deve ser acompanhada por análise qualitativa utilizando MEV²⁸. Os resultados do presente estudo confirmaram esta necessidade, já que o processo de polimento manual deixou visível as partículas de dissilicato de lítio com menor rugosidade enquanto que o acabamento com glaze não foi possível observá-las, mas a superfície foi mais rugosa (Figuras 2, 3, 6 e 7). Além disso, quando armazenado em saliva, as partículas de dissilicato e os defeitos ficaram mais visíveis e os valores de rugosidade foram maiores (Tabela 1). Provavelmente, a adsorção de proteínas e íons cálcio e fosfato proveniente da saliva levaram a uma alteração na topografia da superfície explicando estes resultados.

Os estudos mostram que o acabamento com glaze produz uma superfície mais lisa do que o polimento²⁹. Entretanto, dependendo do tipo da cerâmica não há diferença entre o polimento mecânico e o glaze^{29,30}. Como no presente estudo, o acabamento com glaze apresentou uma superfície mais rugosa (Tabela 1), provavelmente flutuações na temperatura do forno (temperatura inicial e tempo de espera) durante a queima levou ao aparecimento de defeitos na superfície da cerâmica^{29,31}. Apesar da aparência mais lisa com o glaze (Figuras 3 e 7) quando comparado ao polimento (Figuras 2 e 6), foi possível observar uma quantidade grande de defeitos provavelmente proveniente: da queima inadequada da cerâmica de baixa fusão ou recobrimento não uniforme dos defeitos superficiais²⁹.

O valor de dureza superficial foi maior para as cerâmicas com glaze e menor quando submetida ao ácido cítrico. O acabamento com glaze cria um envidraçamento da superfície por meio da aplicação de cerâmica de baixa fusão, sinterizando a cerâmica prensada, possibilitando um aumento na dureza de superfície em relação ao grupo polida³². Com os desafios ácidos, os valores mostraram-se menores devido à degradação das matrizes cristalinas do material restaurador³³. O rompimento das ligações da matriz vítrea da cerâmica⁶ diminui sua resistência superficial e conseqüentemente a dureza³⁴. A variação dos valores médios da dureza entre os grupos foi menor que 10%. Apesar das diferenças existentes, foi difícil identificar uma relação com os desafios e meio de armazenamento.

Uma superfície mais rugosa geralmente está relacionada à maior energia de superfície^{35,36}, que corrobora com os resultados do presente estudo (Tabelas 1 e 2). Cerâmicas com energia de superfície maior são mais hidrofílicas^{11,37} favorecendo a adsorção de proteínas³⁵ e adesão celular^{35,36}. Valores de S_a maiores indicariam uma maior adesão de proteínas e/ou células³⁷⁻⁴⁰, indicando que as cerâmicas com acabamento com glaze, possuem maior tendência em aderência de microrganismos em relação às polidas mecanicamente. Entretanto, produzir uma superfície mais rugosa não significará obrigatoriamente no aumento da energia de superfície (Tabelas 1 e 2) já que isto dependerá do material testado e o tratamento dado à superfície do material^{11,35}. Os resultados do presente estudo mostraram aumento na energia de superfície após a exposição aos ácidos, porém, os valores de S_a foram menores com ácido fosfórico e os valores com ácido cítrico não diferiu das cerâmicas expostas à água (Tabelas 1 e 2). Isto significa que as propriedades físicas (topografia) e químicas da superfície estarão concomitantemente influenciando a energia da superfície e a adesão celular^{11,36}. Assim, será sempre necessário analisar os demais componentes da energia de superfície.

Com o objetivo de entender os efeitos dos acabamentos e dos desafios ácidos nas cerâmicas, foram analisados o componente polar (γ_s^{AB} : ácido, γ_s^+ e base, γ_s^-) e o apolar (γ_s^{LW} : Lifshitz van der Waals) da energia de superfície. O componente que mais contribuiu para o aumento da energia de superfície foi o polar (γ_s^{AB}). Apesar da γ_s^{LW} (apolar) caracterizar uma cerâmica apresentando maior valor^{41,42}, são as alterações polares que irão reger suas interações com o meio bucal³⁶. A γ_s^{AB} foi maior quando as cerâmicas polidas mecanicamente, durante os ciclos, foram armazenadas em saliva humana ou quando submetidas aos desafios ácidos. Provavelmente, durante os ciclos ocorreu a formação de uma película adquirida, como também, a deposição de fosfato de cálcio. A cerâmica com glaze apresentou uma γ_s^{AB} maior em relação à cerâmica polida mecanicamente (Figura 4: desafio água e armazenamento água), provavelmente,

resultado do arranjo molecular dos componentes do glaze durante o processo de queima. Uma superfície com esta característica favorece a formação da película adquirida e deposição de fosfato de cálcio. A redução dos valores de γ_s^{AB} , após 21 dias de armazenamento em saliva humana, é um indicativo deste processo. Como as cerâmicas apresentam uma característica fortemente básica (γ_s^-)^{11,36}, este componente da γ_s^{AB} foi analisado.

O componente γ_s^- não sofreu influência do acabamento ou meio de armazenamento no desafio com água, com valores maiores que 50 mN/m indicando uma superfície hidrofílica, independente da rugosidade. Os valores de γ_s^- maiores do que 28,5 mN/m e os valores de γ_s^+ próximo a zero indicam uma superfície hidrofílica^{22,24}, assim a superfície da cerâmica mostrou-se ser doadora de elétrons (Figura 5). A composição química similar entre a superfície polida mecanicamente e o glaze justificam os resultados. O ataque ácido da superfície polida mecanicamente não altera a γ_s^- , mesmo com menores valores de Sa com ácido fosfórico. Entretanto, o processo de corrosão do glaze levou a maiores valores de γ_s^- , tornando-a mais hidrofílica. Estudo anterior³³ obteve resultado que apontou para uma relação entre a ingestão de bebidas ácidas e o aumento da rugosidade de superfície em materiais restauradores. Como os valores de rugosidade mostraram-se menores nos desafios ácidos em relação à água, entende-se que o processo de degradação de matriz cristalina da cerâmica ocorreu de forma inespecífica e linear em toda a superfície. Durante os ciclos, isto levou a lixiviação na superfície após a corrosão resultando na diminuição da rugosidade superfície⁴³. Produzindo menor (ácido cítrico) ou maior (ácido fosfórico) redução na rugosidade, só houve aumento dos valores de γ_s^- com o glaze, provavelmente pela exposição maior dos sítios doadores de elétrons dos óxidos na superfície do glaze¹¹. Considerando apenas as proteínas provenientes da saliva, a adsorção a superfície básica (γ_s^-) das cerâmicas ocorreria pelas ligações dos seus grupos aminos. Os grupos aniônicos das proteínas ficariam voltados para superfície mantendo (Figura 5) ou aumentando o componente básico da energia polar¹¹. Entretanto, com os desafios ácidos a γ_s^- apresenta valores menores que parece indicar uma forte precipitação de fosfato de cálcio junto à película adquirida⁴⁴.

Diante destes resultados, pode-se sugerir que o polimento mecânico pré-clínico (laboratorial) ou durante os ajustes clínicos leva a poucas alterações nas características superficiais da cerâmica após ataques ácidos, mostrando-se um procedimento viável¹⁴. Entretanto, a cerâmica glazeada apresentou características que favorecem a formação do biofilme dentário sendo crítico nas regiões cervicais considerando adaptação marginal e o tecido gengival.

Conclusão

Baseados nos resultados houve rugosidade maior com o acabamento glaze, maior rugosidade quando armazenado em saliva, e o desafio com ácido fosfórico levou a menor rugosidade. A dureza foi maior para as cerâmicas com glaze e menor quando submetida ao ácido cítrico, sem influencia do meio de armazenamento. A superfície da cerâmica glazeada apresentou maior valor de energia livre, porém nos desafios ácidos foi similar à cerâmica polida influenciada pelo armazenamento em saliva e desafio ácido.

Agradecimentos

Agradecemos à Odontomega Imports pela contribuição com a doação do material cerâmico, da marca Rosseta, utilizado neste trabalho. Agradecemos também o representante técnico Tiago dos Santos Rodrigues, da Bruker do Brasil Ltda, por disponibilizar o equipamento e pelas análises das amostras.

Referências

- 1- Sobrinho LC, Borges GA, Sinhoreti MAC, Consani S. Materiais cerâmicos. In: Miyashita E, Fonseca AS. (Coord.). Odontologia estética: o estado da arte. São Paulo: Artes Médicas, 2004.
- 2- Costa JLV, Lopes LG, Pedrosa filho CF, Pedrosa SF, Coelho JC, Costa AM, et al. O estágio atual das cerâmicas odontológicas. PCL 2006;8:193-8.
- 3- Turssi CP, Hara AT, de Magalhães CS, Serra MC, Rodrigues Jr AL. Influence of storage regime prior to abrasion on surface topography of restorative materials. J Biomed Mater Res B Appl Biomater. 2003;65:227-32.
- 4- Anusavice KJ, Kakar K, Ferree N. Which mechanical and physical testing methods are relevant for predicting the clinical performance of ceramic based dental prostheses? Clin Oral Implants Res. 2007;18:218-31.
- 5- Kukiattrakoon B, Junpoom P, Hengtrakool C. Vicker's microhardness and energy dispersive x-ray analysis of fluoride-leucite and fluorapatite ceramics cyclically immersed in acid agents. J Oral Sci. 2009;51:443-50.
- 6- Kukiattrakoon B, Hengtrakool C, Kedjarune-Leggat U. The effect of acidic agents on surface ion leaching and surface characteristics of dental porcelains. J Prosthet Dent. 2010;103:148-62.
- 7- Esquivel-Upshaw JF, Dieng FY, Clark AE, Neal D, Anusavice KJ. Surface degradation of dental ceramics as a function of environmental pH. J Dent Res. 2013;92:467-71.

- 8- Pinto MM, Cesar PF, Rosa V, Yoshimura HN. Influence of pH on slow crack growth of dental porcelains. *Dent Mater.* 2008;24:814-23.
- 9- Jain C, Bhargava A, Gupta S, Rath R, Nagpal A, Kumar P. Spectrophotometric evaluation of the color changes of different feldspathic porcelains after exposure to commonly consumed beverages. *Eur J Dent.* 2013;7:172-80.
- 10- Swain MV. Impact of oral fluids on dental ceramics: What is the clinical relevance? *Dent Mater.* 2014;30:33-42.
- 11- Milleding P, Gerdes S, Holmberg K, Karlsson S. Surface energy of non-corroded and corroded dental ceramic materials before and after contact with salivary proteins. *Eur J Oral Sci.* 1999;107:384-92.
- 12- Jakovac M, Zivko-Babic J, Curkovic L, Carek A. Chemical durability of dental ceramic material in acid medium. *Acta Stomatol Croat.* 2006;40:65-71.
- 13- Kamala KR, Annapurni H. Evaluation of surface roughness of glazed and polished ceramic surface on exposure to fluoride gel, bleaching agent and aerated drink: An *in vitro* study. *J Indian Prosthodont Soc.* 2006;6:128-32.
- 14- Song XF, Ren HT, Yin L. Machinability of lithium disilicate glass ceramic in *in vitro* dental diamond bur adjusting process. *J Mech Behav Biomed Mater.* 2016;53:78-92.
- 15- Conceição EM, Sphor AM. Fundamentos dos sistemas cerâmicos. Porto Alegre: Artmed, 2005.
- 16- Schipper R, Loof A, Groot J, Harthoorn L, Dransfield E, van Heerde W. SELDI-TOF-MS of saliva: methodology and pre-treatment effects. *J Chromatogr B Analyt Technol Biomed Life Sci.* 2007;847:45-53.
- 17- Fontes ST, Fernández MR, de Moura CM, Meireles SS. Color stability of a nanofill composite: effect of different immersion media. *J Appl Oral Sci.* 2009;17:388-91.
- 18- Hanning M, Hess NJ, Hoth-Hanning W, de Vrese M. Influence of salivary pellicle formation time on enamel demineralization - an *in situ* pilot study. *Clin Oral Invest.* 2003;7:158-61.
- 19- Carvalho TS, Baumann T, Lussi A. *In vitro* salivary pellicles from adults and children have different protective effects against erosion. *Clin Oral Invest.* 2016. doi: 10.1007/s00784-015-1703-1.
- 20- Vechiato-Filho AJ, dos Santos DM, Goiato MC, Moreno A, de Medeiros RA, Kina S, et al. Surface degradation of lithium disilicate ceramic after immersion in acid and fluoride solutions. *Am J Dent.* 2015;28:174-80.
- 21- van der Mei H, White D. Influence of dentifrices and dietary components in saliva on wettability of pellicle-coated enamel *in vitro* and *in vivo*. *Eur J Oral Sci.* 2002;110:434-8.

- 22- Harnett EM, Alderman J, Wood T. The surface energy of various biomaterials coated with adhesion molecules used in cell culture. *Coll Surf B: Biointerfaces*. 2007;55:90-7.
- 23- van Oss CJ. Hydrophobicity of biosurfaces - origin, quantitative determination and interaction energies. *Colloids Surf B Biointerfaces*. 1995;5:91-110.
- 24- Knorr SD, Combe EC, Wolff LF, Hodges JS. The surface free energy of dental gold-based materials. *Dent Mater*. 2005;21:272-7.
- 25- Whitehead SA, Shearer AC, Watts DC, Wilson NH. Comparison of methods for measuring surface roughness of ceramic. *J Oral Rehabil*. 1995;22:421-7.
- 26- Pimenta IC, Lovadino JR, Pimenta LAF, Paulillo LA. Avaliação do manchamento dos cimentos de ionômero de vidro por soluções evidenciadoras de placa dental. *Rev ABO Nac*. 1997;5:110-2.
- 27- Bottino MC, Valandro LF, Kantorski KZ, Bressiani JC, Bottino MA. Polishing methods of an alumina-reinforced feldspar ceramic. *Braz Dent J*. 2006;17:285-9.
- 28- Silva TM, Salvia AC, Carvalho RF, Silva EG, Pagani C. Effects of different polishing protocols on lithium disilicate ceramics. *Braz Dent J*. 2015;26:478-83.
- 29- Silva TM, Salvia AC, Carvalho RF, Pagani C, Rocha DM, Silva EG. Polishing for glass ceramics: which protocol? *J Prosthodont Res*. 2014;58:160-70.
- 30- Flury S, Lussi A, Zimmerli B. Performance of different polishing techniques for direct CAD/CAM ceramic restorations. *Oper Dent*. 2010;35:470-81.
- 31- Oilo G. Flexural strength and internal defects of some dental porcelains. *Acta Odontol Scand*. 1988;46:313-22.
- 32- Pradies G, Godoy-Ruiz L, Özcan M, Moreno-Hay I, Martínez-Rus F. Analysis of surface roughness, fracture toughness, and weibull characteristics of different framework-veneer dental ceramic assemblies after grinding, polishing, and glazing. *J Prosthodont*. 2017. doi: 10.1111/jopr.12653.
- 33- Wongkhantee S, Patanapiradej V, Maneenut C, Tantbirojn D. Effect of acidic food and drinks on surface hardness of enamel, dentine, and tooth-coloured filling materials. *J Dent*. 2006;34:214-20.
- 34- Hashemikamangar SS, Ghavam M, Mirkhezri z, Karazifard MJ. Comparison of the effects of two different drinks on microhardness of a silorane-based composite resin. *J.Dent*. 2015;16:260-6.
- 35- Lampin M, Warocquier-Clérout, Legris C, Degrange M, Sigot-Luizard MF. Correlation between substratum roughness and wettability, cell adhesion, and cell migration. *J Biomed Mater Res*. 1997;36:99-108.
- 36- Noro A, Kaneko M, Murata I, Yoshinari M. Influence of surface topography and surface physicochemistry on wettability of zirconia (tetragonal zirconia polycrystal). *J Biomed Mater Res B Appl Biomater*. 2013;101:355-63.

- 37- Hannig M, Joiner A. The structure, function and properties of the acquired pellicle. In: Duckworth RM, editor. The teeth and their environment. Monogr Oral Sci Basel, Karger, 2006;19:29-64.
- 38- Quirynen M, Marechal M, Busscher HJ, Weerkamp AH, Arends J, Darius PL, et al. The influence of surface free energy on planimetric plaque growth in man. J Dent Res. 1989;68:796-9.
- 39- Al-Marzok MI, Al-Azzawi HJ. The effect of the surface roughness of porcelain on the adhesion of oral Streptococcus mutans. J Contemp Dent Pract. 2009;10:17-24.
- 40- Teranaka A, Tomiyama K, Ohashi K, Miyake K, Shimizu T, Hamada N, et al. Relevance of surface characteristics in the adhesiveness of polymicrobial biofilms to crownrestoration materials. J Oral Sci. 2018;60:129-36.
- 41- Haselton DR, Diaz-arnold AM, Hillis SL. Clinical assessment of high-strength all-ceramic crowns. J Prosthet Dent. 2000;83:396-401.
- 42- Rüttermann S, Trellenkamp T, Bergmann N, Raab WH, Ritter H, Janda R. A new approach to influence contact angle and surface free energy of resin based dental restorative materials. Acta Biomater. 2011;7:1160-5.
- 43- Figueredo CMS, Sampaio Filho HR, Paes PNG. Estudo *in vitro* da lisura superficial em resinas compostas, após imersão em café e Coca-Cola®. Rev Cienc Med Biol. 2006; 5:207-13.
- 44- Neves JG, Danelon M, Pessan JP, Figueiredo LR, Camargo ER, Delbem ACB. Surface free energy of enamel treated with sodium hexametaphosphate, calcium and phosphate. Arch Oral Biol. 2018;90:108-12.

Anexo A

Preparo das amostras



Matriz de acrílico 4x6x2 mm



Montagem em anel de silicone



Preenchimento com revestimento de fundição



Desmontagem do conjunto



Conjunto levado ao forno de prensagem



Conjunto levado ao forno de anel



Amostras prensadas



Polimento manual



Aplicação do glaze

ANEXO B

Coleta da saliva



Saliva humana em potes individuais



Misturas da saliva em um Becker



Homogeneização



↓
Separação da fase sólida e líquida



Centrifugação



Despejamento da saliva em tubo
Falcon 15 mL



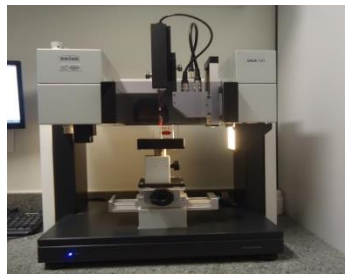
Transferência do sobrenadante em tubo de 50 mL



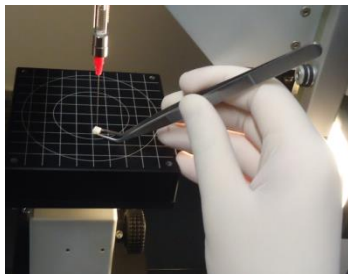
Saliva transferida e identificada



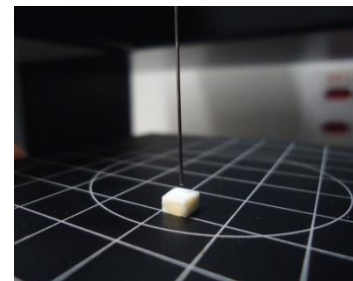
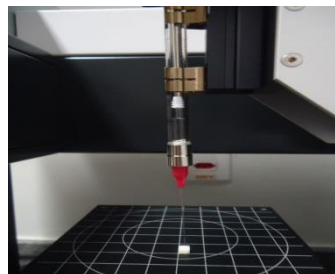
Armazenada em freezer -80°C

ANEXO C**Análise de energia livre de superfície**

Goniômetro automático



Três líquidos foram contidos no interior das sondas: água, diiodometano e etilenoglicol



Para determinação do ângulo de contato, volume de 0,5 μL de cada líquido foi dispensado sobre a amostra

ANEXO D

Análise da rugosidade de superfície



Microscópio óptico 3D Contour GTK

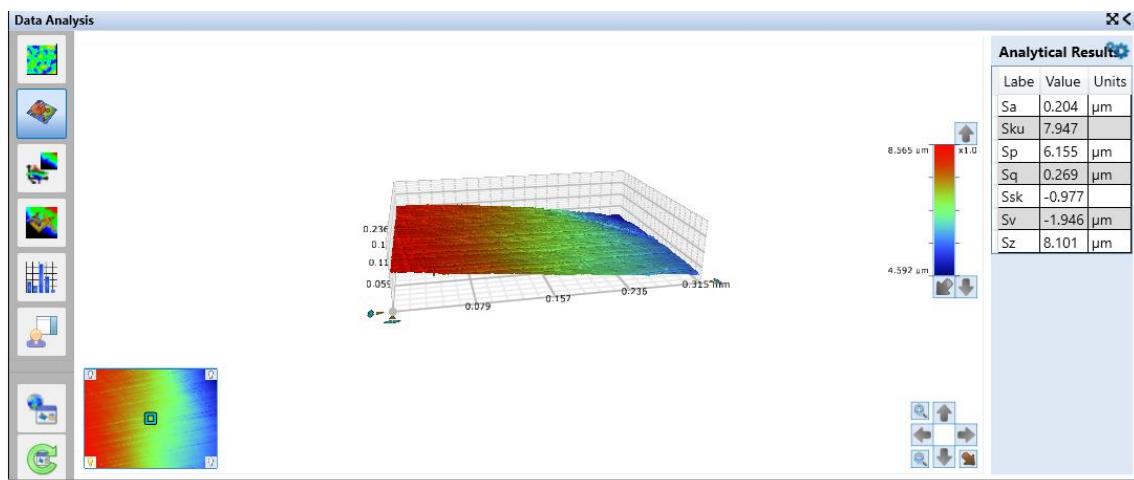


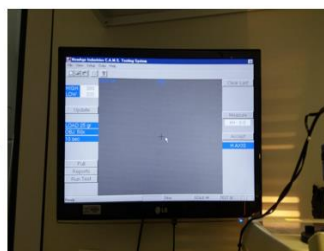
Imagem 3D da superfície da amostra

ANEXO E**Análise de dureza de superfície**

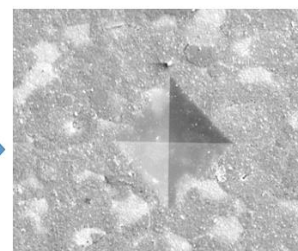
Microdurômetro Shimadzu Micro Hardness Tester HMV-2000



Posicionamento da amostra para a impressão



Captura da imagem no software



Imagem

ANEXO F

Análise de microscopia eletrônica de varredura



Metalização da amostra



Microscópio eletrônico DSM-960 (Zeiss)

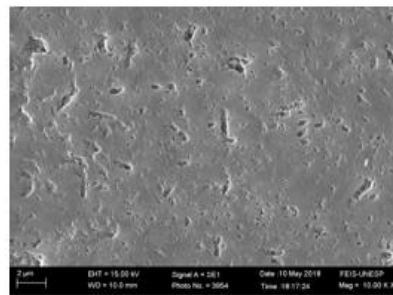


Imagem com aumento de 10.000 x